

附件3

《水质 9种微囊藻毒素的测定 液相色谱-三重四  
极杆质谱法（征求意见稿）》  
编制说明

《水质 9种微囊藻毒素的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》

标准编制组

二〇二四年九月

项目名称：水质 9 种微囊藻毒素的测定 液相色谱-三重四极杆质谱  
法

项目统一编号：2014-40

承担单位：重庆市生态环境监测中心

编制组主要成员：罗财红、邓力、沈冬君、邹志芬、孙静、朱明吉、  
张芹、蹇川、杜兰、吴晓妍

环境标准研究所技术管理负责人：裴淑玮

生态环境监测司项目负责人：仇鹏

# 目 录

1 项目背景 .....	3
1.1 任务来源 .....	3
1.2 工作过程 .....	3
2 标准制订的必要性分析 .....	4
2.1 微囊藻毒素的理化性质、环境危害及环境存在 .....	4
2.2 相关生态环境标准和生态环境管理工作的需要 .....	7
3 国内外相关分析方法研究进展 .....	8
3.1 主要国家、地区及国际组织相关标准方法 .....	8
3.2 国内相关标准方法 .....	12
3.3 本标准与国内外分析方法的关系 .....	16
3.4 水体微囊藻毒素监测分析方法发展趋势 .....	16
4 标准制订的基本原则和技术路线 .....	21
4.1 标准制订的基本原则 .....	21
4.2 标准的适用范围和主要技术内容 .....	21
4.3 标准制订的技术路线 .....	21
5 方法研究报告 .....	23
5.1 方法研究目标 .....	23
5.2 标准的适用范围 .....	23
5.3 术语和定义 .....	25
5.4 方法原理 .....	26
5.5 试剂和材料 .....	26
5.6 仪器与设备 .....	27
5.7 样品 .....	28
5.8 分析步骤 .....	31
5.9 标准曲线及谱图 .....	47
5.10 结果计算与表示 .....	51
5.11 方法比对 .....	53
5.12 实验室内检出限及测定下限 .....	58
5.13 实验室内精密度与正确度 .....	63
5.14 质量保证和质量控制 .....	87
6 方法验证 .....	88
6.1 方法验证方案 .....	88
6.2 方法验证过程 .....	91
6.3 方法验证结论 .....	92
7 标准开题论证情况 .....	96

8 与开题报告的差异说明 .....	96
9 标准征求意见稿技术审查情况 .....	96
10 参考文献 .....	97
附件一方法验证报告 .....	101

# 《水质 9种微囊藻毒素的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法（征求意见稿）》编制说明

## 1 项目背景

### 1.1 任务来源

2014年7月原国家环境保护部办公厅发布了《关于开展2014年度国家环境保护标准项目实施工作的通知》（环办函〔2014〕411号）国家环保标准制订计划，下达了《水质 微囊藻毒素的测定 液相色谱串联质谱法》标准制订任务，项目统一编号为2014-40。由重庆市环境监测中心承担该标准的制订任务。

### 1.2 工作过程

#### 1.2.1 成立标准编制组

2014年7月，接到《水质 微囊藻毒素的测定 液相色谱串联质谱法》标准制订任务后，重庆市环境监测中心立即成立了标准编制组，有序开展标准方法制订的前期准备工作，编制组成员包括有多年有机分析工作经验和从事该项目分析工作的同志。

#### 1.2.2 查询国内外相关标准和文献资料

2014年7月~12月，根据原国家环保标准制订工作管理办法的相关规定，编制组查阅了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、世界卫生组织（WHO）、国际标准化组织（ISO）、美国环境保护局（EPA）等资料库的相关标准方法及文献资料，对比了各标准方法及文献中的目标化合物种类、标准适用范围、样品保存、试剂及耗材、前处理方法、仪器参数等方面，研究了现阶段微囊藻毒素的环境质量标准、检测方法的发展水平和趋势，基于目前国内监测部门的硬件配置现状，编制组初步确认以液相色谱-三重四极杆质谱法作为水中微囊藻毒素的监测方法。

#### 1.2.3 组织专家进行开题论证，确定标准制订原则和技术路线

2015年3月，原环保部科技标准司在成都组织召开了开题论证会，与会专家就编制组提交的开题论证报告和标准文本草案进行了质询和讨论，通过了本标准的开题论证，并明确了本标准制订的技术路线、原则及内容，提出了如下修改意见：

- （1）本方法研究的目标化合物只有3种，建议增加目标化合物；
- （2）采用外标法定量准确性不够，建议选择内标法进行定量。

#### 1.2.4 研究建立标准方法，开展条件试验

2015年5月~2019年11月，标准编制组根据开题论证会确定的技术路线和论证意见，开展了标准方法的相关研究工作，将目标化合物增加至9种，选择内标法进行定量，进一步优

化仪器条件和前处理条件、样品保存等试验，确定实验室内方法检出限、测定下限、精密度和正确度等方法特性指标和质控要求，在此基础上编写标准文本及编制说明草案。

### 1.2.5 组织方法验证、编写标准文本和编制说明征求意见稿

2019年12月~2020年5月，标准编制组确定方法验证试验方案，组织6家有资质的实验室对该方法的适用性进行了方法验证，在此基础上进行了数据汇总和分析整理工作，形成了《方法验证报告》。标准编制组于2020年7月完成了标准文本及编制说明的征求意见稿，并提交了标准所。

### 1.2.6 标准征求意见稿技术审查会

2023年7月31日，生态环境部生态环境监测司以视频会议形式组织召开《水质 微囊藻毒素的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》征求意见稿技术审查会，与会专家通过标准的技术审查，提出了以下修改建议：

- 1、标准名称修改为《水质 9种微囊藻毒素的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》；
- 2、进一步完善术语定义、方法原理、内标贮备液保存时间及样品预处理的表述，增加直接进样法的计算公式；
- 3、按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）对标准文本和编制说明进行修改。

标准编制组根据与会专家建议：将标准名称修改为《水质 9种微囊藻毒素的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》；进一步完善了术语定义和方法原理（详见文本3及4）；补充完善了内标贮备液保存时间（详见文本6.11）；完善了样品预处理的表述（详见文本8.2.2.1）；增加了直接进样法的计算公式（详见文本10.3.1及10.3.2）。

## 2 标准制订的必要性分析

### 2.1 微囊藻毒素的理化性质、环境危害及环境存在

#### 2.1.1 理化性质

微囊藻毒素（Microcystins，以下简称“MCs”）主要是由铜绿微囊藻、鱼腥藻、念珠藻、颤藻等几种能在水体中生长并形成水华的蓝藻类产生，由7个氨基酸组成的单环七肽化合物（分子基本结构如图1所示）。其中，Mdha是一种特殊氨基酸；Adda为3-氨基-9-甲氧-2,6,8-三甲基-10-苯-4,6-二烯酸；X和Y为2种可变氨基酸基团<sup>[1]</sup>，X和Y的不同组合可以形成相应的异构体，目前已经发现了200多种不同类型的异构体<sup>[2]</sup>。MC-LR、MC-RR、MC-YR（L、R、Y分别代表亮氨酸、精氨酸和酪氨酸）为MCs异构体中最主要的3种，其中MC-LR、MC-RR在我国天然水体中检出频率和浓度最高。

MCs分子量在900 Da~1100 Da，易溶于水、甲醇和丙酮，在水中的溶解度>1 g/L。由于具有环状和间隔双键结构，所以性质稳定。MCs耐高温，自然降解过程十分缓慢，在去离子水中可保持稳定状态长达27 d，在灭菌的河水中可保持稳定状态12 d，而在普通河水中7 d内即会降解。纯化的MCs在阳光照射下可保持稳定，但暴露于紫外线时即可被水

解或发生化学异构和化学键合反应而失活，其半衰期为 10 d，当紫外线波长接近其吸收峰周围（即 238 nm~254 nm）时，MCs 可被迅速降解<sup>[3]</sup>。

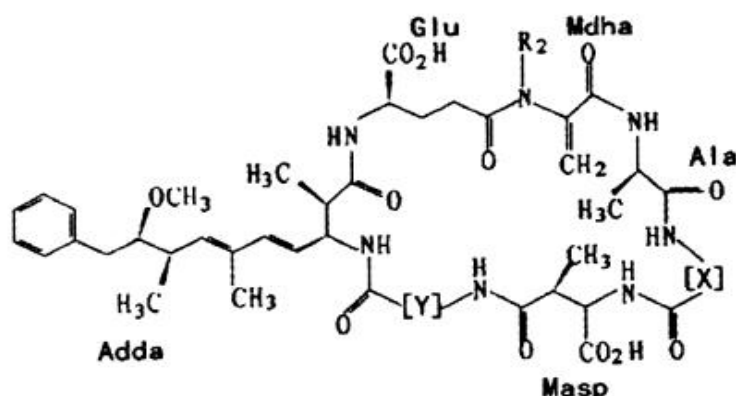


图 1 微囊藻毒素基本结构示意图

本标准研究的 9 种目标化合物的基本信息如表 1 所示。

表 1 9 种目标化合物的基本信息

目标化合物	英文缩写	CAS号	分子量	分子式
微囊藻毒素-RR	MC-RR	111755-37-4	1038.2	C <sub>49</sub> H <sub>75</sub> N <sub>13</sub> O <sub>12</sub>
微囊藻毒素-YR	MC-YR	101064-48-6	1045.2	C <sub>52</sub> H <sub>72</sub> N <sub>10</sub> O <sub>13</sub>
微囊藻毒素-HtyR	MC-HtyR	913178-65-1	1059.2	C <sub>53</sub> H <sub>74</sub> N <sub>10</sub> O <sub>13</sub>
微囊藻毒素-LR	MC-LR	101043-37-2	995.2	C <sub>49</sub> H <sub>74</sub> N <sub>10</sub> O <sub>12</sub>
微囊藻毒素-WR	MC-WR	138234-58-9	1068.3	C <sub>54</sub> H <sub>73</sub> N <sub>11</sub> O <sub>12</sub>
微囊藻毒素-LA	MC-LA	96180-79-9	910.1	C <sub>46</sub> H <sub>67</sub> N <sub>7</sub> O <sub>12</sub>
微囊藻毒素-LY	MC-LY	123304-10-9	1002.2	C <sub>52</sub> H <sub>71</sub> N <sub>7</sub> O <sub>13</sub>
微囊藻毒素-LW	MC-LW	157622-02-1	1025.2	C <sub>54</sub> H <sub>72</sub> N <sub>8</sub> O <sub>12</sub>
微囊藻毒素-LF	MC-LF	154037-70-4	986.2	C <sub>52</sub> H <sub>71</sub> N <sub>7</sub> O <sub>12</sub>

## 2.1.2 环境危害

### (1) 对水体的危害

当蓝藻水华爆发时，蓝藻会覆盖在水体表面，影响水体表面的氧含量，抑制水下水生植物的生长<sup>[4]</sup>。MCs 是目前在蓝藻水华污染中出现频率最高、浓度最大、危害最严重的藻毒素<sup>[5]</sup>，会随着水体迁移而污染其他水源，使原始生态系统遭到破坏。

### (2) 对动植物的危害

MCs 的靶器官主要是肝脏，短时间、大剂量的 MCs 暴露会引发动物体内细胞变形、

失活甚至坏死。低浓度的 MCs 能够在水生动物包括鱼类、贝类、浮游动物等体内富集进而通过食物链对高营养级动物造成危害；高浓度的 MCs 能够直接导致无脊椎动物、鱼类、鸟类、家畜及其它动物死亡。Best<sup>[6]</sup>等人报告了 MCs 对鱼类的影响，研究表明 MCs 会使动物细胞脂质，损害它们的循环系统、消化系统和免疫系统等；有文献报道<sup>[7-9]</sup>，MCs 会使鱼类游动迟缓，集群活动明显减少，常滞留水面，且减缓生长，降低生长率。MCs 会影响孵化酶的产生和释放，从而干扰其胚胎的发育和器官的形成，也能引起鱼类组织器官发生退化病变，甚至对鱼类具有一定的免疫毒性。

除了影响动物的生长发育，MCs 对许多植物的生长发育也具有抑制作用，如离体培养条件下，浓度为 0.005  $\mu\text{g/ml}$  的 MC-LR 即能显著抑制马铃薯组培苗的生长<sup>[10]</sup>。

### (3) 对人类的危害

MCs 还被国际癌症研究机构 (IARC) 列为可能的人类致癌物，有关研究证明肝癌高发率与饮用水中 MCs 含量有关，而人类接触 MCs 的主要来源是饮用水。流行病学调查显示，由于 MCs 具有肝毒性、肾毒性、神经毒性、免疫毒性及生殖毒性等，当人饮用含 MCs 的水后，会引起胃肠炎症、肝癌和脾脏疾病，剂量过度时可导致死亡。MCs 的急性毒性作用可能会破坏肝脏细胞结构，使干细胞分离、变圆，最终凋亡、坏死，其毒性作用在器官水平上表现为引起肝脏小叶中心坏死、肝血窦程序性破坏以及显著的肝内出血现象，通过引起致命的肝脏出血和低血容量性休克而导致死亡<sup>[11-15]</sup>。

### 2.1.3 环境存在

近年来，水体富营养化已经成为世界面临的重大环境污染问题之一。富营养化湖库中的蓝藻水华现象依旧严峻，MCs 作为蓝藻水华最主要的腐化产物，常伴随蓝藻存在。

许多国家和地区的天然水体中都检测到了 MCs，自 1959 年 Bishop 首次分离出藻毒素后，相关报道不断涌现。日本、美国、英国、澳大利亚、印度、加拿大、芬兰等 10 多个国家都曾报道其湖泊、水库中有水华污染，并分离出了有毒藻株<sup>[16-17]</sup>。我国长江、黄河、松花江等主要河流以及鄱阳湖、太湖、巢湖、武汉东湖、昆明滇池、上海淀山湖等几大淡水湖泊的调查中发现有大量藻类繁殖，产生的毒素主要是 MCs<sup>[18-26]</sup>。各地的 MCs 的浓度水平不同，比如王龙<sup>[12]</sup>以红枫水库、百花水库和花溪水库为研究对象，调查了贵州省高原水库 MCs 时空特征，监测结果显示水库中 MC-LR 浓度均超过了《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2022) 中 MC-LR 的浓度限值要求。余丽等<sup>[27]</sup>研究了巢湖水体中胞内微囊藻毒素 (IMCs) 和胞外微囊藻毒素 (EMCs) 异构体的时空分布及其与环境因子的关系，结果表明 MC-RR 和 MC-LR 是巢湖水体中 MCs 的主要异构体类型。袁丽娟等<sup>[28]</sup>对鄱阳湖水中常见的 MC-RR、MC-YR 和 MC-LR 的质量浓度进行定量分析，结果表明 MC-RR 浓度最高。万翔等<sup>[29]</sup>在洱海水华秋季高发时期，检测了主要旅游区和饮用水源地中的 MC-LR 浓度，结果表明洱海中 MC-LR 最高值达 2.17  $\mu\text{g/L}$ ，已超过集中式生活饮用水地表水源地 MC-LR 的限值 (1.0  $\mu\text{g/L}$ )，水华期间洱海饮用水水源安全问题不容忽视。吴和岩等<sup>[30]</sup>调查发现，上海市供水系统水源受到以 MC-LR 为代表的 MCs 污染，最高值达 2.38  $\mu\text{g/L}$ 。

21 世纪以来，随着我国对水污染治理力度的加大，各水体环境状况有所改观。但以上环境监测数据结果表明水体中 MCs 污染严重，因此，采用合适的监测方法测定水体中的



MCs 十分必要。

## 2.2 相关生态环境标准和生态环境管理工作的需要

### 2.2.1 相关生态环境标准

编制组调研了现行的水污染物排放标准、环境质量标准及限值要求，结果表明：国内外的排放标准中暂无 MCs 的限值要求，生活污水、工业废水、地下水和海水的环境质量标准中也无 MCs 的限值要求，仅地表水、饮用水及城市供水相关的环境质量标准有限值要求，具体如下：

世界卫生组织（WHO）推荐的饮用水中 MCs 标准限值为 1.0  $\mu\text{g/L}$ ，推荐每人每天摄入的 MCs 限值为 0.04  $\mu\text{g/kg}$ <sup>[33]</sup>；澳大利亚学者也建议饮用水中 MCs 标准限值为 1.0  $\mu\text{g/L}$ ；加拿大健康组织规定饮用水中 MCs 的标准限值为 0.5  $\mu\text{g/L}$ ；《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）、《地表水环境质量标准》（GB 3838-2002）及《城市供水水质标准》（CJ/T 206-2005）均规定 MC-LR 的标准限值为 1.0  $\mu\text{g/L}$ ，国内现有环境质量标准详表 2<sup>[31-33]</sup>。

表2 国内现有环境质量标准

序号	标准号	标准名称	标准限值	目标化合物	推荐方法
1	GB 5749-2022	生活饮用水卫生标准	1.0 $\mu\text{g/L}$	MC-LR	高压液相色谱法
2	GB 3838-2002	地表水环境质量标准	1.0 $\mu\text{g/L}$	MC-LR	高效液相色谱法
3	CJ/T 206-2005	城市供水水质标准	1.0 $\mu\text{g/L}$	MC-LR	/

### 2.2.2 生态环境管理工作的需要

2019年9月30日，生态环境部发布的《生态环境监测规划纲要（2020-2035年）》中提到要完善地下水环境监测技术体系，建议补充形成一套有效支撑地下水环境管理的监测指标体系。MCs主要存在于淡水，由于地下水属于淡水水源，因此建立地下水中MCs的测定方法十分必要。

2019年2月，生态环境部办公厅发布的《关于做好2019年重点湖库蓝藻水华防控工作的通知》（环办水体函〔2019〕283号）提到，要严密监控重点湖库水质和蓝藻水华动态，提升湖库生态环境承载能力，降低蓝藻水华暴发风险。2018年9月，摩纳哥元首赴生态环境部进行“中摩合作蓝藻水华高级别研讨会”，双方强调要加强开展太湖蓝藻水华观测等项目的合作。2018年度的《水污染防治行动计划》重点任务实施情况中提到要强化太湖、滇池等重点湖库蓝藻水华防控工作。2015年4月，国务院发布的《水污染防治行动计划》中针对水体富营养化和蓝藻水华，明确提出要“深化重点流域污染防治”，要求加大整治力度，控制汇入富营养化湖库的河流中污染物浓度，要求太湖、巢湖、滇池富营养化水平和蓝藻水华现象有所好转，白洋淀、乌梁素海、呼伦湖、艾比湖等湖泊污染程度减轻。

近年来，海洋水质监管纳入了生态环境部门管理职责。2017年生态环境部针对海洋环境、近岸海域、河口海湾区域及典型海洋生态系统等领域，要求加强海洋环境监测，2017年发布的《2017中国近岸海域生态环境质量公报》中，重点关注了全国近岸海域水质状况。

标准方法制订上增加海水的监测，可打通陆地和海洋之间的壁垒，为海洋环境监测提供技术保障，有利于进一步规范我国海洋监测工作的开展。

综上所述，制订地表水、地下水和海水中的MCs的监测方法，可为真实反映水体环境中MCs的污染状况，有效落实国家环境管理要求提供有力的技术支撑。

### 3 国内外相关分析方法研究进展

#### 3.1 主要国家、地区及国际组织相关标准方法

经查阅，英国标准（BS）、欧洲标准（EN）、日本标准化组织（JIS）、美国材料与试验协会（ASTM）等中均无MCs的标准方法，EPA发布了3个水中MCs的标准方法，ISO发布了2个水中MCs的标准方法，具体如下：

EPA Method 544. Determination of Microcystins and Nodularins in Drinking Water by Solid Phase Extraction and Liquid Chromatography/Tandem Mass Spectrometry (LC/MS/MS)<sup>[34]</sup>中采用固相萃取-液相色谱/串联质谱法（LC/MS/MS）测定饮用水中的MCs：水样过滤后，收集滤液和滤膜上捕获的微囊藻毒素（经-20℃冻融后蓝细菌细胞释放的细胞内毒素），滤液经固相萃取柱富集和净化后，再用甲醇：水=90:10（V/V）的洗脱液洗脱后氮吹浓缩至近干，用甲醇：水=90:10（V/V）定容至1.0 ml后，用液相色谱/串联质谱仪测定其含量。每种目标化合物的浓度通过外标法校准确定。此方法分析了6种微囊藻毒素（MC-YR，MC-LR，MC-RR，MC-LA，MC-LF，MC-LY），检出限范围为1.2 ng/L~4.6 ng/L；加标回收率范围为50%~150%；分析范围为2.9 ng/L~22 ng/L。

EPA METHOD 546. Determination of Total Microcystins and Nodularins in Drinking Water and Ambient Water by Adda Enzyme-Linked Immunosorbent Assay<sup>[35]</sup>采用酶联免疫吸附（ELISA）法测定饮用水和环境水中MC-LR：样品中的微囊藻毒素和固定在孔中的检测抗体相结合。第1次洗涤后，添加至孔中的酶偶联物与样品中微囊藻毒素结合成一抗。第2次洗涤后，加入四甲基联苯胺，进行显色反应。再将酸性溶液添加到每个孔中以停止颜色生成。最后，使用酶标仪测量每个孔的吸光度，计算微囊藻毒素的浓度。此方法中MC-LR的检出限为0.26 μg/L。

Single Laboratory Validated Method for Determination of Microcystins and Nodularin in Ambient Freshwaters by Solid Phase Extraction and Liquid Chromatography/Tandem Mass Spectrometry (LC/MS/MS) (EPA/600/R-17/344)<sup>[36]</sup>采用液相色谱/串联质谱法（LC-MS/MS）测定环境淡水中13种微囊藻毒素和节球藻毒素，其检出限为2.1 ng/L~33 ng/L；分析范围为14 ng/L~170 ng/L；加标回收率范围为50%~150%。该方法采用了环孢菌素-A,<sup>13</sup>C<sub>2</sub>,d<sub>4</sub>（Cyclosporin-A,<sup>13</sup>C<sub>2</sub>,d<sub>4</sub>）作内标，以C<sub>2</sub>D<sub>5</sub>-MC-LR作为替代物，并根据样品的透明度或细胞密度情况，选择了两种提取方法提取蓝藻细胞内微囊藻毒素。对于透明到半透明的样品A：取100 ml水样（加入替代物）进行过滤，收集滤液。将滤膜放入装有2 ml 甲醇：水=80:20（V/V）的玻璃试管中，于-20℃下静置1 h得到浸泡液，从而将滤膜上捕获的蓝藻细胞内微囊藻毒素提取出来，再将上述浸泡液与滤液混合，待富集净化；对于半透明到不透明的样品B：将10 ml水样（加入替代物）加入到装有30 ml 甲醇的离心管中，于-20℃下静置

2 h 得到浸泡液，再将浸泡液离心，移出上清液，待富集净化。上述处理后的样品 A 或样品 B 经固相萃取柱富集，用甲醇：水=90:10 (V/V) 洗脱后，收集洗脱液，洗脱液氮吹浓缩至近干后，用甲醇：水=90:10 (V/V) 定容至 1.0 ml，采用液相色谱/串联质谱法测定其含量。

Water quality—Determination of microcystins—Method using solid phase extraction (SPE) and high performance liquid chromatography (HPLC) with ultraviolet (UV) detection (ISO 20179: 2005) [37] 主要测定原水 and 处理水中总微囊藻毒素 (细胞外+细胞内)，具体方法为：水样过滤后，经固相萃取柱富集净化，用含 0.1% 三氟乙酸的甲醇：水=90:10 (V/V) 洗脱，再浓缩、定容后，用含紫外/二极管阵列检测器的高效液相色谱仪测定微囊藻毒素的含量，此方法分析了 3 种微囊藻毒素 (MC-YR, MC-LR, MC-RR)。

Water quality—Determination of microcystins—Method using liquid chromatography and tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) (ISO 22104: 2021) [65] 中给出了 3 种方法测定水中总微囊藻毒素 (细胞外+细胞内)，分别为直接进样法、在线固相萃取法及固相萃取法，具体方法如下。直接进样法：取 5 ml 水样，在 -28 °C 下冷冻 50 min，再置于 50 °C 水浴下解冻 15 min，反复冻融 3 次，加入 75% 甲醇，超声后过滤，取滤液上机测试；在线固相萃取法：采取与直接进样法相同的方法进行总微囊藻毒素 (细胞外+细胞内) 的提取，取部分滤液进行在线固相萃取分析；固相萃取法：首先过滤 500 ml 水样，收集滤液。滤膜采用冻干法或与直接进样法相同的方法提取胞内微囊藻毒素，再加入 75% 甲醇溶解胞内微囊藻毒素，超声后过滤，合并滤液。滤液经 C<sub>18</sub> 柱富集、淋洗、洗脱及浓缩后，用 50% 甲醇溶液定容，上机测试。此方法分析了 14 种目标化合物：MC-YR, MC-LR, MC-LR, MC-LA, MC-YR, MC-RR, MC-LY, MC-WR, MC-HtyR, MC-HilR, MC-LW, MC-LF, [Dha<sub>7</sub>]-MC-LR, 以及 [Dha<sub>7</sub>]-MC-RR。

主要国家、地区及国际组织关于 MCs 的标准方法具体情况如表 3 所示。

表3 主要国家、地区及国际组织关于微囊藻毒素的标准分析方法

序号	方法编号	标准制订年份	目标化合物	适用范围	前处理方法	仪器方法	色谱柱	检出限	分析范围	加标回收率
1	EPA 544	2015	全量: MC-YR、MC-LR、MC-RR、MC-LA、MC-LF、MC-LY、节球藻毒素 (NOD)	饮用水	固相萃取法: 过滤, 滤液和滤膜(冻融后) 过固相萃取柱, 洗脱, 氮吹, 定容。	LC/MS	C <sub>8</sub> 柱: 2.1 mm*100 mm, 2.6 μm	固相萃取法 (100 ml→1 ml): 检出限: 1.2 ng/L~4.6 ng/L	2.9 ng/L~22 ng/L	50%~150%
2	EPA 546	2016	溶解态: MC-LR	饮用水 环境水	样品加入 96 孔板中, 第一次洗涤后加酶偶联物, 第二次洗涤后加四甲基联苯胺, 显色。	酶联免疫吸附法	/	0.26 μg/L	0.10 ng/L~0.40 μg/L	50%~150%
3	EPA/600/R-17/344	2017	全量: 3-dm-MC-LR、3-dm-MC-RR、7-dm-MC-LR、节球藻毒素 (NOD)、MC-HilR、MC-RR、MC-YR、MC-HtyR、MC-LR、MC-WR、MC-LA、MC-LY、MC-LW、MC-LF	环境淡水	固相萃取法: 过滤 (或离心), 滤液 (或上清液) 和滤膜 (冻融后) 过固相萃取柱, 洗脱, 氮吹, 定容, 内标法定量。	LC/MS	C <sub>8</sub> 柱: 2.1 mm*100 mm, 2.6 μm	固相萃取法 (100 ml→1 ml): 检出限: 2.1 ng/L~33 ng/L	14 ng/L~170 ng/L	50%~150%
4	ISO 20179	2005	全量: MC-YR、MC-LR、MC-RR	饮用水	固相萃取法: 过滤, 滤液和滤膜(超声离心后) 过固相萃取柱, 洗脱, 氮吹, 定容。	HPLC—UV	C <sub>18</sub> 柱: 4.6 mm*250 mm, 3 μm	固相萃取法 (100 ml→0.5 ml): 检出限: 0.2 μg/ml	0.2 μg/ml~3.0 μg/ml	/

序号	方法编号	标准制订年份	目标化合物	适用范围	前处理方法	仪器方法	色谱柱	检出限	分析范围	加标回收率
5	ISO 22104	2021	全量: MC-YR, MC-LR, MC-LR, MC-LA, MC-YR, MC-RR, MC-LY, MC-WR, MC-HtyR, MC-HilR, MC-LW, MC-LF, [Dha <sub>7</sub> ]-MC-LR, 以及[Dha <sub>7</sub> ]-MC-RR	饮用水和淡水	直接进样法: -28 °C/50 °C反复冻融3次, 过滤,滤液上机测试; 固相萃取法: 过滤, 收集滤液, 滤膜冻干或-28 °C/50 °C反复冻融3次, 合并滤液与滤膜上的提取物, C <sub>18</sub> 硅胶富集、净化、洗脱, 氮吹定容后测试。	LC/MS	C <sub>18</sub> 柱: 2.1 m*150 mm, 粒径 1.8 μm	直接进样法: 5 ml; 固相萃取法 (500 ml→0.4 ml): 两种方法均未给出检出限	0.05 μg/L~1.6 μg/L	25%~150%

### 3.2 国内相关标准方法

国内涉及 MCs 的现行标准方法一共有 8 个，具体方法如下：

《地表水环境质量标准》（GB 3838-2002）推荐采用《生活饮用水标准检验方法 第 8 部分：有机物指标》（GB/T 5750.8-2023）测定 MCs，仪器方法为高效液相色谱法和液相色谱串联质谱法。其中，高效液相色谱法适用于生活饮用水及其水源水中 MC-RR 和 MC-LR 的测定。取样品 5 L，用孔径为 1.2  $\mu\text{m}$  的 GF/C 膜过滤，滤液和膜样分别处理，经富集和洗脱后浓缩定容至 1.0 ml，最低检测的质量浓度均为 0.06  $\mu\text{g/L}$ 。此方法采样量大，操作不便，且有机溶剂使用量大，易造成环境二次污染<sup>[38]</sup>；而液相色谱串联质谱法仅适用于生活饮用水中 MC-RR、MC-LR、MC-YR、MC-LW 和 MC-LF 的测定。该方法采用的是直接进样法，外标法定量，最低检测的质量浓度范围为 0.20  $\mu\text{g/L}$ ~0.26  $\mu\text{g/L}$ ，此方法操作简单。

《水中微囊藻毒素的测定》（GB/T 20466-2006），采用高效液相色谱法测定饮用水、湖泊水、河水、地表水中 MC-RR、MC-YR 和 MC-LR，水样经 GF/C 膜和 0.45  $\mu\text{m}$  乙酸纤维素酯滤膜过滤，取 1 L 滤液进行固相萃取，最后定容至 100  $\mu\text{l}$ ，检出限为 0.1  $\mu\text{g/L}$ <sup>[39]</sup>。

《水质 甲萘威、溴氰菊酯、微囊藻毒素-LR 的测定 高效液相色谱法》（SL 740-2016）只测定了 MC-LR，适用范围为饮用水、湖泊水、河水及地表水。取 1 L 水样，经 0.45  $\mu\text{m}$  玻璃纤维或聚四氟乙烯滤膜过滤，滤液经固相萃取，最后定容至 1.0 ml，检出限为 24.6  $\text{ng/L}$ <sup>[40]</sup>。

《水源水中微囊藻毒素测定 液相色谱-串联质谱法》（DB 31/T 1178-2019）中测定了 6 种 MCs，包括直接进样法和固相萃取法，适用于水源水中 MCs 的测定，地表水、娱乐用水和城市供水处理各工艺段的水质测定可参照执行，采用外标法定量，滤液和滤膜均分析。直接进样法：水样经 0.22  $\mu\text{m}$  聚偏氟乙烯滤膜过滤后上机，检出限为 0.05  $\mu\text{g/L}$ ~0.20  $\mu\text{g/L}$ ；固相萃取法：水样经 0.7  $\mu\text{m}$  玻璃纤维滤膜过滤，取 1 L 滤液进行固相萃取、浓缩定容至 1.0 ml，滤膜经冻融后分析，检出限为 0.003  $\mu\text{g/L}$ ~0.006  $\mu\text{g/L}$ <sup>[41]</sup>。

《生活饮用水水源水中 11 种藻毒素的测定 高效液相色谱串联质谱法》（DB 34/T 3300-2018）中对 MC-RR、MC-YR、MC-HtyR、MC-LR、MC-WR、MC-LA、MC-LY、MC-LW、MC-LF，节球藻毒素（NOD）和拟柱胞藻毒素（CYN）共 11 种藻毒素进行了测定，用外标法定量。取 1 L 水样，经固相萃取后，浓缩定容至 1.0 ml，检出限为：0.02  $\text{ng/L}$ ~0.05  $\text{ng/L}$ <sup>[42]</sup>。

《水体中微囊藻毒素的检测方法》（DB 42/T 275-2003）采用高效液相色谱法测定了 MC-LR 和 MC-RR，采用外标法定量，检测下限为 0.1  $\mu\text{g/L}$ <sup>[43]</sup>。

《食品安全国家标准 水产品中微囊藻毒素的测定》（GB 5009.273-2016）分别采用高效液相色谱法和酶联免疫吸附法测定食品中的 MC-RR、MC-YR 和 MC-LR，未规定检出限，适合于水产品中微囊藻毒素的测定<sup>[44]</sup>。

《出口水产品中微囊藻毒素的检测 液相色谱-质谱/质谱法》（SN/T 4319-2015）中测定了 3 种微囊藻毒素，适用范围为出口鱼、虾水产品，不适用于环境水<sup>[45]</sup>。

国内涉及微囊藻毒素的标准分析方法具体情况如表 4 所示。

表 4 国内微囊藻毒素相关标准分析方法<sup>[38-45]</sup>

序号	标准名称及编号	测定方法	目标化合物	适用范围	色谱柱	检出限	线性范围	加标回收率
1	《生活饮用水标准检验方法 第 8 部分：有机物指标》（GB/T 5750.8-2023）	高压液相色谱法	全量：MC-LR、MC-RR	生活饮用水及其水源水	ODS C <sub>18</sub> 柱： 4.6 mm*250 mm	固相萃取法（5000 ml→1 ml）：0.06 μg/L（最低检测的质量浓度）	0.30 μg/ml~5.00 μg/ml	/
		液相色谱串联质谱法	溶解态或全量：MC-RR、MC-LR、MC-YR、MC-LW 和 MC-LF	生活饮用水		直接进样法：0.20 μg/L~0.26 μg/L（最低检测的质量浓度）	0.5 μg/L~50 μg/L	
2	《水中微囊藻毒素的测定》（GB/T 20466-2006）	高效液相色谱法和酶联免疫吸附法	溶解态：MC-LR、MC-RR、MC-YR	饮用水、湖泊水、河水地表水	C <sub>18</sub> 柱： 4.6 mm*100 mm, 5 μm	固相萃取法（1000 ml→0.1 ml）：0.1 μg/L	0.1 μg/ml~10 μg/ml	/
3	《水质 甲萘威、溴氰菊酯、微囊藻毒素-LR 的测定 高效液相色谱法》（SL 740-2016）	高效液相色谱法	溶解态：MC-LR	地表水、地下水及饮用水	C <sub>18</sub> 柱： 4.6 mm*100 mm, 3.5 μm	固相萃取法（1000 ml→1 ml）：24.6 ng/L	0.05 mg/L~1.0 mg/L	84.9%~98.2%

序号	标准名称及编号	测定方法	目标化合物	适用范围	色谱柱	检出限	线性范围	加标回收率
4	《水源水中微囊藻毒素测定 液相色谱-串联质谱法》 (DB 31/T 1178-2019)	液相色谱-串联质谱法	全量: MC-LR、MC-YR、MC-RR、MC-LA、MC-LF、MC-LY	水源水, 地表水、娱乐用水和城市供水处理各工艺段的水质测定可参照执行	C <sub>18</sub> 柱: 2.1 mm*50 mm, 1.8 μm	直接进样: 0.05 μg/L~0.20 μg/L; 固相萃取法 (1000 ml→1 ml): 0.003 μg/L~0.006 μg/L	直接进样: 0.20 μg/L~20.0 μg/L; 固相萃取: 2.00 μg/L~200 μg/L	/
5	《生活饮用水水源水中 11 种藻毒素的测定 高效液相色谱串联质谱法》(DB 34/T 3300-2018)	高效液相色谱串联质谱法	溶解态: MC-RR、MC-YR、MC-HtyR、MC-LR、MC-WR、MC-LA、MC-LY、MC-LW、MC-LF, 一种节球藻毒素 (NOD) 和一种拟柱胞藻毒素 (CYN)	城乡集中式生活饮用水和分散式生活饮用水水源水	C <sub>18</sub> 柱: 2.1 mm*50 mm, 1.7 μm	固相萃取法 (1000 ml→1 ml): 0.02 ng/L~0.05 ng/L	0.02 μg/L~50.0 μg/L	60%~140%
6	《水体中微囊藻毒素的检测方法》(DB 42/T 275-2003)	高效液相色谱法	溶解态: MC-LR、MC-RR	饮用水、湖泊水、河水地表水	/	固相萃取法 (500 ml→1 ml): 检测下限 0.1 μg/L	/	/



序号	标准名称及编号	测定方法	目标化合物	适用范围	色谱柱	检出限	线性范围	加标回收率
7	《食品安全国家标准 水产品中微囊藻毒素的测定》 (GB 5009.273-2016)	高效液相色谱法和酶联免疫吸附法	MC-LR、MC-RR、 MC-YR	水产品	C <sub>18</sub> 柱： 2.0 mm*250 mm, 5 μm	MC-LR、MC-RR 的 检出限为 0.3 μg/kg, MC-YR 为 0.17 μg/kg	0.1 μg/L~5.0 μg/L	/
8	《出口水产品中微囊藻毒素的检测 液相色谱-质谱/质谱法》 (SN/T 4319-2015)	液相色谱-质谱/质谱法	MC-LR、MC-RR、 MC-YR	适用于出口鱼、虾 水产品	HSS T <sub>3</sub> 柱： 2.1 mm*100 mm, 1.8 μm	2 g→2 ml; 测定低限为 5 ng/g	/	/

### 3.3 本标准与国内外分析方法的关系

本标准主要依据国内外的标准方法和文献资料，进行实验方案的设计。本标准的样品采集主要参考 GB/T 14581、HJ 91.2 和 HJ 164 等标准；前处理条件及仪器条件优化主要参考 EPA/600/R-17/344、ISO 22104、GB/T 20466-2006 等标准。目前国外测定 MCs 的标准方法主要为液相色谱法和液相色谱-质谱法，这两种方法均只测定淡水中总微囊藻毒素（细胞外+细胞内），目标化合物种类最多为 13 种，定量方法为内标法或外标法。国内测定 MCs 的标准方法也主要为液相色谱法和液相色谱-质谱法，目标化合物种类最多为 9 种，均采用外标法定量。国内外的标准方法均只测定了地表水、地下水等淡水中的 MCs，而本标准适用范围为地表水、地下水和海水，测定范围扩充至海水，适用性更强；且测定的是总微囊藻毒素（细胞外+细胞内），为全量测定，全量测定更能真实反映水体中 MCs 的浓度水平；并采用内标法定量，准确性更高。

### 3.4 水体微囊藻毒素监测分析方法发展趋势

标准编制组调研了标准方法与文献，总结了各类监测方法的特点及发展变化，具体调研情况如下：

（1）在实际测试中，酶联免疫法由于具有灵敏、快速、简单、适用于现场分析等特点，应用较广泛<sup>[46]</sup>。但不同类型 MCs 的结构非常相似，此方法不能识别出 MCs 的特定类型，故免疫检测法在对定性、定量准确度要求严格的环境监测领域应用极其有限；

（2）毛细管电泳法由于具有检测时间短、分离能力高、样品容量小、溶剂消耗少等特点，逐渐被运用于 MCs 的测定<sup>[47]</sup>，但毛细管直径小、光路太短，故该方法灵敏度不够高，有一定的局限性；

（3）气相色谱-质谱法（GC-MS）可实现样品的定性、定量分析，被广泛应用于有机物检测，但该方法只适合于分析可气化、稳定性好的样品。考虑到 MCs 的高极性和热不稳定性，较少采用 GC-MS 测定 MCs，目前仅微囊藻毒素总量测定采用了 GC-MS<sup>[48]</sup>；

（4）对 MCs 的检测常采用高效液相色谱法<sup>[49]</sup>，该方法相较之前的方法灵敏度更高，准确性更好，但当样品基质复杂时，定性有一定的影响；

（5）液相色谱-串联质谱法（LC-MS）采用多反应监测扫描方式进行检测，可提供特征的母离子及其子离子信息，能够充分发挥液相色谱的高分离度、高选择性与高灵敏度的优势，为目标化合物的定性、定量提供可靠保障。目前，LC-MS 技术已广泛应用于 MCs 的检测分析中。

综合考虑国内外相关分析方法和文献（见表 5），本标准采用液相色谱-三重四极杆质谱法测定水中 MCs。该方法采用固相萃取法可富集和净化水样中痕量 MCs，灵敏度高，可为环境决策提供准确可靠的数据基础。

表 5 水体中微囊藻毒素相关文献<sup>[50-62]</sup>

序号	方法名称	检测项目	分析方法	样品预处理	浓度水平	检出限	曲线范围	研究区域	适用范围
1	液相色谱/串联质谱法检测水中微囊藻毒素	溶解态: MC-LR、MC-RR、MC-YR	液相色谱-串联质谱法	固相萃取法 (50 ml→1 ml)	MC-LR: 1.43 μg/L~2.51 μg/L MC-RR、MC-YR: 未检出	0.015 μg/L~0.1 μg/L	0.5 μg/L~300 μg/L	东太湖	饮用水、湖泊水、河水及地表水
2	在线固相萃取-液质联用法检测太湖水体微囊藻毒素技术研究	溶解态: MC-LR、MC-RR、MC-YR	液相色谱-串联质谱法	在线固相萃取法	全湖年均值 (MC-LR: 0.166 μg/L; MC-RR: 0.089 μg/L; MC-YR: 0.126 μg/L)	0.046 μg/L~0.078 μg/L	0.46 μg/L~50 μg/L	太湖	湖泊水
3	水中 2 种微囊藻毒素及 3 种农药的固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱测定法	溶解态: MC-LR、MC-RR	液相色谱-串联质谱法	固相萃取法 (200 ml→1 ml)	MC-LR: 0.018 μg/L~2.571 μg/L MC-RR: 0.033 μg/L~2.300 μg/L	0.0003 μg/L~0.0150 μg/L	0.1 μg/L~25 μg/L	/	湖泊水
4	固相萃取-高效液相色谱-二极管阵列检测器法同时测定湖水中 10 种蓝藻毒素	溶解态: MC-RR、MC-YR、MC-Hty R、MC-LR、MC-WR、MC-LA、MC-LY、MC-LW、MC-LF、NOD	高效液相色谱-二极管阵列检测器法	固相萃取法 (1000 ml→1 ml)	MC-LF: 0.024 μg/L~0.091 μg/L; MC-LR: 0.066 μg/L~0.260 μg/L; MC-RR: 0.052 μg/L; NOD: 0.040 μg/L; 其他未检出。	0.005 μg/L~0.020 μg/L	50 μg/L~2000 μg/L	华东某湖泊湖区	湖泊水
5	生活饮用水中痕量微囊藻毒素-LR 和-RR 的免疫亲和净化-高效液相色谱-串联四极杆质谱测定法	溶解态: MC-LR、MC-RR	高效液相色谱-串联四极杆质谱法	固相萃取法	未检出	0.002 ng/ml	0.20 ng/ml~10 ng/ml	湖北省襄阳、荆州等 9 个地区的 28 个水厂	生活饮用水

序号	方法名称	检测项目	分析方法	样品预处理	浓度水平	检出限	曲线范围	研究区域	适用范围
6	太湖梅梁湾水体及沉积物中微囊藻毒素含量垂向分布特征	溶解态: MC-LR、MC-RR、MC-YR	液相色谱-串联质谱法	固相萃取法 (1L→0.5ml)	MC-LR: 26.63±7.97 ng/L~483.88±422.21 ng/L; MC-RR: 3.88±1.18 ng/L~351.25±264.17 ng/L; MC-YR: 2.94±1.31 ng/L~85.83±54.29 ng/L。	/	0.1 µg/L~500 µg/L	太湖梅梁湾	湖泊水
7	超高效液相色谱-串联质谱法测定水华样品中微囊藻毒素及其基质效应的消除	溶解态: MC-LR、MC-RR、MC-YR、MC-LA、MC-LY、MC-LW、MC-LF	超高效液相色谱-串联质谱法	固相萃取法	3.51 µg/L~175.6 µg/L	0.064 µg/L~0.103 µg/L	0.1 µg/L~100 µg/L	江苏某蓝藻水华爆发地区	饮用水水源
8	超高效液相色谱-串联四极杆质谱法快速测定阿特拉津、甲萘威、微囊藻毒素 LR、丙烯酰胺和联苯胺	溶解态: MC-LR	超高效液相色谱-串联质谱法	直接进样	未检出	0.3 µg/L	0.5 µg/L~20 µg/L	牡丹江市某地表水源水	地表水
9	直接进样-高效液相色谱-串联四极杆质谱分析水中微囊藻毒素	溶解态: MC-LR	高效液相色谱-串联四极杆质谱法	直接进样	未检出	0.04 µg/L	0.1 µg/L~200 µg/L	岷江、沱江流域地表水	地表水及饮用水源地

序号	方法名称	检测项目	分析方法	样品预处理	浓度水平	检出限	曲线范围	研究区域	适用范围
10	固相萃取-高效液相色谱法同时测定地表水中9种微囊藻毒素	溶解态: MC-LR、MC-RR、MC-YR、MC-WR、MC-LA、MC-LY、MC-LW、MC-LF、MC-HtyR	高效液相色谱法	固相萃取法(500 ml→1 ml)	MC-LR: 7.25 µg/L; MC-LY: 0.59 µg/L; MC-LW: 0.28 µg/L; MC-LF: 0.41 µg/L。	0.018 µg/L~0.059 µg/L	0.1 mg/L~50 mg/L	浙江两处水库	地表水
11	高效液相色谱-串联质谱法同时分析水中9种典型微囊藻毒素	溶解态: NOD、CYN、MC-LR、MC-RR、MC-YR、MC-LA、MC-LY、MC-LW、MC-LF、MC-WR	高效液相色谱-串联质谱法	直接进样及固相萃取(1 L→1 ml)	MC-LA: 53.1 ng/L; MC-LF: 50.2 ng/L; MC-LW: 26.1 ng/L; MC-LY: 28.6 ng/L; MC-LR: 136.5 ng/L; MC-RR: 192.7 ng/L; MC-YR: 329.6 ng/L; NOD: 30.6 ng/L; CYN: 5.9 ng/L。	直接进样: 0.004 µg/L~0.108 µg/L; 固相萃取富集: 0.021 µg/L~0.382 µg/L	直接进样: 0.01 µg/L~100 µg/L; 固相萃取: 0.1 ng/L~1000 ng/L	南方某大型水库	地表水
12	反复冻融-固相萃取-液相色谱串联质谱法测定蓝藻中5种微囊藻毒素	全量: MC-LR、MC-RR、MC-YR、MC-LW、MC-LF	液相色谱串联质谱法	固相萃取法(1 L→1 ml)	MC-RR: 0.33 µg/L~23.6 µg/L; MC-YR: 0.08 µg/L~2.61 µg/L; MC-LR: 0.83 µg/L~8.70 µg/L; MC-LW: 0.13 µg/L~0.47 µg/L; MC-LF: 0.02 µg/L~0.31 µg/L。	0.05 ng~0.2 ng	1.25 µg/L~50 µg/L	南方某饮用水源地	饮用水源
13	超高效液相色谱-四极杆-飞行时间质谱法快速测定蓝藻水华堆积处理池中4种微囊藻毒素	溶解态: MC-RR、MC-YR、MC-LR、MC-WR	超高效液相色谱-四极杆-飞行时间质谱法	固相萃取法	MC-RR: 0.082 µg/kg; MC-YR: 0.047 µg/kg; 其他未检出。	1.0 µg/kg~5.0 µg/kg	0.01 mg/kg~1.0 mg/kg	太湖	蓝藻水华堆积处理池

序号	方法名称	检测项目	分析方法	样品预处理	浓度水平	检出限	曲线范围	研究区域	适用范围
14	固相萃取-超高效液相色谱-电喷雾串联质谱法同时测定地表水中9种微囊藻毒素	溶解态：MC-LR、MC-RR、MC-YR、MC-WR、MC-LA、MC-LY、MC-LW、MC-LF、MC-HtyR	超高效液相色谱-电喷雾串联质谱法	固相萃取法（500 ml→1 ml）	MC-LR：15.4~110；MC-RR：10.5~94.8；MC-YR：9.42；MC-WR：4.36；MC-LA：1.18；MC-LY：2.80~19.8；MC-LW：1.82；MC-LF：0.96；MC-HtyR：未检出（单位均为 ng/L）。	0.1 μg/L~0.5 μg/L	0.5 μg/L~100 μg/L	杭州市两处水库	地表水

## 4 标准制订的基本原则和技术路线

### 4.1 标准制订的基本原则

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的要求，在参考国内外标准方法和研究技术的同时，结合我国监测工作实际情况和发展需求，在制订过程中，对优选技术开展了研究与验证，以确保标准方法的科学性、先进性、普适性和可操作性，且需满足以下条件：

（1）方法检出限和测定下限满足相关生态环境标准和生态环境工作的要求

满足《地表水环境质量标准》（GB 3838-2002）、《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）、《城市供水水质标准》（CJ/T 206-2005）等限值要求。

（2）方法准确可靠，满足各项方法特性指标的要求

通过实验室内及6家实验室间实际样品加标回收测定的分析比对，确保本方法准确可靠，精密度和正确度能够满足各项方法特性指标的要求。

（3）方法具有普遍适用性，易于推广使用

本标准结合了国内监测机构能力现状，所制订的水质中MCs的测定方法操作简单易行，能适应我国环境监测机构及相关实验室的仪器设备条件及技术能力。

### 4.2 标准的适用范围和主要技术内容

本标准规定了测定水中9种MCs（MC-RR、MC-YR、MC-HtyR、MC-LR、MC-WR、MC-LA、MC-LY、MC-LW和MC-LF）的液相色谱-三重四极杆质谱法。

目前国内外环境监测机构主要研究地表水、饮用水和水源水中的MCs，结合产生MCs的主要藻类（微囊藻）的特性和生态环境监管职责，本标准的适用范围确定为地表水、地下水和海水中9种MCs的测定。主要技术内容有以下几方面：

（1）明确方法的适用范围，确定目标化合物的种类；

（2）研究MCs采样方法以及滤膜的选择、样品保存条件等；

（3）优化样品提取、净化及浓缩等前处理条件；

（4）选择合适的色谱柱、流动相、洗脱流速等液相和质谱条件，优化出最佳的仪器参数条件；

（5）确定方法检出限、精密度及正确度等方法特性指标。

### 4.3 标准制订的技术路线

编制组参照国内外已发布的关于测定水中MCs的标准方法，结合MCs的特点以及液相色谱-质谱法的检测范围，从中优选出适合该标准方法，并适应我国现有监测设备状况的目标化合物；探讨了样品采集、运输保存、样品前处理条件、仪器分析方法、质量控制与质量保证技术研究等内容，通过6家实验室间的方法验证，给出该方法的检出限、精密度及正确度等技术特性指标及质量控制内容。

本标准制订的技术路线见图2：

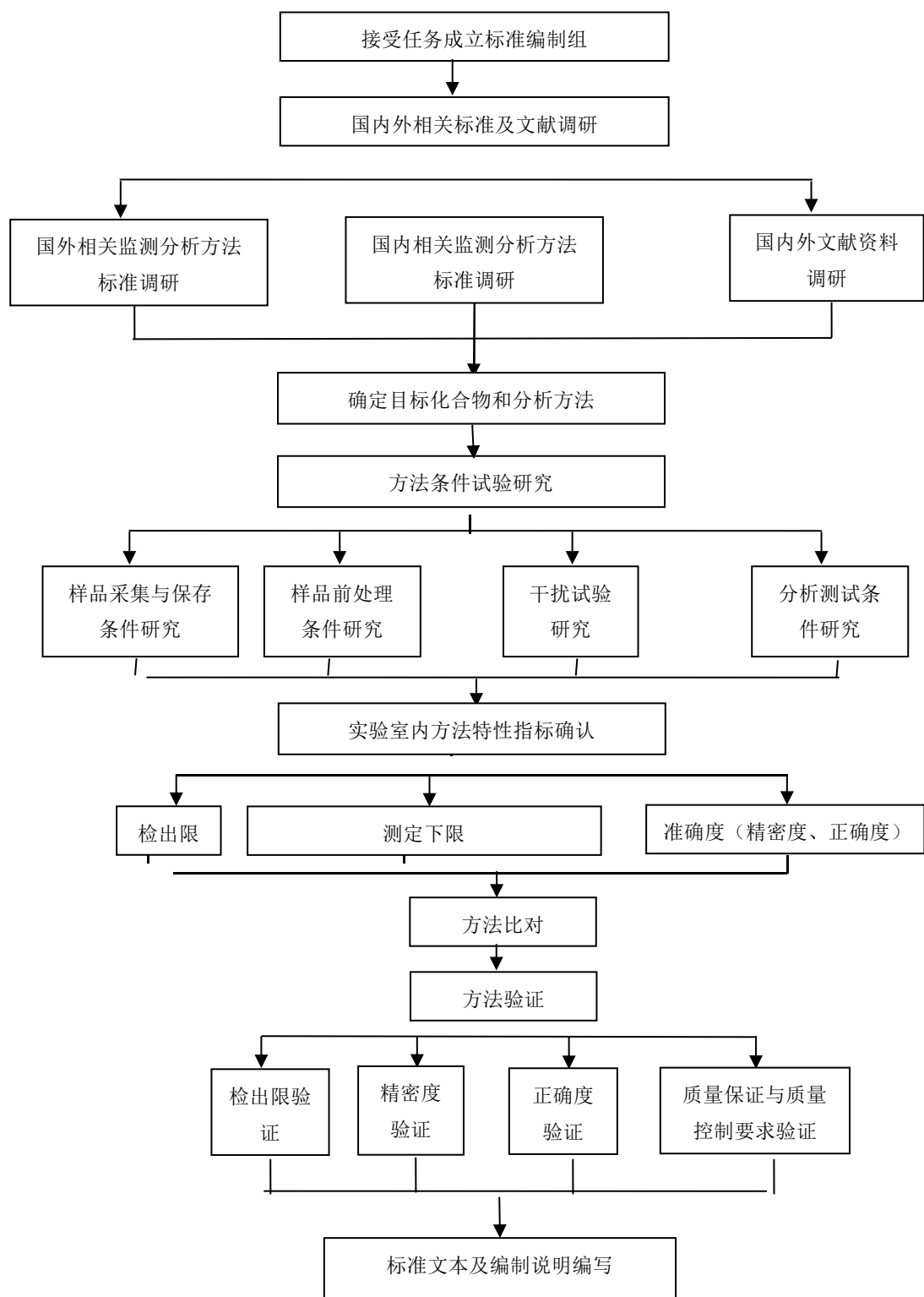


图 2 标准制订的技术路线图



## 5 方法研究报告

### 5.1 方法研究目标

(1) 通过对 ISO 22104:2021、ISO 20179:2005、EPA/600/R-17/34、EPA544、《生活饮用水标准检验方法 第 8 部分：有机物指标》(GB/T 5750.8-2023) 等国内外 MCs 标准方法的调查研究，建立一种适合用液相色谱-三重四极杆质谱仪测定地表水、地下水和海水中 9 种 MCs 的分析方法。

(2) 本方法研究包括目标化合物与内标的确定依据、样品采集与保存、样品的制备、前处理与仪器分析条件优化、数据处理和质量控制等内容。

(3) 根据实验室间方法验证数据，得到满足 HJ 168-2020 要求的方法检出限、测定下限、精密度和正确度等性能指标，检出限满足 GB 3838-2002 的标准限值要求，并具有前瞻性，为研究工作提供技术支撑。

(4) 根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2020) 要求编写标准文本和编制说明。

### 5.2 标准的适用范围

#### 5.2.1 标准的适用范围

编制组主要是从国内外的 MCs 性质及研究现状出发，考虑标准的适用范围。具体情况如下：

MCs 主要是由蓝藻产生，蓝藻等藻类在生活污水和工业废水中难以生存，且生活污水和工业废水中没有微囊藻毒素产生的途径和来源，生活污水和工业废水中 MCs 的研究未见报道。而蓝藻属于淡水藻，常存在河流、湖泊、饮用水等淡水中，这类水主要有地表水和地下水。调研了 ISO 22104:2021、ISO 20179:2005、EPA/600/R-17/34、EPA544、《生活饮用水标准检验方法 第 8 部分：有机物指标》(GB/T 5750.8-2023) 等国内外 MCs 测定的标准方法和相关文献，研究对象主要是地表水、饮用水和水源水中的 MCs。海洋作为大多数地表水的汇入地，近年来也被纳入生态环境监管职责。故编制组确定本标准的适用范围为地表水、地下水和海水中 MCs 的测定。

MCs 分为细胞外毒素和细胞内毒素，全量分析更能准确反映出水体中 MCs 的真实浓度水平。《地表水环境质量标准》(GB 3838-2002) 中推荐采用《生活饮用水标准检验方法 第 8 部分：有机物指标》(GB/T 5750.8-2023) 测定 MCs，该方法测定的是水中全量微囊藻毒素。编制组查阅了国外标准方法，发现 ISO 22104:2021、ISO 20179:2005、EPA/600/R-17/34、EPA544 这四个方法均测定的水中全量微囊藻毒素。综合上述情况，编制组选择测定水中的全量微囊藻毒素。

#### 5.2.2 目标化合物确定的依据和理由

编制组主要从污染物排放限值和环境质量标准限值要求、国内外标准方法和相关文献研究现状、目标化合物的性质和环境危害、标准物质是否易于购买等方面出发，确定本标准的目标化合物。具体情况如下：

1、相关污染物排放限值和环境质量标准限值要求。国内外污染物排放标准中均无 MCs

的排放限值要求；国内外环境质量标准仅有 MC-LR 的标准限值要求。

2、国内外标准方法和相关文献研究现状。表 3 是 MCs 测定的国外标准分析方法，其中 EPA/600/R-17/344 测定的目标化合物种类最多，共测定了 3-dm-MC-LR、3-dm-MC-RR、7-dm-MC-LR、MC-HilR、MC-RR、MC-YR、MC-HtyR、MC-LR、MC-WR、MC-LA、MC-LY、MC-LW、MC-LF 这 13 种 MCs 和节球藻毒素；表 4 是 MCs 测定国内标准方法，其中安徽省地标方法 DB 34/T 3300-2018 测定的目标化合物最多，共测定了 9 种 MCs（MC-RR、MC-YR、MC-HtyR、MC-LR、MC-WR、MC-LA、MC-LY、MC-LW、MC-LF）和 2 种藻毒素（NOD、CYN）共 11 种藻毒素；表 5 为水中 MCs 主要文献调研情况，其中目标物最多的是 MC-RR、MC-YR、MC-HtyR、MC-LR、MC-WR、MC-LA、MC-LY、MC-LW、MC-LF 这 9 种 MCs。

3、目标化合物性质、环境危害以及标准物质获取难易程度等情况。标准方法和文献调研结果显示，目前研究的 MCs 种类最多的有 13 种，编制组通过咨询多家化学试剂供应商，发现 3-dm-MC-LR、3-dm-MC-RR、7-dm-MC-LR、MC-HilR 这 4 种 MCs 需求量异常少，市面上很少有这 4 种 MCs 的标准物质，极难购得。编制组查阅了相关文献，未发现这 4 种 MCs 的相关性质及环境危害报道。

从标准方法的前瞻性出发，本方法最终确定目标化合物为：MC-RR、MC-YR、MC-HtyR、MC-LR、MC-WR、MC-LA、MC-LY、MC-LW 和 MC-LF，共 9 种。

### 5.2.3 内标的确定

目前水中 MCs 的测定基本上采用外标法定量，外标法无法消除实验间的偶然误差，且不同基质会对试验结果产生一定的误差，内标法可减少基质所带来的影响。通过查阅国内外标准方法和文献，发现测定 MCs 时选用的内标主要有 3 种：环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, d_4$ ，亮氨酸脑啡肽和节球藻毒素，具体情况为：

（1）性质与易获得情况。ISO 22104：2021 推荐内标为节球藻毒素，其结构（结构图见图3）与微囊藻毒素相似，国内可产，廉价易得，但在环境中有一定的存在可能性；亮氨酸脑啡肽（结构图见图4）结构与微囊藻毒素也相似，国内可产，廉价易得，在环境中也有一定的存在可能性；环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, d_4$  为 EPA 中所选用内标，其环状结构（图5为环孢菌素-A 的结构，环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, d_4$  与环孢菌素-A 结构相同）与微囊藻毒素结构相似，在自然中不存在，但国内不生产，易受市场影响，较难获得。

（2）响应情况。①直接进样法：节球藻毒素出峰稳定，实验用水中的响应略低于甲醇溶液，且在 9 种目标化合物中间出峰；亮氨酸脑啡肽用有机溶剂和实验用水配制时，响应相近，但用实验用水配制时较不稳定；环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, d_4$  在有机溶剂和实验用水中响应差别较大，实验用水配制时，其响应比用甲醇溶液配制时低很多，且实验用水配制时较不稳定。故直接进样法，选择节球藻毒素作为内标。②固相萃取法：三种化合物均用 30% 甲醇水配制，响应及出峰情况满足内标的要求，且在甲醇溶液中都稳定，故三种化合物均适用作内标。

由于编制组在考虑节球藻毒素作为内标时，已完成以亮氨酸脑啡肽与环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, d_4$  为内标的实验室内仪器参数与前处理条件优化等试验，故编制组仅在图27、图28中给出了节球藻毒素等内标与 MCs 的总离子色谱图和多离子反应监测质谱图，未再进行以节球藻毒素为内标的其他研究。

由于节球藻毒素在环境中可能存在，因此要先判断其含量是否会影响定量，编制组统计了6家实验室数据，发现样品中内标的定量离子峰面积变化在60%~140%，不影响目标化合物的定量。因此当样品中内标定量离子峰面积变化在50%~150%时，可忽略环境中节球藻毒素的含量，此时推荐优先选用节球藻毒素为内标；若仪器正常，而样品中内标定量离子峰面积 $\geq 150\%$ ，此时该样品中可能存在较大量的节球藻毒素而影响内标定量，则应考虑用环孢菌素-A、 $^{13}\text{C}_2, \text{d}_4$ 或亮氨酸脑啡肽或其他性质相近的化合物作内标。

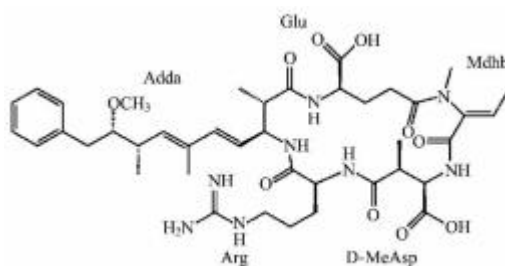


图3 节球藻毒素的结构示意图

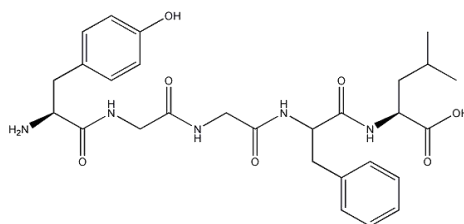


图4 亮氨酸脑啡肽的结构示意图

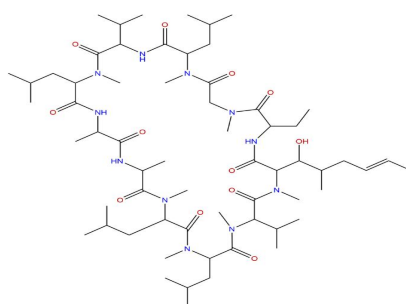


图5 环孢菌素-A 的结构示意图

### 5.3 术语和定义

#### 冻融 freeze thaw

将细胞在 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下冷冻后，再水浴升温至 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 融化，如此反复多次使细胞破碎。

主要依据全国科学技术名词审定委员会审定公布的《生物化学与分子生物学名词》（第二版）内容，结合本标准的实际情况修改了定义。具体修改情况如下：考虑到大部分冰箱为 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下，且编制组发现 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 对冻融试验没有影响，故将常在 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下

修改为-18 °C 以下；编制组进行了 3 种不同冻融方式的比较，最终选择融化温度为 50 °C，试验结果详见“5.8.1.1”中“(二)冻融方法的确定”。故将定义中的融化温度规定为 50 °C。

#### 5.4 方法原理

样品中 MCs 经冻融后，直接进样或经固相萃取法富集，用液相色谱-三重四极杆质谱仪分离检测，根据保留时间、特征离子丰度比定性，内标法定量。

#### 5.5 试剂和材料

##### 5.5.1 标准物质

(1) 9 种微囊藻毒素标准贮备液： $\rho=5.0\text{ mg/L}\sim 25.0\text{ mg/L}$ 。

市售有证标准溶液，溶剂为甲醇或乙腈，按照标准溶液证书要求保存，使用前应恢复至室温并摇匀。

(2) 9 种微囊藻毒素标准使用液： $\rho=1.0\text{ mg/L}$ 。

移取适量微囊藻毒素标准贮备液，用甲醇稀释成浓度为 1.0 mg/L 的混合标准溶液，在 -18 °C 以下避光保存，可保存 90 d。

(3) 内标贮备液： $\rho=100\text{ mg/L}\sim 500\text{ mg/L}$ 。

推荐选用节球藻毒素，当环境中存在时，也可选用亮氨酸脑啡肽或环孢菌素-A,<sup>13</sup>C<sub>2</sub>,d<sub>4</sub> 或其他性质相近的物质做内标。亮氨酸脑啡肽浓度为 100 mg/L、环孢菌素-A,<sup>13</sup>C<sub>2</sub>,d<sub>4</sub> 和节球藻毒素浓度均为 500 mg/L。市售有证标准溶液，溶剂为甲醇或乙腈，按照标准溶液证书要求保存，使用前应恢复至室温并摇匀。

(4) 内标使用液： $\rho=1\text{ mg/L}\sim 10\text{ mg/L}$ 。

移取适量内标贮备液，用甲醇配制成内标使用液，使节球藻毒素浓度为 5.0 mg/L，亮氨酸脑啡肽浓度为 1 mg/L，环孢菌素-A,<sup>13</sup>C<sub>2</sub>,d<sub>4</sub> 浓度为 10.0 mg/L，在 -18 °C 以下冷冻、避光保存，可保存 90 d。

##### 5.5.2 标准使用液稳定性研究

为考查标准使用液的稳定性，编制组移取适量微囊藻毒素标准贮备液，用甲醇稀释，得到浓度为 1.0 mg/L 的微囊藻毒素标准使用液，密封后置于 -18 °C 的冰箱中保存，分别于 0 d、7 d、15 d、30 d、60 d、90 d 时，用 30% 甲醇溶液稀释标准使用液进行跟踪测试，目标化合物浓度为 100 µg/L。结果如图 6 所示：在 0 d~90 d 时间范围内，9 种微囊藻毒素的平均浓度水平在 81.7%~114%，降解不明显，故标准使用液可在 -18 °C 冷藏条件下避光保存 90 d。

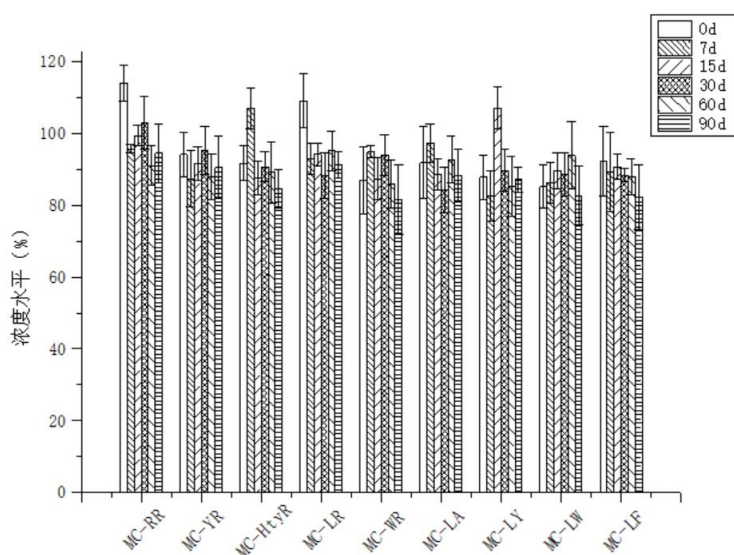


图 6 微囊藻毒素标准使用液稳定性研究

### 5.5.3 内标使用液稳定性研究

为考查内标使用液的稳定性，编制组分别移取适量节球藻毒素、亮氨酸脑啡肽和环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, d_4$  的贮备液，用甲醇稀释，得到内标使用液，密封后置于  $-18\text{ }^\circ\text{C}$  的冰箱中保存。分别于 0 d、7 d、15 d、30 d、60 d、90 d 时，用 30% 甲醇溶液稀释内标使用液后进行跟踪测试（稀释倍数为 100 倍）。结果如表 7 所示：0 d~90 d 内，节球藻毒素、亮氨酸脑啡肽及环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, d_4$  的平均浓度水平分别为 90.8%~103%、93.8%~102%，及 91.5%~104%，三者降解不明显。

表 7 内标使用液平均浓度水平的时间变化表

平均浓度水平 (%)	0 d	7 d	15 d	30 d	60 d	90 d
节球藻毒素	103	97.3	98.1	95.5	92.6	90.8
亮氨酸脑啡肽	99.6	102	98.7	97.4	93.8	94.2
环孢菌素-A, $^{13}\text{C}_2, d_4$	104	95.6	102	95.1	92.7	91.5

## 5.6 仪器与设备

### 5.6.1 一般设备与耗材

本试验所用仪器设备如下： $\text{C}_8$  色谱柱（ $2.1\text{ mm} \times 150\text{ mm}$ ， $3.5\text{ }\mu\text{m}$ ）和  $\text{C}_{18}$  色谱柱（ $2.1\text{ mm} \times 150\text{ mm}$ ， $3\text{ }\mu\text{m}$ ）；一次性针式过滤器（孔径： $0.22\text{ }\mu\text{m}$ ，材质：亲水性聚丙烯（GHP）、聚醚砜（PES））等；固相萃取柱（规格为  $500\text{ mg}/6\text{ ml}$  的二乙烯苯和  $N$ -乙基吡咯烷酮共聚物柱，HLB 柱）和（规格为  $500\text{ mg}/6\text{ ml}$  的十八烷基硅烷键合硅胶柱， $\text{C}_{18}$  柱）。

## 5.6.2 液质仪器的选择

近年来,随着液相色谱仪器的发展,高效液相色谱在液质联用仪中的应用逐步广泛。在分析小分子化合物的过程中,高效液相色谱在较低的流速下具有更高的柱效,与质谱部分具有更好的匹配性和兼容性,同时达到了更高的灵敏度、分离度及分析速度;三重四极杆串联质谱在小分子化合物的定量分析中发挥着举足轻重的作用,相对于单级质谱而言,三重四极杆串联质谱具备更好的抗干扰能力和更高的灵敏度,尤其是针对基体复杂多变的环境样品。液相色谱-离子阱质谱技术和液相色谱-飞行时间质谱技术在化合物定性(如分子量的测定及分子结构式的推导等)方面应用广泛,在定量准确性和线性范围等方面不及液相色谱-三重四极杆质谱技术,而且该仪器价格昂贵,不易推广使用,且全国环境监测行业市级及以上监测单位绝大多数单位均配备高效液相色谱-三重四极杆串联质谱。综上,本标准选用高效液相色谱-三重四极杆串联质谱仪。

## 5.7 样品

### 5.7.1 试验器皿

本试验过程中,非定量的玻璃器皿使用前均在 105 °C 的烘箱中烘烤 4 h;定量用的玻璃器皿清洗干净后,使用前均用甲醇冲洗 3 遍,晾干后再使用,以确保消除背景有机物的干扰。

### 5.7.2 样品的采集

按照 GB/T 14581、HJ 91.2、HJ 164、HJ 442.3、GB 17378.3 的相关规定进行样品的采集。

### 5.7.3 样品的保存

#### 5.7.3.1 采集样品的保存时间

为确定样品的保存时限,编制组采用未检出的地表水加标来模拟实际水样的保存试验:配制浓度为 0.50 μg/L 的地表水加标样品,密封后避光置于 4 °C 的冰箱中保存,分别于 0 d、1 d、3 d、5 d、7 d、10 d 时,样品经前处理后上机测定,以考察水样中 MCs 浓度随时间的变化情况。结果如图 7 所示:微囊藻毒素含量在 0 d~5 d 内未发生明显下降,平均回收率在 75%~112%;7 d 后,MC-LF 的平均回收率为 69.9%,其他目标化合物平均回收率均在 70%以上;10 d 后,MC-WR 和 MC-LF 的平均回收率均低于 70%,分别为 68.3%和 66.9%,其他目标化合物平均回收率均在 70%以上;考虑所有目标化合物的浓度变化,本标准确定水样采集后应在 5 d 内完成提取。

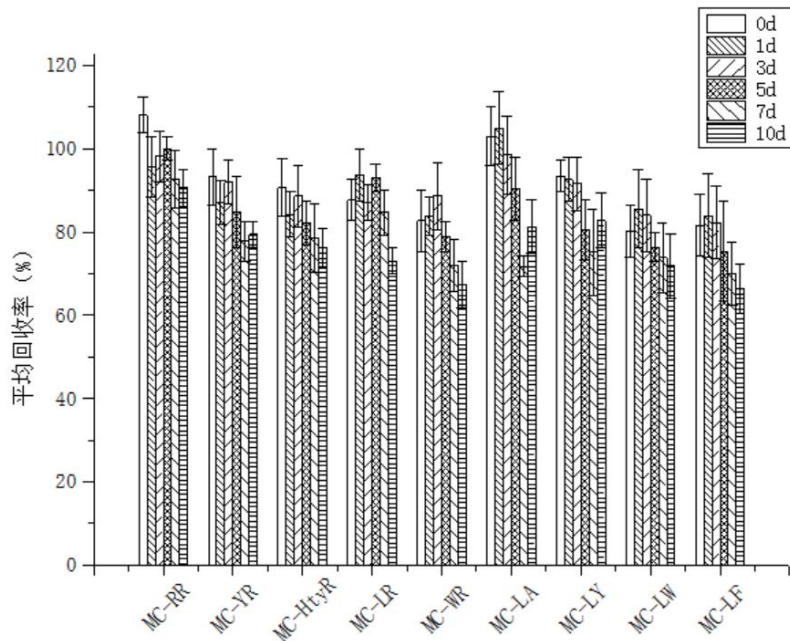


图 7 不同保存时间下水样中各目标化合物的平均回收率

### 5.7.3.2 萃取液的保存时间研究

为了确定固相萃取液的保存时限，编制组将样品固相萃取后，分别于 0 d、3 d、7 d、14 d、28 d、40 d 时，对固相萃取液进行跟踪测试，以考察固相萃取液中目标化合物的浓度随时间的变化情况。结果如图 8 所示：9 种目标化合物的浓度在 0 d~28 d 内未发生明显下降，28 d 时，所有目标化合物平均回收率均在 70% 以上，40 d 时有一半的目标化合物的平均回收率低于 70%，其中最低平均回收率为 63.7%。考虑所有目标化合物的响应大小，固相萃取液应在 28 d 内完成分析。

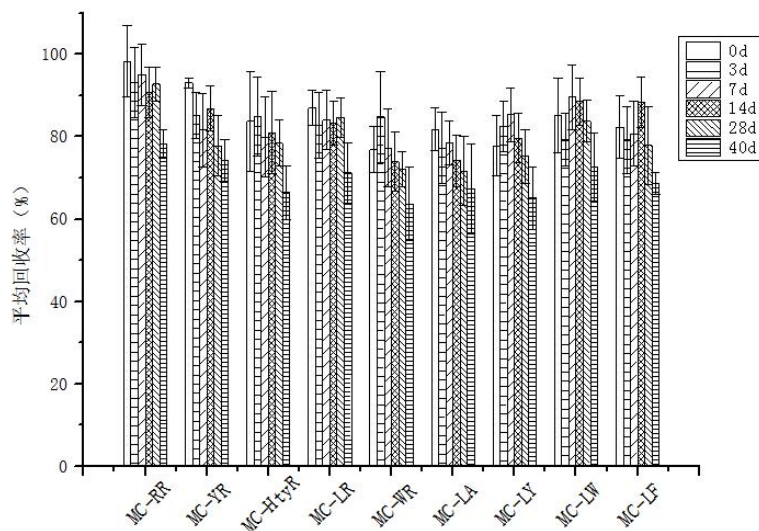


图 8 不同保存时间下萃取液中各目标化合物的平均回收率

综合上述样品及固相萃取液保存试验结果，编制组最终确定按照如下方式保存样品及萃取液：4 °C 冷藏、避光运输及保存，5 d 内完成萃取，若萃取液不能及时分析，可在 4 °C

条件以下避光保存 28 d。

#### 5.7.4 样品的制备

##### 5.7.4.1 直接进样法

直接进样法具有操作方便、耗时少和溶剂消耗小的优点，在液相色谱-质谱法中应用广泛。编制组在设计技术路线时，结合微囊藻毒素的特性，对直接进样法进行了如下分析：

(1) 全量与溶解态的确定。常规的直接进样法是将水样过滤后上机，测定的是溶解态的目标化合物，而 MCs 分为胞内毒素和胞外毒素，测定全量才能真实反映水中 MCs 的浓度水平。故本方法直接进样法也应进行全量分析，故需先将样品冻融，提取细胞内 MCs 后，再测定水中全量 MCs。

(2) 实验步骤。编制组参照 ISO 22104: 2021 进行直接进样法的水样处理，具体方法为：取 5 ml 水样进行冻融，即在 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下冷冻 50 min，置于 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下水浴解冻 15 min。反复冻融 3 次后，取 1 ml 冻融后的水样，加入 10.0  $\mu\text{l}$  内标使用液，混匀，通过 0.22  $\mu\text{m}$  聚丙烯或聚醚砜针式过滤器过滤，取滤液上机测试。

##### 5.7.4.2 样品富集法

常见的样品富集、净化方法有液液萃取法和固相萃取法。本方法选择固相萃取法进行样品前处理，原因如下：

(1) 国内外标准方法的方法选择情况。国内外标准方法和文献均只采用固相萃取法进行样品的富集与净化，未发现有采用液液萃取法的情况。

(2) MCs 的特点。MCs 溶于水、甲醇和丙酮，不溶于或微溶于常见的液液萃取有机溶剂，而甲醇和丙酮与水互溶，不能作为液液萃取有机溶剂。由于较难选择合适的有机溶剂进行萃取，故编制组未选择液液萃取法进行样品处理。

(3) 固相萃取法的优点。固相萃取法采用选择性吸附、选择性洗脱的方式对样品进行富集、分离、净化，可同时完成样品富集与净化，提高检测灵敏度。较常用的方法是使液体样品溶液通过吸附剂，保留其中被测物质，再选用适当强度溶剂除去杂质，然后用少量溶剂洗脱被测物质，从而达到快速分离净化与浓缩目的。与液液萃取法相比，固相萃取法更节省溶剂，且可自动化批量处理，节省人工。

综上，本方法选择固相萃取法进行样品富集。

##### 5.7.4.3 固相萃取法取样量的确定

取样量的大小影响样品的代表性、前处理时间的长短、方法检出限的高低，合理的取样量应既能满足样品的代表性、质量标准对检出限的要求，又能降低前处理工作量。编制组调研了国内外标准方法和文献，取样体积和样品定容体积的情况如下：GB/T 5750.8-2023 取样量为 5 L，定容体积为 1 ml 时，最低检测质量浓度为 0.06  $\mu\text{g/L}$ ；ISO 20179:2005 取样量为 100 ml，定容体积为 0.5 ml 时，检出限为 0.2  $\mu\text{g/ml}$ ；ISO 22104:2021 取样量为 500 ml，定容体积为 0.4 ml；EPA/600/R-17/344 取样量为 100 ml，定容体积为 1 ml 时，检出限为 2.1  $\text{ng/L}$ ~33  $\text{ng/L}$ 。其他地标取样量大多为 1 L，定容体积为 1 ml。

编制组根据上述调研情况，初始选择取样体积 200 ml，定容体积为 20.0 ml，通过 6 家



实验室间方法验证, 所得方法检出限范围为 0.13  $\mu\text{g/L}$ ~0.26  $\mu\text{g/L}$ 。2020 年 8 月组织的研讨会上, 专家提出方法检出限大于标准限值的 1/4, 建议将定容体积改为 1 ml。结合本实验室和液质常规品牌仪器的灵敏度, 编制组重新设计了试验方案, 最终保持取样体积不变, 将样品定容体积改为 1.0 ml, 再次进行 6 家实验室间方法验证, 所得方法检出限为 0.01  $\mu\text{g/L}$ ~0.02  $\mu\text{g/L}$ , 检出限满足排放标准限值的要求。故编制组最终确定取样量为 200 ml, 定容体积为 1 ml。

## 5.8 分析步骤

### 5.8.1 前处理条件的确定

#### 5.8.1.1 细胞内微囊藻毒素的提取

微囊藻毒素分为细胞外毒素和细胞内毒素, 细胞内微囊藻毒素是细胞破裂后才大量释放到水体中, 采用合适的方法提取胞内微囊藻毒素十分必要。目前细胞内微囊藻毒素的提取方法主要有 3 种: ①振荡; ②冻融; ③超声, 其中冻融是使用较广泛的胞内微囊藻毒素提取方法, 本标准也选择冻融的方法进行提取。

##### (一) 藻种的选择

由于较难采集到有微囊藻毒素检出的水样, 故选择可能产生微囊藻毒素的铜绿微囊藻、鱼腥藻、念珠藻、颤藻等藻种进行冻融试验。实验结果发现鱼腥藻藻种中只检出了 MC-RR, 念珠藻只检出了 MC-LR, 颤藻中未检出 MCs, 而铜绿微囊藻藻种中检出的 MCs 种类较多, 且不同地方分离的铜绿微囊藻藻种检出的 MCs 种类不同, 其中巢湖、滇池 2 处分离的铜绿微囊藻藻种检出的 MCs 种类较多, 具体结果见表 8, 故选择这 2 种藻种进行后续的冻融条件优化试验。

表 8 不同藻种中 MCs 的检测情况

藻种 目标 化合物	铜绿微囊藻 (巢湖)	铜绿微囊藻 (滇池)	铜绿微囊藻 (太湖)	铜绿微囊藻 (东湖)	鱼腥藻 (武昌某水稻田)	念珠藻 (湖南沅江)	颤藻 (太湖)
MC-RR	检出	检出	/	/	检出	/	/
MC-YR	检出	检出	/	/	/	/	/
MC-HtyR	/	/	/	/	/	/	/
MC-LR	检出	检出	检出	/	/	检出	
MC-WR	检出	/	/	/	/	/	/
MC-LA	检出	/	/	/	/	/	/
MC-LY	/	检出	/	/	/	/	/
MC-LW	/	检出	/	/	/	/	/
MC-LF	/	检出	/	/	/	/	/

##### (二) 冻融方法的确定

编制组考查了国内外标准方法的冻融条件, 结合试验的可操作性, 对藻种进行了如下

处理：取 10 ml 混匀后的藻种（藻种密度为： $10^6$  个/L~ $10^8$  个/L）用水稀释至 100 ml，分别按照以下 3 种方法进行冻融提取，每种方法均做 3 份，以得到藻种溶液中目标化合物的浓度水平，具体方法如下：

方法一（参照 EPA/600/R-17/344）：取 10 ml 混匀后的藻种稀释溶液过滤，收集滤液 I，将滤膜放置于 10 ml 80% 甲醇溶液中（EPA 方法建议该溶液体积为 2 ml，但 2 ml 不能完全浸没滤膜，故编制组增加体积至 10 ml）， $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$  条件下放置 2 h 后取出，恢复至室温，以 4000 r/min 离心 10 min，取出上清液。

方法二（参照 GB/T 5750.8-2006）：取 10 ml 混匀后的藻种稀释溶液过滤，收集滤液，滤膜在  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ / $37\text{ }^{\circ}\text{C}$  条件下反复冻融 3 次，每次 0.5 h，再加入 100 ml 5% 乙酸溶液，以 4000 r/min 离心 10 min 后，取出上清液，重复 3 次，合并上清液。

方法三（参照 ISO 22104<sup>[65]</sup>）：取 10 ml 混匀后的藻种稀释溶液过滤，收集滤液 I，滤膜在  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$  下冷冻 50 min，在  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  水浴下解冻 15 min，按照以上步骤再重复操作 3 次。加入 4 ml 75% 甲醇，超声 10 min，摇匀后过滤，收集滤液 II，重复 2 次，合并滤液。

将方法一和方法三得到的上清液或滤液与滤液合并后用水稀释至 200 ml，方法二得到的上清液与滤液合并后，再采用固相萃取法进行萃取，得到 3 种方法中各目标化合物的浓度水平，结果如图 9、图 10 所示：3 个方法中，参照 ISO 22104 的方法三提取效率最高，故编制组选择方法三进行冻融提取。

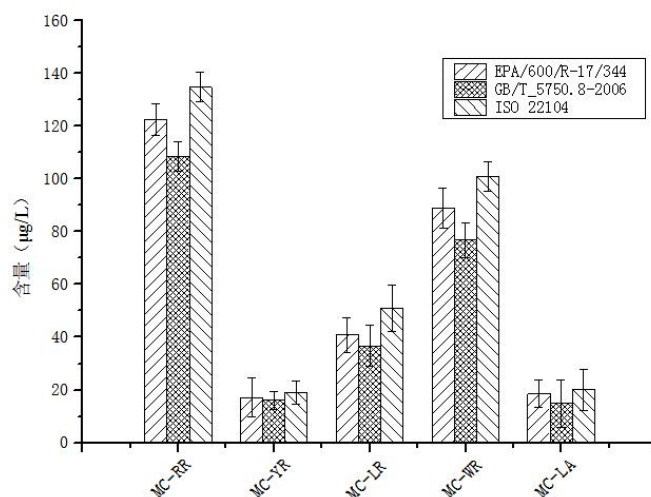


图 9 不同冻融条件对铜绿微囊藻（巢湖）细胞内 MCs 的提取效率

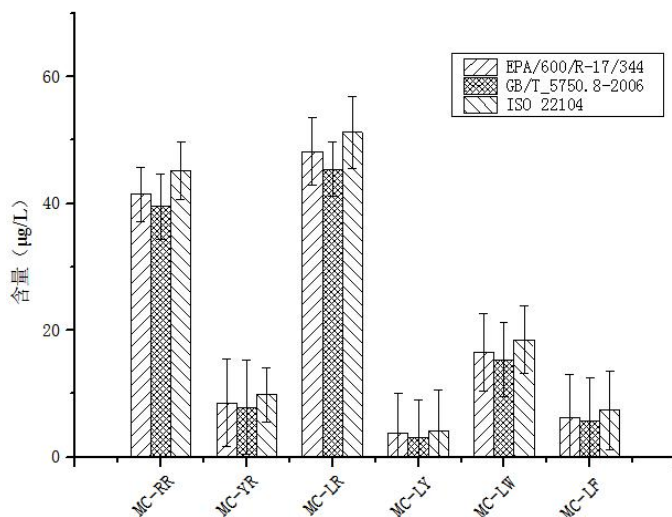


图 10 不同冻融条件对铜绿微囊藻（滇池）细胞内 MCs 的提取效率

### 5.8.1.2 一次性针式过滤器的确定

由于液相色谱柱填料孔径较小，容易被样品中的颗粒物堵塞，因此浓缩定容后的样品需要过滤后方可进行仪器分析。MCs 分子中的氨基及羧基使其具有一定极性，可通过分子作用力与一次性针式过滤器中的填料结合，从而吸附在其表面，降低回收率。不同材料的一次性针式过滤器，对 MCs 的吸附能力不同。编制组选择了孔径均为 0.22 µm，材质分别为聚醚砜（PES）、亲水性聚丙烯（GHP）和尼龙 66 的 3 种一次性针式过滤器，对 0.50 µg/L 的空白加标样品进行分析，9 种微囊藻毒素的平均回收率如图 11 所示：一次性针式过滤器的材质为尼龙 66 时，各目标化合物的平均回收率较差，在 9.3%~48.5%之间；材质为聚醚砜（PES）时，各目标化合物的平均回收率均在 81.8%~110%之间；材质为 GHP 时，各目标化合物的平均回收率在 83.6%~105%之间。一次性针式过滤器材质为 GHP 和 PES 时，均能满足检测的要求，故这两种材质一次性针式过滤器均可用于过滤浓缩定容后的样品。

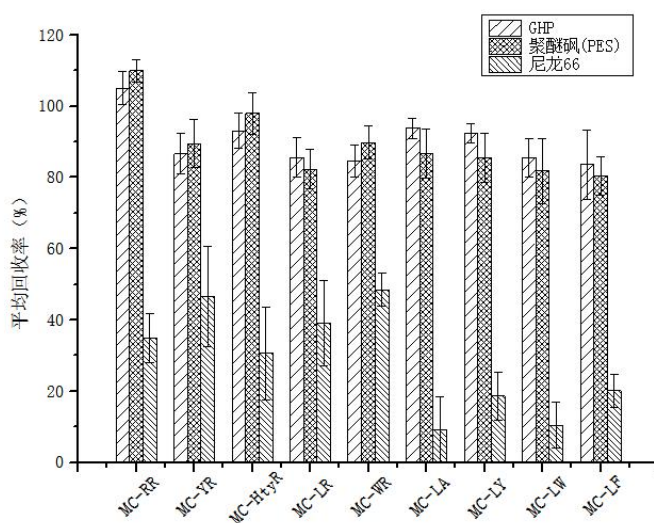


图 11 不同材质一次性针式过滤器过滤的比较

### 5.8.1.3 固相萃取柱的确定

根据文献调研，C<sub>18</sub>柱适合于非极性到中等极性的化合物，主要用于反相萃取，其萃取原理为疏水效应；HLB柱的填料为亲水亲酯型聚合物，适合同时保留亲水性及亲酯性物质。为考察不同类型固相萃取柱的萃取效率，编制组通过分析浓度为0.50 μg/L的空白加标样品中各目标化合物的响应，对比不同固相萃取柱对各目标化合物回收率的影响。各目标化合物的平均回收率如图12所示：HLB柱对9种目标化合物的平均回收率在80.2%~106%之间，普遍优于C<sub>18</sub>柱。故本标准选用HLB柱进行样品富集。

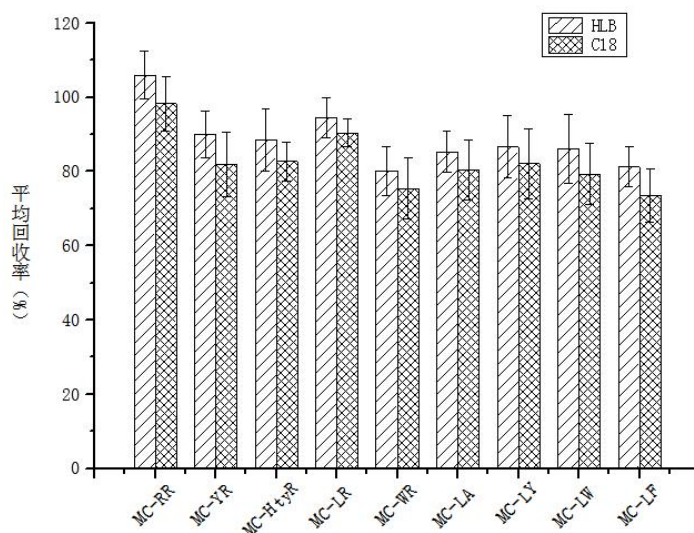


图 12 不同固相萃取柱的比较

### 5.8.1.4 上样速率的确定

上样速度是固相萃取条件优化的一个重要参数。一般来说，上样速度慢时，回收率较高，但样品预处理时间会延长；而上样速度过快，固相萃取柱对目标化合物的吸附不够充分，容易造成回收率偏低。为筛选出合适的前处理条件，编制组比较了以5 ml/min、10 ml/min和15 ml/min三个不同上样速率对目标化合物回收率的影响。结果如图13所示：当上样速率为5 ml/min和10 ml/min时，9种目标化合物的平均回收率变化不大，平均回收率在74.5%~106%之间；当上样速率为15 ml/min时，MC-WR、MC-LW和MC-LF的平均回收率均低于70%，分别为65.9%、69.1%、62.4%。结果表明上样速率过快可能导致目标化合物富集效果不佳，从而影响回收率，故本标准最终推荐流速为5 ml/min~10 ml/min。

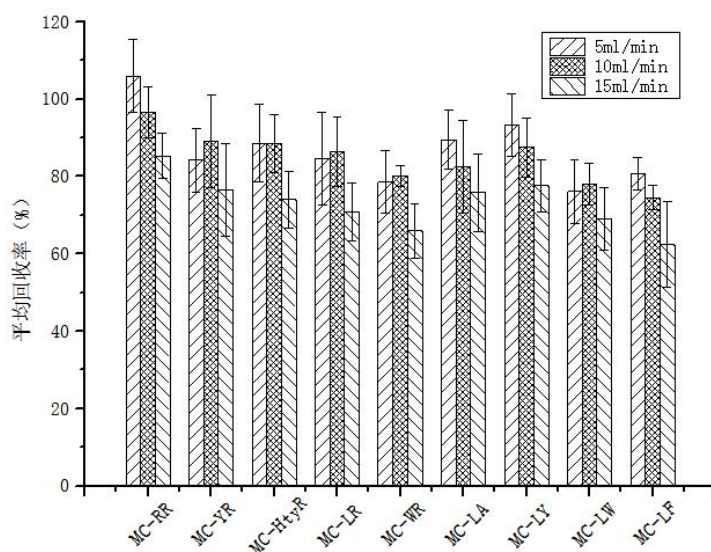


图 13 不同上样速率的比较

#### 5.8.1.5 固相萃取柱柱容量的确定

固相萃取柱的柱容量影响其吸附目标化合物的能力。为考察不同柱容量的固相萃取柱对目标化合物的吸附能力，将两根已活化好的固相萃取柱串联起来，串联在上方的萃取柱为柱 1，串联在下方的萃取柱为柱 2，测定柱 1 和柱 2 中目标化合物的浓度，以考查柱 1 是否发生穿透。

具体做法为：编制组以 2 种柱容量的 HLB 柱进行了空白加标样品的测试，柱容量分别为：150 mg/6 ml 和 500 mg/6 ml，加标浓度分别为标准曲线中间浓度点（1.0 μg/L）和最高点（2.0 μg/L）。将 2 种浓度的空白加标样品以 5 ml/min 的速率通过 2 根串联好的 HLB 柱后，取下柱 1 和柱 2，分别进行淋洗和洗脱，测定洗脱液中各目标化合物的浓度。

结果表明：柱容量为 150 mg/6 ml，加标浓度为 1.0 μg/L 时，柱 2 中无目标化合物检出；加标浓度为 2.0 μg/L 时，柱 2 有部分目标化合物检出；柱容量为 500 mg/6 ml 时，2 种加标浓度下，柱 2 中均无目标化合物检出，结果详见表 9。这说明柱容量为 150 mg/6 ml 时，柱 1 不能完全吸附浓度为 2.0 μg/L 的水样，发生了穿透。考虑尽量增大固相萃取柱对目标化合物的吸附能力，编制组推荐选用柱容量为 500 mg/6 ml 的 HLB 柱进行样品的富集。

表 9 不同浓度下固相萃取柱穿透结果表

目标化合物 平均回收率 (%)	加标浓度 1.0 μg/L				加标浓度 2.0 μg/L			
	150 mg/6 ml		500 mg/6 ml		150 mg/6 ml		500 mg/6 ml	
	柱 1	柱 2	柱 1	柱 2	柱 1	柱 2	柱 1	柱 2
MC-RR	95.4	0.0	109.5	0.0	87.0	6.5	101.8	0
MC-YR	82.2	0.0	89.1	0.0	73.4	5.7	81.3	0
MC-HtyR	94.6	0.0	86.0	0.0	90.9	0.0	89.6	0
MC-LR	85.6	0.0	83.7	0.0	77.1	0.0	93.5	0

目标化合物 平均回收率 (%)	加标浓度 1.0 $\mu\text{g/L}$				加标浓度 2.0 $\mu\text{g/L}$			
	150 mg/6 ml		500 mg/6 ml		150 mg/6 ml		500 mg/6 ml	
	柱 1	柱 2	柱 1	柱 2	柱 1	柱 2	柱 1	柱 2
MC-WR	76.7	0.0	89.1	0.0	72.3	0.0	80.1	0
MC-LA	75.1	0.0	83.4	0.0	68.0	2.8	81.8	0
MC-LY	72.8	0.0	75.0	0.0	76.7	0.0	75.8	0
MC-LW	81.7	0.0	71.3	0.0	75.8	0.0	84.0	0
MC-LF	71.4	0.0	75.1	0.0	73.3	0.0	70.7	0

### 5.8.1.6 淋洗液的优化

#### (1) 淋洗液种类的确定

淋洗液的作用是去除杂质，理想的淋洗液既能去除杂质，又不洗脱目标化合物。参照文献调研<sup>[50-51]</sup>结果，编制组选用实验用水、10%甲醇溶液和20%甲醇溶液进行淋洗，以浓度为0.50  $\mu\text{g/L}$ 的空白加标样品进行条件试验，根据回收率的高低确定最佳的淋洗液种类。结果如图14所示：淋洗液为20%甲醇溶液时，MC-LY和MC-LW的平均回收率低于70%，分别为65.3%和68.1%；淋洗液为10%甲醇溶液和水时，所有目标化合物的平均回收率均在70%以上，且相差不大。与水相比，10%甲醇溶液更易去除杂质，故编制组采用10%的甲醇溶液进行淋洗。

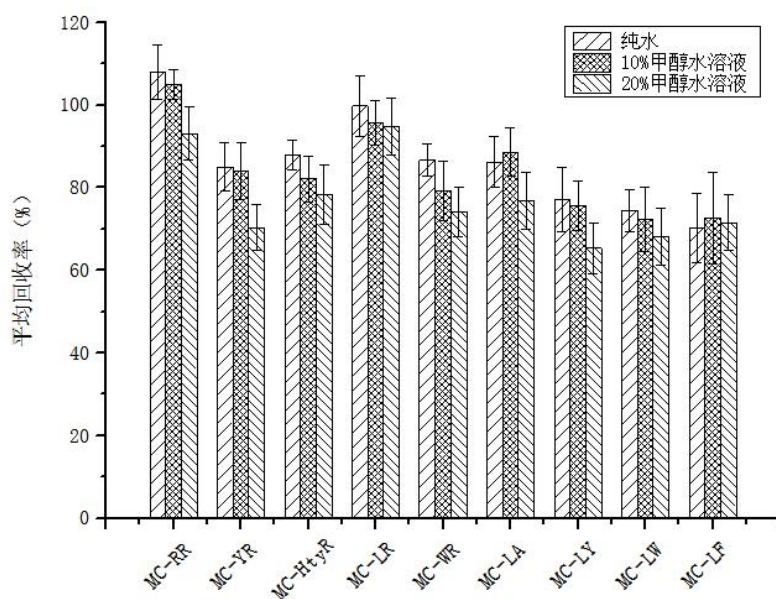


图 14 不同淋洗液比较

#### (2) 淋洗液体积的确定

为考查不同淋洗液体积对目标化合物的淋洗效果，编制组分别用5 ml、8 ml和10 ml的洗脱液对0.50  $\mu\text{g/L}$ 的空白加标样品进行淋洗，以得到最佳的淋洗液体积。结果如图15所示：当淋洗液体积为5 ml时，目标化合物平均回收率最高，故本标准最终选择淋洗液体积为5 ml。

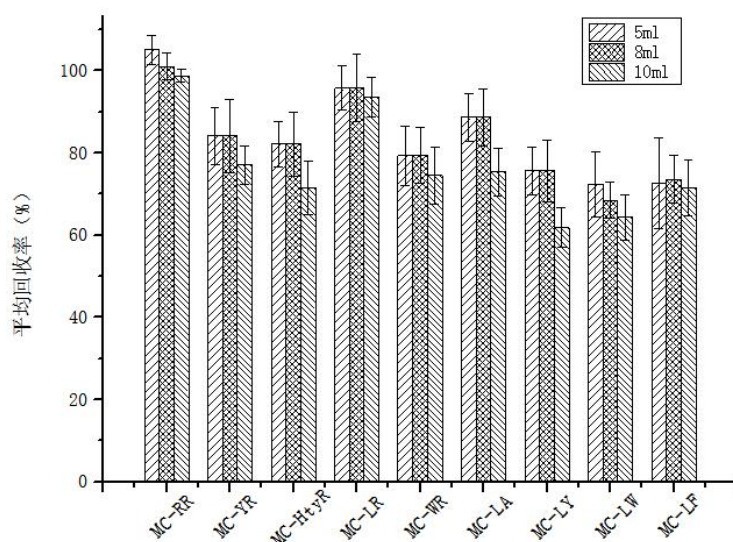


图 15 不同淋洗液体积的比较

### (3) 淋洗速率的确定

为考察不同淋洗速率对目标化合物淋洗效果的影响，编制组分别用 1 ml/min、3 ml/min 和 5 ml/min 的速率对 0.50 μg/L 的空白加标样品进行淋洗，以得到最佳的淋洗速率。结果如图 16 所示：当淋洗速率为 1 ml/min~5 ml/min，目标化合物的平均回收率较好，均在 70% 以上，故本标准最终确定洗脱液速率为 1 ml/min~5 ml/min。

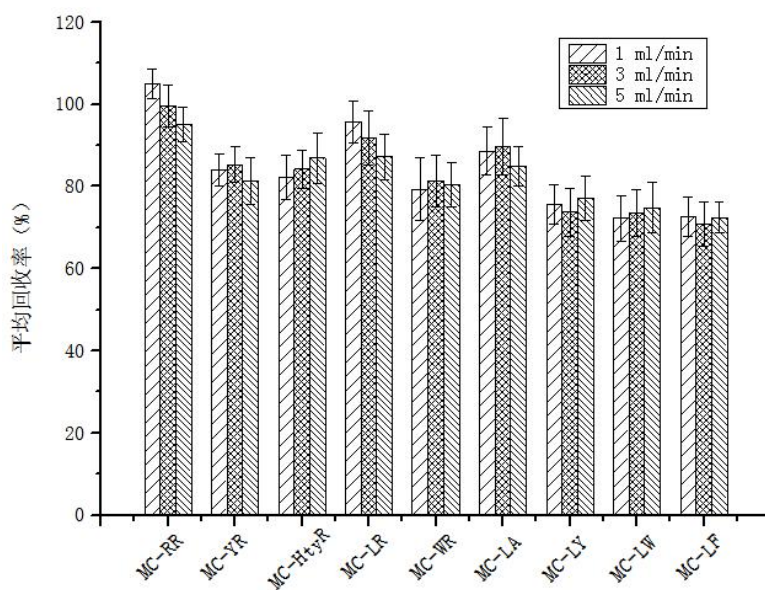


图 16 不同淋洗速率的比较

## 5.8.1.7 洗脱液的优化

### (1) 洗脱液种类的确定

洗脱液的作用是为了尽可能将目标化合物从固相萃取柱中洗脱下来。根据文献调研<sup>[45-46]</sup>结果，编制组选用纯甲醇、0.1%甲酸甲醇溶液进行洗脱，以浓度为 0.50 μg/L 的空白

加标样品进行条件试验，以得到最佳的洗脱液种类。结果如图 17 所示：洗脱液为 0.1%甲酸甲醇溶液时，回收率较好。原因可能为：与甲醇相比，0.1%甲酸甲醇溶液偏酸性，酸性环境促进了微囊藻毒素多肽质子化，同时甲酸减少了微囊藻毒素与硅胶表面硅醇基之间的相互作用，使其更容易被洗脱下来。

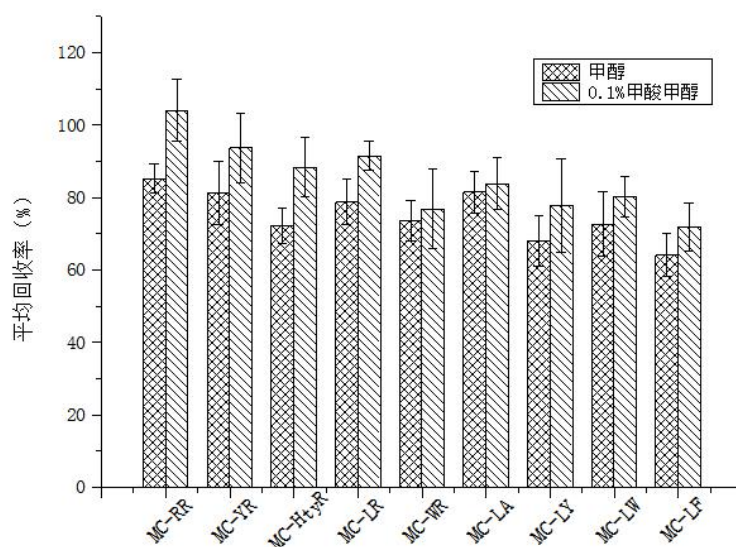


图 17 不同洗脱液比较

## (2) 洗脱液体积的确定

为考查不同洗脱液体积对目标化合物的洗脱效果，编制组分别用 5 ml、8 ml 和 10 ml 的洗脱液对 0.50  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行洗脱，以得到最佳的洗脱液体积，结果如图 18 所示：当洗脱液体积为 5 ml 时，MC-WR、MC-LW、MC-LF 的平均回收率低于 60%，分别为：55.1%、57.3%、54.8%，其他目标化合物的平均回收率均在 60% 以上；当洗脱液体积为 8 ml，大部分目标化合物已经被洗脱，且目标化合物的平均回收率较好，均在 70% 以上；当洗脱液体积为 10 ml 时，平均回收率没有明显提高，为了确保所有目标化合物都被洗脱，本标准最终确定洗脱液体积为 10 ml。



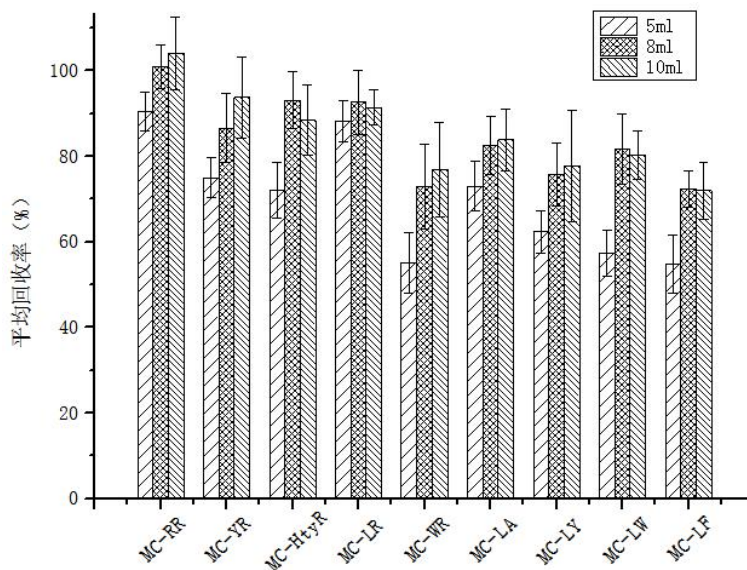


图 18 不同洗脱体积的比较

### (3) 洗脱速率的确定

为了考查不同洗脱速率对目标化合物的洗脱效果，编制组在确定了洗脱液及洗脱液体积后，分别用 1 ml/min、3 ml/min 和 5 ml/min 的速率对 0.50  $\mu\text{g/L}$  的空白加标样品进行洗脱，以得到最佳的洗脱液速率。结果如图 19 所示：当洗脱速率为 5 ml/min 时，MC-LY、MC-LW 和 MC-LF 的平均回收率低于 70%，其他目标化合物的平均回收率均在 70% 以上；当洗脱速率为 1ml/min 和 3 ml/min，目标化合物的平均回收率较好，均在 70% 以上；为了确保所有目标化合物都有较好的回收率，本标准最终确定洗脱速率为 1 ml/min~3 ml/min。

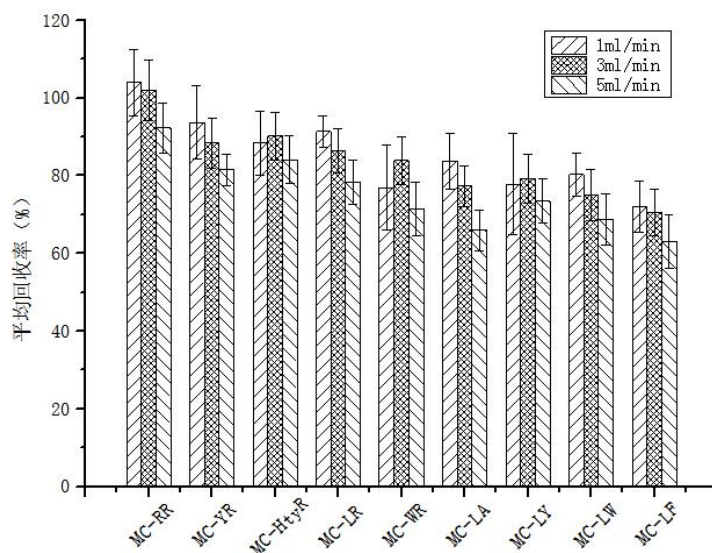


图 19 不同洗脱速率的比较

### 5.8.1.8 前处理条件综述

### （一）直接进样法

参照 ISO 22104-2021 进行直接进样法的样品处理，具体步骤为：取 5 ml 水样，装入冷冻管，置于冰箱中， $-18\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  冷冻 50 min，取出冷冻管放入水浴锅中， $50\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  水浴解冻 15 min，按照以上步骤再重复操作 3 次。取 1 ml 冻融后混匀的水样，加入 10.0  $\mu\text{l}$  内标使用液，混匀后用针式过滤器过滤，置于样品瓶中，待测。

### （二）固相萃取法

将样品适当超声混匀后，取水样 200 ml，用 0.45  $\mu\text{m}$  玻璃纤维滤膜过滤，收集滤液 I。滤膜在  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  下冷冻 50 min 后，再在  $50\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  下水浴解冻 15 min，按照以上步骤再重复操作 3 次。加入 4 ml 75% 甲醇，超声 10 min，摇匀后过滤，收集滤液 II，重复 2 次，合并滤液 I 和滤液 II。依次用 10.0 ml 甲醇、10.0 ml 水活化固相萃取柱，保持柱头浸润。将合并后的滤液以 5 ml/min~10 ml/min 的流速通过固相萃取柱。用 5.0 ml 10% 甲醇溶液以 1 ml/min~5 ml/min 速率淋洗小柱，弃去淋洗液。再真空抽吸或氮吹小柱，直至小柱干燥。用 10.0 ml 的 0.1% 甲酸-甲醇混合溶液以 1 ml/min~3 ml/min 速率洗脱，收集洗脱液。洗脱液在  $40\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  下经浓缩装置浓缩至近干。用 30% 甲醇溶液定容至 1.0 ml，加入 20.0  $\mu\text{l}$  内标使用液，混匀后用 0.22  $\mu\text{m}$  一次性针式过滤器过滤，置于棕色进样瓶中，待测。

注：水华样品一般采用直接进样法分析，也可采用固相萃取法。当采用固相萃取法时，可能需要使用多张滤膜过滤。可将滤膜剪碎后放入冷冻管中反复冻融，添加适量甲醇溶液 I，使滤膜完全浸润在甲醇溶液 I 中（甲醇含量应小于合并液总体积的 10%，否则可能影响后面的固相萃取效率），超声提取后合并提取液与滤液，待用。

#### 5.8.1.9 不同水质中前处理方法适用性的研究

不同类别的水质，其基质可能不同，采用同一种方法进行前处理时，结果可能存在差异。为考查前处理方法是否适用于不同水质，编制组选择在未检出的地表水、地下水和海水中加入等量的铜绿微囊藻藻种（巢湖），按照上述步骤进行前处理，得到不同水质中微囊藻毒素的浓度水平。结果如图 20 所示：这 3 种水质中各目标化合物浓度水平的相对标准偏差 < 10%，测定结果相近，故地表水、地下水和海水中的基质对测定无明显影响，前处理方法适用于地表水、地下水和海水。

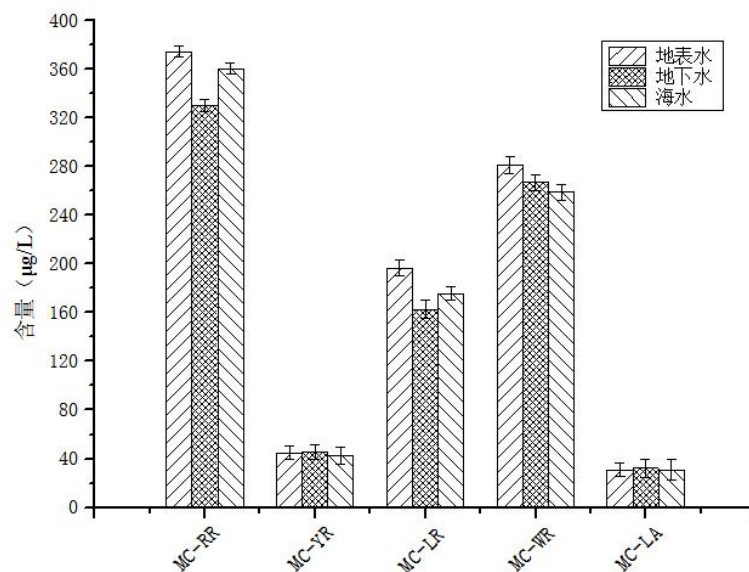


图 20 不同水质中微囊藻毒素浓度水平的比较

## 5.8.2 液相色谱条件的优化

### 5.8.2.1 色谱柱的确定

色谱柱影响目标化合物的分离与响应，国内外标准方法大多采用 C<sub>8</sub> 和 C<sub>18</sub> 色谱进行试验，文献中采用的色谱柱各不相同。编制组比较了 C<sub>8</sub> (2.1 mm×150 mm, 3.5 µm) 和 C<sub>18</sub> (2.1 mm×150 mm, 3 µm) 色谱柱，结果如图 21 所示：C<sub>8</sub> 柱各目标化合物分离度低于 C<sub>18</sub> 柱，峰型差，且内标响应特别低；C<sub>18</sub> 柱各化合物分离度优于 C<sub>8</sub> 柱，峰型好，且内标响应高，故编制组选择 C<sub>18</sub> 色谱柱进行后续试验。各实验室可根据仪器不同使用其他等效色谱柱或根据实际工作需要和仪器配置确定柱长，柱内径和柱粒径。

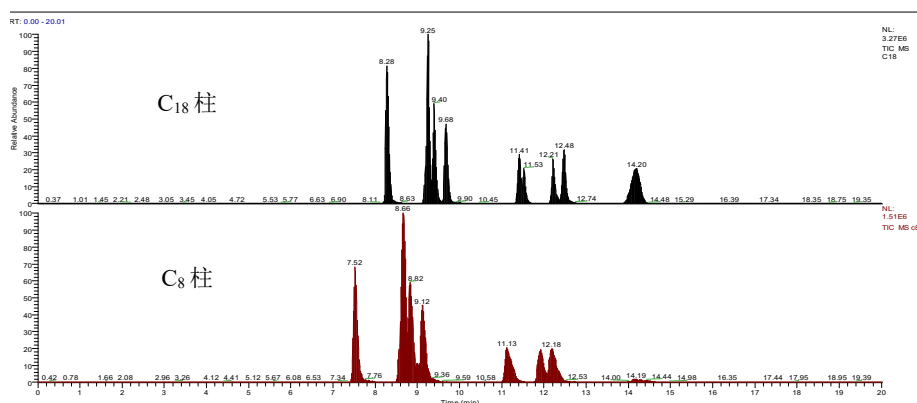


图 21 不同色谱柱下各目标化合物色谱分离效果图

### 5.8.2.2 流动相组分的确定

在色谱柱确定以后，为了更好地分离目标化合物并获得满意的峰型，编制组对流动相

组分进行了优化。为了保证化合物更好的质子化，初定水相为 0.1%甲酸水溶液，对比了有机相分别为甲醇和乙腈时，各目标化合物的出峰情况。结果如图 22 所示：甲醇为有机相时，MC-LR 与 MC-WR、MC-YR 与 MC-HtyR、MC-LA 与 MC-LY 这 3 组物质均不能分开；而乙腈为有机相时，除了 MC-YR 与 MC-HtyR 部分分开，其他目标化合物均能分开，故编制组选择乙腈为有机相。在初步确定有机相为乙腈后，编制组对比了水相分别为水和 0.1%甲酸水溶液时，各目标化合物的出峰情况。结果如图 22 所示：水为水相时，MC-LA、MC-LY、MC-LW、MC-LF 很难质子化，均不出峰，而水中加入 0.1%甲酸后，目标化合物能够更好的质子化，各目标化合物分离更好。故编制组最终选择 0.1%甲酸水溶液作为水相（A 相），乙腈为有机相（B 相）。

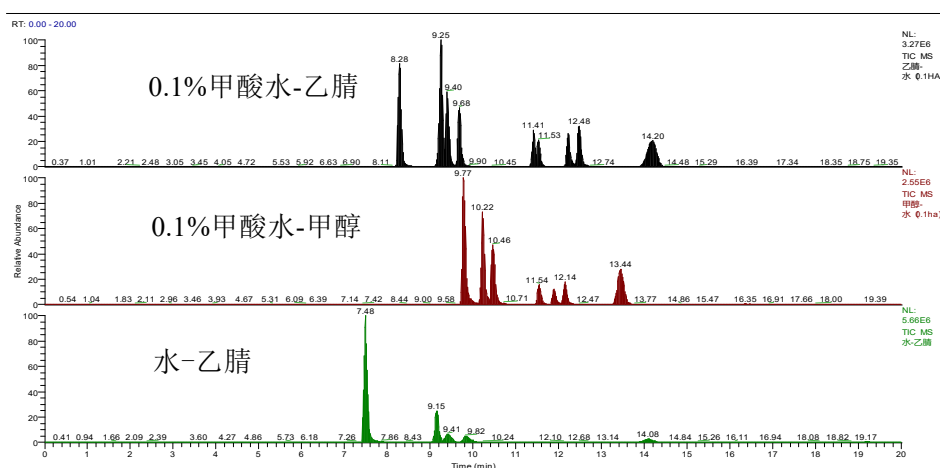


图 22 不同流动相下各目标化合物色谱分离效果图

### 5.8.2.3 洗脱梯度优化

在色谱柱及流动相确定后，为保证在较短时间内检出所测目标化合物，编制组对流动相梯度进行了条件试验，流动相 A 为 0.1%甲酸溶液，流动相 B 为乙腈溶液。首先，编制组对比了有机相初始比例分别为 20%、30%、40%时，各化合物的出峰情况。结果如图 23 所示：初始比例为 30%时各化合物的分离度优于 20%，出峰时间比 40%更集中，且难分离的 MC-YR 与 MC-HtyR 部分分离，故编制组选择初始比例为 30%。在此基础上进一步优化流动相梯度，具体梯度程序见表 10-表 12。结果如图 24 所示：减慢有机相比例的上升速率或调整各时间段流动相的比例仍不能完全分离 MC-YR 与 MC-HtyR，且梯度程序 1 中各化合物分离更好。故编制组选择梯度程序 1 进行目标化合物的测定。

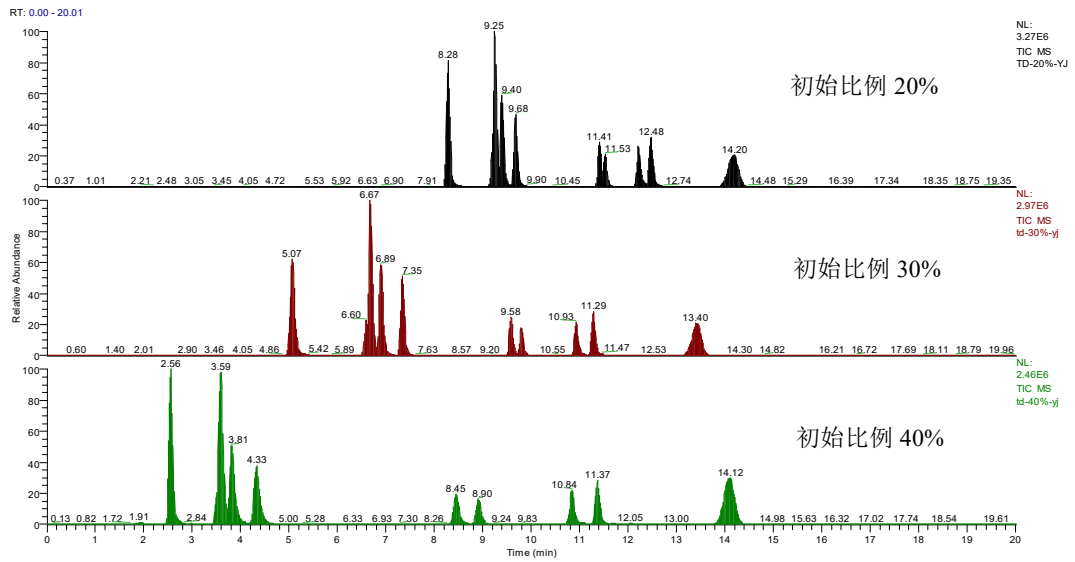


图 23 不同初始比例下各目标化合物色谱分离效果图

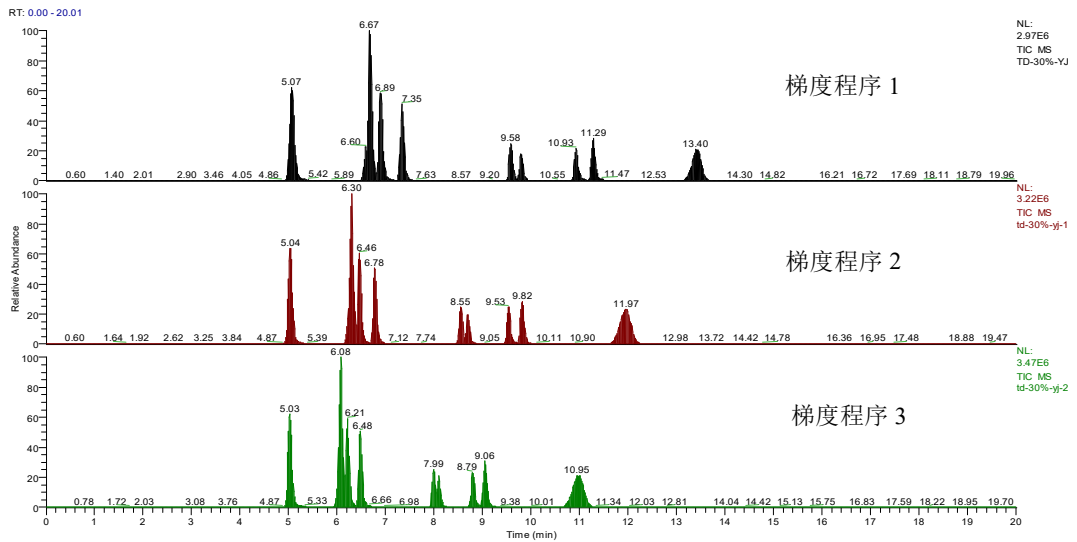


图 24 不同流动相梯度程序下各目标化合物色谱分离效果图

表 10 流动相梯度程序 1

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)	流速 (ml/min)
0	70	30	0.2
1	70	30	0.2
8	40	60	0.2
10	0	100	0.2
14	0	100	0.2
16	70	30	0.2
20	70	30	0.2

表 11 流动相梯度程序 2

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)	流速 (ml/min)
0	70	30	0.2
1	70	30	0.2
6	40	60	0.2
8	0	100	0.2
13	0	100	0.2
15	70	30	0.2
20	70	30	0.2

表 12 流动相梯度程序 3

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)	流速 (ml/min)
0	70	30	0.2
1	70	30	0.2
5	40	60	0.2
8	0	100	0.2
12	0	100	0.2
15	70	30	0.2
20	70	30	0.2

#### 5.8.2.4 流速的确定

在色谱柱、流动相及流动相梯度确定后，编制组对比了 0.1 ml/min，0.2 ml/min，0.3 ml/min，0.4 ml/min 流速下各目标化合物的出峰情况。结果如图 25 所示：随着流速的增加，色谱柱的压力越大，出峰时间越早，且峰宽越窄。流速为 0.4 ml/min 时，峰宽最窄，出峰时间最早，故编制组选择流速为 0.4 ml/min。

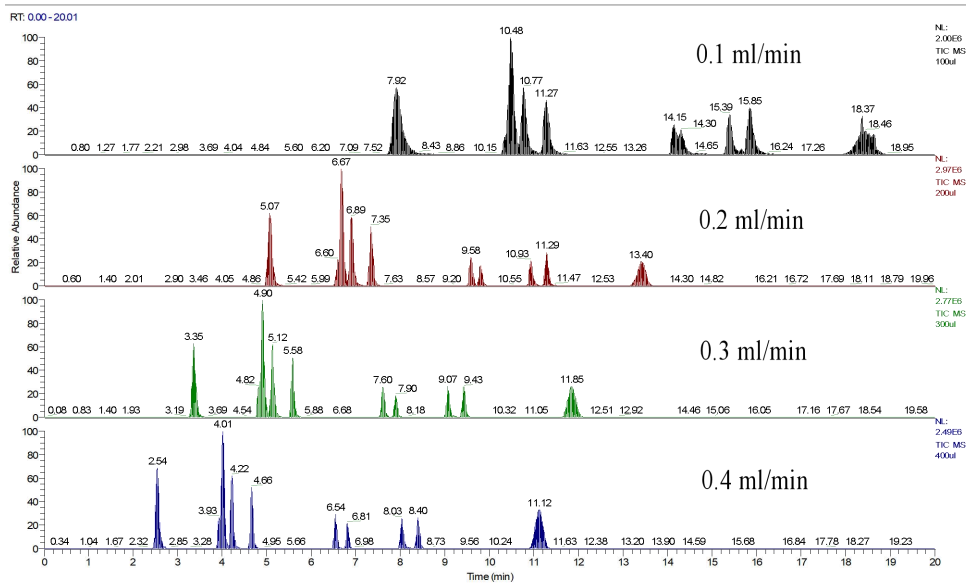


图 25 不同流速下各化合物色谱分离效果图

#### 5.8.2.5 标准曲线配制溶剂的确定

在色谱柱、流动相、流动相梯度及流速确定后，编制组分别用水、30%甲醇溶液、50%甲醇溶液、80%甲醇溶液和纯甲醇配制标准曲线，并上机分析，以考查不同溶剂比例下各目标化合物的响应情况。结果如图 26 所示：用纯甲醇配制标准溶液时，各目标化合物前拖尾较严重，用 80%甲醇溶液配制时，各目标化合物也有较明显的前脱尾，这可能是因为有有机溶剂比例较高时，溶剂效应也较明显；用水配制时，目标化合物没有拖尾情况，但响应略低于其他几种情况，且内标响应很低；用 30%甲醇溶液和 50%甲醇溶液配制时，除 MC-RR 外的 8 种目标化合物的出峰情况基本一致，但用 50%甲醇溶液配制时，MC-RR 的峰宽更宽。由于 30%甲醇溶液溶剂效应更低，出峰也更稳定，故编制组选择用 30%甲醇溶液配制标准曲线，并定容样品。

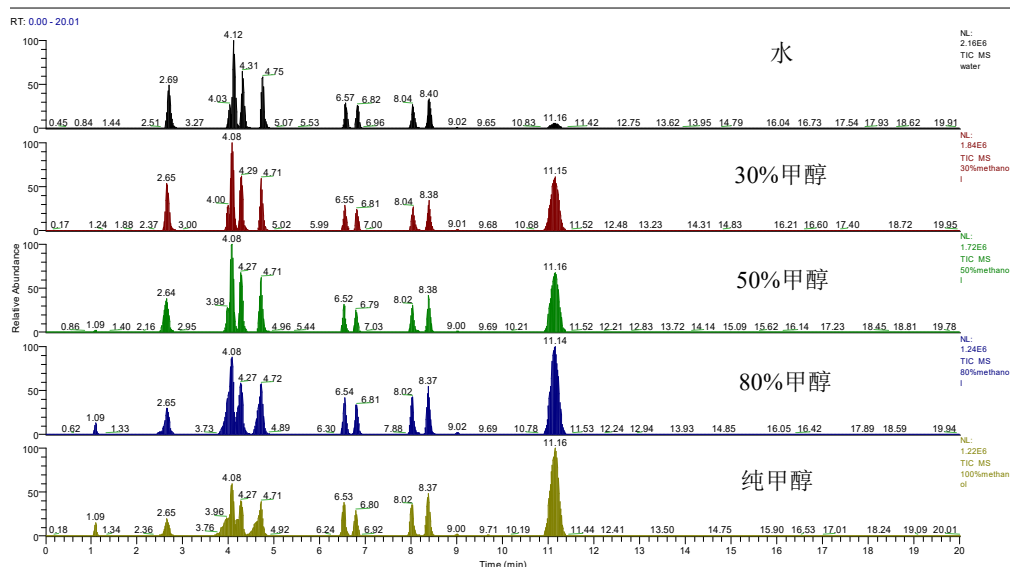


图 26 不同溶剂配制的标准溶液的各化合物色谱分离效果图

### 5.8.3 质谱条件优化

#### 5.8.3.1 目标化合物质谱参数的优化

配制浓度为 1.0 mg/L 的目标化合物及内标混合溶液，采用流动注射泵以 10  $\mu\text{l}/\text{min}$  流速连续进样，优化质谱条件，包括母离子、子离子、碰撞能、锥孔电压等。实验比对了正离子和负离子扫描模式下各目标化合物的响应灵敏度，结果显示正离子扫描模式下响应更好。选定 $[\text{M}+\text{H}]^+$ 或 $[\text{M}+2\text{H}]^{2+}$ 为母离子，进行二级质谱扫描，寻找子离子碎片，然后选择响应较高的 2 个子离子分别作为定性子离子和定量子离子，并优化其相应的碰撞能量，以多反应监测模式 (MRM) 分析，建立质谱方法。优化时发现，含精氨酸 (R) 的微囊藻毒素 (如 MC-RR、MC-YR、MC-HtyR、MC-LR、MC-WR) 更容易形成双电荷 $[\text{M}+2\text{H}]^{2+}$ ，而含亮氨酸(L)的微囊藻毒素(如 MC-LA、MC-LY、MC-LW、MC-LF)更容易形成单电荷 $[\text{M}+\text{H}]^+$ ，优化后的质谱参数如表 13 所示。

参考条件：离子源：ESI<sup>+</sup>；多反应监测 (MRM)；毛细管温度：350.0  $^{\circ}\text{C}$ ；喷雾电压：3500 V；鞘气 ( $\text{N}_2$ ) 流速：45 L/min；辅助气 ( $\text{N}_2$ ) 流速：15 L/min；碰撞气 (Ar) 压力：1.5 mTorr。

表 13 化合物的多反应监测条件

序号	目标化合物	保留时间 (min)	母离子 ( $m/z$ )	子离子 ( $m/z$ )	锥孔电压 (eV)	碰撞能量 (eV)
1	亮氨酸脑啡肽 (内标 1)	1.48	555.9	119.8	92	33
				135.8*		42
2	MC-RR	2.89	519.8	134.9*	87	25
				103.1		40
3	节球藻毒素 (内标 2)	3.67	825.0	134.9*	132	50
				226.7		51
4	MC-YR	4.16	523.1	135.1*	78	15



序号	目标化合物	保留时间 (min)	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	锥孔电压 (eV)	碰撞能量 (eV)
				103.1		35
5	MC-HtyR	4.26	530.3	134.9*	70	12
				103.0		59
6	MC-LR	4.44	498.4	135.0*	74	15
				103.1		48
7	MC-WR	4.90	534.7	134.9*	72	15
				103.1		60
8	MC-LA	6.62	910.4	776.2*	107	16
				135.1		40
9	MC-LY	6.90	1002.2	374.9*	107	33
				135.1		55
10	MC-LW	8.11	1025.4	375.1*	117	35
				135.1		50
11	MC-LF	8.44	985.9	852.0*	95	18
				135.0		50
12	环孢菌素-A, <sup>13</sup> C <sub>2</sub> ,d <sub>4</sub> (内标 3)	11.23	604.3	100.1*	69	30
				198.8		40

注 1: 带\*的为定量离子, 另一个为定性离子;

注 2: 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。

#### 5.8.4 基质干扰及消除

液相色谱-质谱法中的基质效应是由于基质中的非挥发性组分与待测物质在离子化过程中存在竞争, 影响待测物的离子化效率, 这种影响表现为离子抑制或离子增强。产生基质效应的干扰性物质分为两类。一类叫做“内源性物质”: 它源自被分析物本身, 并保留在最终提取液中的物质, 包括盐、强极性化合物、表面活性剂以及与目标化合物结构类似的其他物质等; 另一类叫做“外源性物质”: 它并非来自基质本身, 而是来源于方法建立过程中的外部环境, 包括塑料和聚合物残留、离子对试剂、有机酸、缓冲溶液等。消除基质效应的方法主要有优化色谱条件、减少取样量或进样体积等。

### 5.9 标准曲线及谱图

#### 5.9.1 标准系列的配制

直接进样法与固相萃取法的最终上机溶剂分别为水和 30% 甲醇溶液, 由于这两种溶剂中目标化合物和内标的响应差别较大, 故直接进样和固相萃取法的标准系列应分别配制。

##### 5.9.1.1 直接进样法

参照 ISO 22104-2021 标准系列浓度范围配制, 用水配制。具体配制过程如下: 移取适量的微囊藻毒素标准使用液, 用实验用水稀释, 配制成质量浓度分别为 0.5 μg/L、1.0 μg/L、

2.0 µg/L、5.0 µg/L、10.0 µg/L、20.0 µg/L 和 50.0 µg/L 的标准系列（此为参考浓度），1.0 ml 标准系列中加入 10.0 µl 内标使用液，混匀待测。

### 5.9.1.2 固相萃取法

根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的规定，曲线浓度应尽量包含相关生态环境质量标准、生态环境风险管控标准、污染物排放标准中的限值浓度。目前生态环境风险管控标准、污染物排放标准未规定微囊藻毒素的标准限值，只有生态环境质量标准和相关饮用水质量标准规定微囊藻毒素的限值均为 1 µg/L。本方法浓缩 200 倍，标准限值换算到曲线上浓度即为 200 µg/L，标准系列最高点大于 200 µg/L 即可满足要求。当浓度为 400 µg/L 时，仪器残留较小，但是当浓度提高到 800 µg/L，残留较大，容易污染离子源，故确定标准系列最高点为 400 µg/L。若将标准曲线最低浓度点设置过低，标准系列浓度跨度较大，曲线的相关系数或平均相对响应因子的相对标准偏差不能满足要求，定量不准确，综合考虑标准系列的最高浓度点和仪器的响应情况，本标准确定标准系列最低浓度点为 5.0 µg/L。

标准系列具体配制如下：移取适量的微囊藻毒素标准使用液，用 30% 甲醇溶液稀释，配制成质量浓度分别为 5.0 µg/L、10.0 µg/L、20.0 µg/L、50.0 µg/L、100 µg/L、200 µg/L 和 400 µg/L 的标准系列（此为参考浓度），1.0 ml 标准系列溶液中加入 20.0 µl 内标使用液，混匀待测。

### 5.9.2 标准曲线的建立

按照仪器参考条件，由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进样分析，以标准系列溶液中目标化合物的质量浓度为横坐标，以目标化合物的峰面积与内标的峰面积比值和内标物浓度的乘积为纵坐标建立标准曲线。标准曲线的平均相对响应因子的相对标准偏差、相关系数及中间浓度点偏差详见表 14~16。

表 14 微囊藻毒素标准系列（以节球藻毒素为内标）

序号	目标化合物	固相萃取法			直接进样法		
		平均相对响应因子的相对标准偏差 RSD (%)	相关系数	中间浓度点偏差 (%)	平均相对响应因子的相对标准偏差 RSD (%)	相关系数	中间浓度点偏差 (%)
1	MC-RR	6.9	0.9993	3.2	3.8	0.9996	5.6
2	MC-YR	8.8	0.9993	4.8	9.2	0.9991	6.3
3	MC-HtyR	7.9	0.998	6.8	12	0.997	7.8
4	MC-LR	11	0.9992	4.3	8.8	0.9990	5.9
5	MC-WR	12	0.997	9.9	16	0.995	9.9
6	MC-LA	6.8	0.9992	17	19	0.994	11
7	MC-LY	7.2	0.9994	9.1	3.5	0.997	15
8	MC-LW	5.9	0.998	15	18	0.996	19
9	MC-LF	15	0.997	10	7.7	0.9990	8.8

注：可根据实际样品情况调整线性浓度范围。

表 15 微囊藻毒素标准系列（以亮氨酸脑啡肽为内标）

序号	目标化合物	固相萃取法		
		平均相对响应因子的相对标准 偏差 RSD (%)	相关系数	中间浓度点偏差 (%)
1	MC-RR	3.9	0.9998	6.8
2	MC-YR	4.3	0.997	5.3
3	MC-HtyR	8.7	0.998	4.8
4	MC-LR	6.6	0.998	9.3
5	MC-WR	13	0.998	11
6	MC-LA	17	0.996	15
7	MC-LY	16	0.997	3.5
8	MC-LW	12	0.998	4.8
9	MC-LF	9.1	0.996	10

注：可根据实际样品情况调整线性浓度范围。

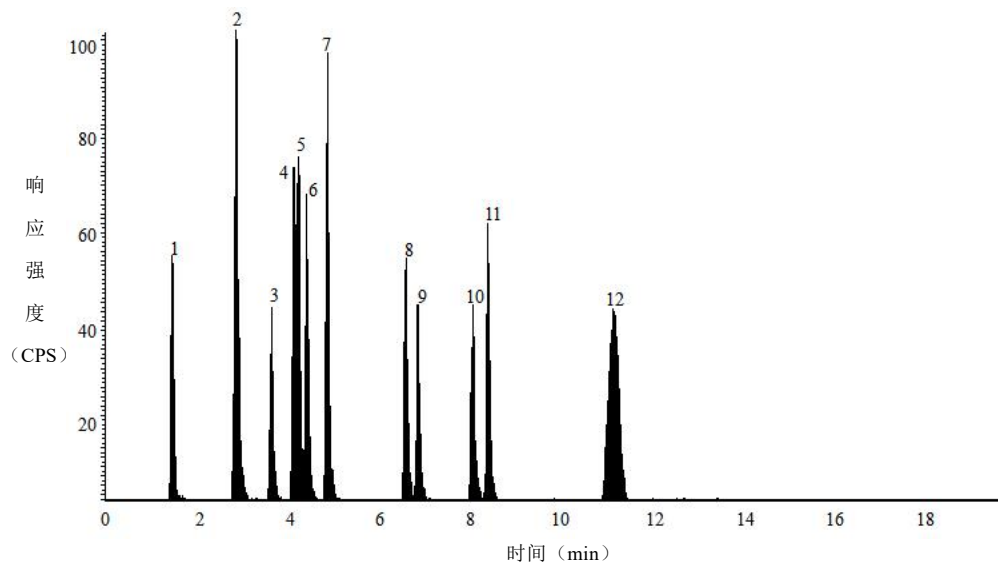
表 16 微囊藻毒素标准系列（以环孢菌素-A, <sup>13</sup>C<sub>2</sub>, d<sub>4</sub>为内标）

序号	目标化合物	固相萃取法		
		平均相对响应因子的相对标准 偏差 RSD (%)	相关系数	中间浓度点偏差 (%)
1	MC-RR	14	0.998	5.8
2	MC-YR	9.6	0.998	4.3
3	MC-HtyR	13	0.9996	10
4	MC-LR	17	0.9993	2.9
5	MC-WR	12	0.998	18
6	MC-LA	12	0.9998	12
7	MC-LY	11	0.9998	1.3
8	MC-LW	12	0.9994	8.9
9	MC-LF	13	0.9996	14

注：可根据实际样品情况调整线性浓度范围。

### 5.9.3 标准样品谱图

在本标准推荐的仪器参考条件下，目标化合物的总离子流图见图27（各微囊藻毒素的质量浓度均为100 μg/L），目标化合物及内标的多离子反应监测质谱图见图28。



1——亮氨酸脑啡肽(内标1); 2——MC-RR; 3——节球藻毒素(内标2); 4——MC-YR; 5——MC-HtyR; 6——MC-LR; 7——MC-WR; 8——MC-LA; 9——MC-LY; 10——MC-LW; 11——MC-LF; 12——环孢菌素-A,<sup>13</sup>C<sub>2</sub>,d<sub>4</sub>(内标3)。

图 27 微囊藻毒素及内标总离子流图

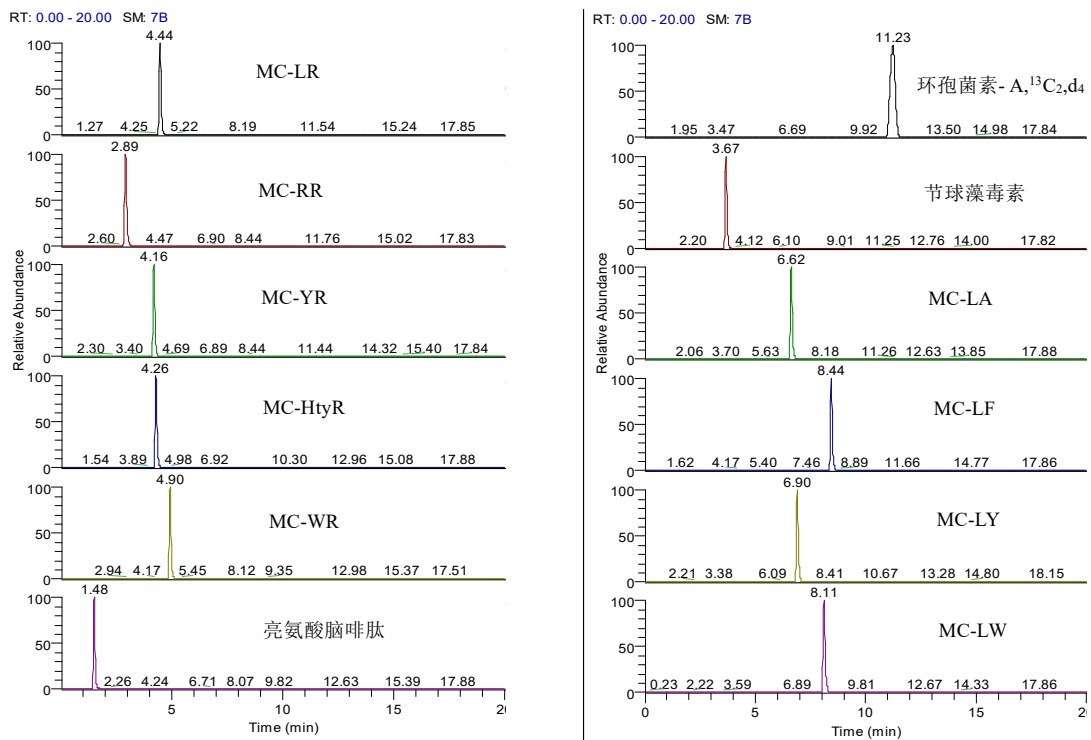


图 28 微囊藻毒素及内标多离子反应监测质谱图

## 5.10 结果计算与表示

### 5.10.1 定性分析

以样品的保留时间和定性离子/定量离子的相对丰度定性。

选择 1 个母离子和 2 个子离子对目标化合物进行定性分析。编制组统计了大量的样品中目标化合物与标准样品中目标化合物的保留时间的相对偏差,发现在相同的实验条件下,相对偏差在 0.5%~2.4%之间,故编制组规定样品中目标化合物与标准样品中目标化合物的保留时间的相对偏差应在±3%以内;对试样中目标化合物定性离子的相对丰度 ( $K_{\text{sam},i}$ ) 与浓度接近的标准溶液中对应的定性离子相对丰度 ( $K_{\text{std},i}$ ) 进行比较,偏差不超过表 17 规定的范围,则可判定样品中存在对应的目标化合物。 $K_{\text{sam},i}$  和  $K_{\text{std},i}$  分别按照式 (1) 和式 (2) 计算。

$$K_{\text{sam},i} = \frac{A_{\text{sam}2,i}}{A_{\text{sam}1,i}} \times 100\% \quad (1)$$

式中:  $K_{\text{sam},i}$ ——样品溶液中目标化合物  $i$  定性离子的相对丰度, %;

$A_{\text{sam}2,i}$ ——样品溶液中目标化合物  $i$  定性离子的响应值;

$A_{\text{sam}1,i}$ ——样品溶液中目标化合物  $i$  定量离子的响应值。

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

式中:  $K_{\text{std},i}$ ——标准溶液中目标化合物  $i$  定性离子的相对丰度, %;

$A_{\text{std}2,i}$ ——标准溶液中目标化合物  $i$  定性离子的响应值;

$A_{\text{std}1,i}$ ——标准溶液中目标化合物  $i$  定量离子的响应值。

表 17 相对离子丰度的最大允许偏差

$K_{\text{std},i}$ (%)	$K_{\text{sam}}$ 最大允许偏差 (%)
$K_{\text{std},i} > 50$	±20
$20 < K_{\text{std},i} \leq 50$	±25
$10 < K_{\text{std},i} \leq 20$	±30
$K_{\text{std},i} \leq 10$	±50

### 5.10.2 定量分析

目标化合物经定性鉴别后,根据定量离子的峰面积,内标法定量。

### 5.10.3 结果计算

#### 5.10.3.1 平均相对响应因子法

标准系列中第  $j$  点目标化合物  $i$  的相对响应因子 ( $\text{RRF}_{ij}$ ), 按照式 (3) 计算。

$$\text{RRF}_{ij} = \frac{A_{ij}}{A_{is,ij}} \times \frac{\rho_{is,ij}}{\rho_{ij}} \quad (3)$$

式中：RRF<sub>ij</sub>——标准系列中第*j*点目标化合物*i*的相对响应因子；

*A*<sub>ij</sub>——标准系列中第*j*点目标化合物*i*定量离子的峰面积；

*A*<sub>is,ij</sub>——标准系列中第*j*点目标化合物*i*相对应的内标化合物定量离子的峰面积；

$\rho_{is,ij}$ ——标准系列中第*j*点目标化合物*i*对应内标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$\rho_{ij}$ ——标准系列中第*j*点目标化合物*i*的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ 。

标准系列中目标化合物*i*的平均相对响应因子 ( $\overline{\text{RRF}}_i$ )，按照式(4)计算。

$$\overline{\text{RRF}}_i = \frac{\sum_{j=1}^n \text{RRF}_{ij}}{n} \quad (4)$$

式中： $\overline{\text{RRF}}_i$ ——标准系列中目标化合物*i*的平均相对响应因子；

RRF<sub>ij</sub>——标准系列中第*j*点目标化合物*i*的相对响应因子；

*n*——标准系列点数。

标准系列中目标化合物的标准偏差，按照式(5)计算。

$$\text{SD} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (\text{RRF}_{ij} - \overline{\text{RRF}}_i)^2}{n-1}} \quad (5)$$

式中：SD——标准偏差；

RRF<sub>ij</sub>——标准系列中第*j*点目标化合物*i*的相对响应因子；

$\overline{\text{RRF}}_i$ ——标准系列中目标化合物*i*的平均相对响应因子；

*n*——标准系列点数。

标准系列中目标化合物*i*的相对标准偏差 (RSD)，按照式(6)计算。

$$\text{RSD} = \frac{\text{SD}}{\overline{\text{RRF}}_i} \times 100\% \quad (6)$$

式中：RSD——相对标准偏差；

SD——标准偏差；

$\overline{\text{RRF}}_i$ ——标准系列中目标化合物*i*的平均相对响应因子。

采用平均相对响应因子计算时，直接进样法与固相萃取法中目标化合物的质量浓度  $\rho_i$ ，分别按照式(7)和式(8)计算：

$$\rho_i = \frac{A_i \times \rho_{is}}{A_{is} \times \overline{\text{RRF}}_i} \times D \quad (7)$$

式中： $\rho_i$ ——样品中目标化合物*i*的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

*A*<sub>i</sub>——样品中目标化合物*i*定量离子的峰面积；

$\rho_{is}$ ——内标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

*A*<sub>is</sub>——内标化合物定量离子的峰面积；

$\overline{\text{RRF}}_i$ ——目标化合物*i*的平均相对响应因子；

$D$ ——稀释倍数。

$$\rho_i = \frac{V_1 \times A_i \times \rho_{is}}{V_2 \times A_{is} \times \overline{\text{RRF}}_i} \quad (8)$$

式中： $\rho_i$ ——样品中目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$V_1$ ——定容体积， $\text{ml}$ ；

$A_i$ ——样品中目标化合物定量离子的峰面积；

$\rho_{is}$ ——内标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$V_2$ ——取样体积， $\text{ml}$ ；

$A_{is}$ ——内标化合物定量离子的峰面积；

$\overline{\text{RRF}}_i$ ——目标化合物的平均相对响应因子。

### 5.10.3.2 标准曲线法

当目标化合物采用标准曲线法计算时，直接进样法与固相萃取法中目标化合物的质量浓度  $\rho_i$ ，分别按照式（9）和式（10）计算：

$$\rho_i = \rho_{xi} \times D \quad (9)$$

式中： $\rho_i$ ——样品中目标化合物  $i$  的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$\rho_{xi}$ ——试样中目标化合物  $i$  的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$D$ ——稀释倍数。

$$\rho_i = \frac{\rho_{xi} \times V_1}{V_2} \quad (10)$$

式中： $\rho_i$ ——样品中目标化合物  $i$  的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$\rho_{xi}$ ——试样中目标化合物  $i$  的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$V_1$ ——定容体积， $\text{ml}$ ；

$V_2$ ——取样体积， $\text{ml}$ 。

### 5.10.4 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致，最多保留 3 位有效数字。

## 5.11 方法比对

### 5.11.1 比对方法的选择

国内测定水中微囊藻毒素的现行标准方法有 GB/T 5750.8-2023 和 GB/T 20466-2006，两个标准分别测定全量和溶解态的微囊藻毒素，而本方法测定的是全量的微囊藻毒素，故比对方法确定为 GB/T 5750.8-2023。

GB/T 5750.8-2023 适用于生活饮用水及其水源水中 MCs 的测定，而生活饮用水和饮用水包括地表水和地下水这两个类型，故方法比对的水样确定为地表水和地下水。因 GB/T 5750.8-2023 包括液相色谱法和液相色谱串联质谱法，故本方法与这两种方法均进行了方法

比对。

### 5.11.2 实验步骤

编制组采用水样加标的方式进行方法比对试验。考虑本方法涉及冻融方法，故加标水样为铜绿微囊藻藻种加标水样。分别按照本方法和 GB/T 5750.8-2023 中的下列 2 种方法进行加标水样的分析，平行测定 7 次。

(1) 液相色谱法：取 100 ml 混匀后的铜绿微囊藻藻种，用未检出的地表水稀释成 5 L，过滤 5 L 稀释后的藻种，收集滤液。滤膜经反复冻融并离心后得到上清液，合并上清液与滤液，进行样品富集、淋洗、洗脱，定容后上机分析，分析结果为水样处理和膜样处理测定结果之和。

(2) 液相色谱串联质谱法：取 5 ml 稀释后的藻种进行反复冻融，过滤后，取滤液上机分析。

### 5.11.3 结果计算

采用  $t$  检验判断本方法与 GB/T 5750.8-2023 的测定结果是否存在显著差异， $t$  检验按照式 (9) 进行计算：

$$t = \frac{|\bar{d}|}{S_d} \sqrt{n} \quad (9)$$

式中： $t$ —— $t$  检验的统计量值；

$\bar{d}$ ——配对差值的算术平均值， $\mu\text{g/L}$ ；

$S_d$ ——配对差值的标准偏差；

$n$ ——样品的平行测定次数。

### 5.11.4 结论

地表水和地下水加标样品的比对结果详见表 18~表 21，由测定结果和式 (9) 可算得测定地表水和地下水中各目标物的  $t$  值。按照 HJ 168-2020 的要求，根据  $t$  值是否  $< t_{0.05(6)}$ ，可判断两种方法是否存在显著差异。结果表明：采用本方法与 GB/T 5750.8-2006 测定地表水和地下水中目标物时， $t$  均  $< t_{0.05(6)}$ ，故测定结果无显著差异。

表 18 地表水加标样品配对测定记录表（液相色谱法）

项目		测定结果	测定次数						
			1	2	3	4	5	6	7
MC-RR	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	本方法	0.724	0.745	0.707	0.762	0.738	0.731	0.772
		GB/T 5750.8-2023	0.748	0.717	0.731	0.711	0.751	0.690	0.714
	配对差值 $d$		-0.024	0.027	-0.024	0.051	-0.014	0.041	0.058
	配对差值的算数平均值 $\bar{d}$		0.0165						
	配对差值的标准偏差 $S_d$		0.036						
	$t$ 值		1.215						



项目		测定结果	测定次数						
			1	2	3	4	5	6	7
MC-LR	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	本方法	0.863	0.872	0.878	0.882	0.868	0.858	0.877
		GB/T 5750.8-2023	0.791	0.858	0.862	0.866	0.870	0.864	0.868
	配对差值 $d$		0.072	0.014	0.017	0.016	-0.002	-0.006	0.010
	配对差值的算数平均值 $\bar{d}$		0.0171						
	配对差值的标准偏差 $S_d$		0.026						
	$t$ 值		1.758						
备注			显著水平（双侧检验） $\alpha=0.05$ 时，根据 $t$ 检验临界值分布表，可得 $t_{0.05(6)}=2.447$ 。						

表 19 地下水加标样品配对测定记录表（液相色谱法）

项目		测定结果	测定次数						
			1	2	3	4	5	6	7
MC-RR	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	本方法	0.810	0.818	0.828	0.817	0.826	0.836	0.829
		GB/T 5750.8-2023	0.813	0.820	0.804	0.815	0.758	0.760	0.762
	配对差值 $d$		-0.003	-0.002	0.024	0.002	0.068	0.076	0.067
	配对差值的算数平均值 $\bar{d}$		0.0331						
	配对差值的标准偏差 $S_d$		0.036						
	$t$ 值		2.433						
MC-LR	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	本方法	0.954	0.921	0.95	0.942	0.93	0.966	0.962
		GB/T 5750.8-2023	0.919	0.933	0.912	0.931	0.936	0.914	0.925
	配对差值 $d$		0.035	-0.012	0.038	0.011	-0.006	0.052	0.037
	配对差值的算数平均值 $\bar{d}$		0.0221						
	配对差值的标准偏差 $S_d$		0.025						
	$t$ 值		2.388						
备注			显著水平（双侧检验） $\alpha=0.05$ 时，根据 $t$ 检验临界值分布表，可得 $t_{0.05(6)}=2.447$ 。						

表 20 地表水加标样品配对测定记录表（液相色谱串联质谱法）

测定结果	测定次数
------	------

项目			1	2	3	4	5	6	7	
MC-RR	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	本方法	0.812	0.822	0.837	0.818	0.836	0.840	0.824	
		GB/T 5750.8-2023	0.854	0.821	0.820	0.842	0.839	0.959	0.942	
	配对差值 $d$		-0.042	0.001	0.017	-0.024	-0.003	-0.119	-0.118	
	配对差值的算数平均值 $\bar{d}$		-0.0412							
	配对差值的标准偏差 $S_d$		0.056							
	$t$ 值		1.942							
MC-LR	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	本方法	0.785	0.816	0.832	0.866	0.869	0.854	0.828	
		GB/T 5750.8-2023	0.816	0.823	0.858	0.842	0.852	0.876	0.836	
	配对差值 $d$		-0.031	-0.007	-0.026	0.024	0.017	-0.022	-0.008	
	配对差值的算数平均值 $\bar{d}$		-0.0076							
	配对差值的标准偏差 $S_d$		0.021							
	$t$ 值		0.938							
MC-YR	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	本方法	0.752	0.723	0.742	0.736	0.720	0.720	0.728	
		GB/T 5750.8-2023	0.735	0.738	0.723	0.773	0.731	0.746	0.765	
	配对差值 $d$		0.017	-0.014	0.019	-0.036	-0.011	-0.026	-0.038	
	配对差值的算数平均值 $\bar{d}$		-0.0127							
	配对差值的标准偏差 $S_d$		0.023							
	$t$ 值		1.452							
MC-LW	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	本方法	0.731	0.742	0.718	0.760	0.747	0.725	0.733	
		GB/T 5750.8-2023	0.755	0.732	0.746	0.766	0.738	0.783	0.751	
	配对差值 $d$		-0.024	0.011	-0.028	-0.005	0.009	-0.058	-0.019	
	配对差值的算数平均值 $\bar{d}$		-0.0164							
	配对差值的标准偏差 $S_d$		0.024							
	$t$ 值		1.816							
MC-LF	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	本方法	0.762	0.770	0.775	0.768	0.754	0.759	0.807	
		GB/T 5750.8-2023	0.771	0.758	0.786	0.776	0.803	0.816	0.823	
	配对差值 $d$		-0.009	0.012	-0.011	-0.008	-0.049	-0.057	-0.015	
	配对差值的算数平均值 $\bar{d}$		-0.020							

	配对差值的标准偏差 $S_d$	0.025
	$t$ 值	2.107
备注	显著水平（双侧检验） $\alpha=0.05$ 时，根据 $t$ 检验临界值分布表，可得 $t_{0.05(6)}=2.447$ 。	

表 21 地下水加标样品配对测定记录表（液相色谱串联质谱法）

项目		测定结果		测定次数						
				1	2	3	4	5	6	7
MC-RR	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	本方法		0.863	0.847	0.854	0.831	0.829	0.807	0.837
		GB/T 5750.8-2023		0.858	0.879	0.836	0.844	0.862	0.856	0.870
	配对差值 $d$			0.005	-0.032	0.018	-0.013	-0.033	-0.049	-0.033
	配对差值的算数平均值 $\bar{d}$			-0.0195						
	配对差值的标准偏差 $S_d$			0.024						
	$t$ 值			2.155						
MC-LR	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	本方法		0.851	0.829	0.847	0.840	0.835	0.862	0.838
		GB/T 5750.8-2023		0.819	0.843	0.822	0.853	0.837	0.904	0.913
	配对差值 $d$			0.032	-0.014	0.025	-0.013	-0.002	-0.042	-0.075
	配对差值的算数平均值 $\bar{d}$			-0.0127						
	配对差值的标准偏差 $S_d$			0.037						
	$t$ 值			0.909						
MC-YR	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	本方法		0.816	0.823	0.807	0.835	0.833	0.848	0.856
		GB/T 5750.8-2023		0.803	0.819	0.815	0.848	0.855	0.856	0.860
	配对差值 $d$			0.013	0.004	-0.008	-0.013	-0.022	-0.008	-0.004
	配对差值的算数平均值 $\bar{d}$			-0.0054						
	配对差值的标准偏差 $S_d$			0.011						
	$t$ 值			1.263						
MC-LW	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	本方法		0.755	0.732	0.803	0.737	0.722	0.744	0.768
		GB/T 5750.8-2023		0.741	0.759	0.736	0.721	0.753	0.719	0.735

	配对差值 $d$		0.014	-0.027	0.067	0.016	-0.031	0.025	0.033
	配对差值的算数平均值 $\bar{d}$		0.014						
	配对差值的标准偏差 $S_d$		0.034						
	$t$ 值		1.065						
MC-LF	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	本方法	0.806	0.772	0.784	0.818	0.827	0.832	0.841
		GB/T 5750.8- 2023	0.791	0.751	0.816	0.849	0.859	0.860	0.874
		配对差值 $d$	0.015	0.021	-0.032	-0.031	-0.032	-0.028	-0.032
		配对差值的算数平均值 $\bar{d}$	-0.017						
		配对差值的标准偏差 $S_d$	0.024						
		$t$ 值	1.849						
		备注	显著水平（双侧检验） $\alpha=0.05$ 时，根据 $t$ 检验临界值分布表，可得 $t_{0.05(6)}=2.447$ 。						

## 5.12 实验室内检出限及测定下限

由于空白试验中未检出目标物，因此按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）中“A.1.1 方法检出限的一般确定方法”中“b）空白试验中未检测出目标物”要求，直接用空白加标方法来确定方法检出限。按照样品分析的全过程对空白加标样品进行 7 次重复测定，得到浓度值，计算其标准偏差  $S$ ，按式（10）计算方法检出限。

$$\text{MDL} = S \times t_{(n-1, 0.99)} \quad (10)$$

式中：MDL——方法检出限；

$n$ ——样品的平行测定次数；

$t$ ——自由度为  $n-1$ ，置信度为 99% 时的  $t$  分布值（单侧）；

$S$ —— $n$  次平行测定的标准偏差。

加标样品测定平均值与检出限的比值在 3~5 之间，表明检出限合理。测定下限以 4 倍检出限计。

### 5.12.1 直接进样法

编制组以节球藻毒素为内标，进行了直接进样法的检出限试验。具体方法为取 5 ml 浓度为 1.00  $\mu\text{g/L}$  的空白加标水样，冻融处理，加内标后过滤，滤液上机测试，重复测定 7 次，计算实验室内检出限和测定下限。

结果表明：空白加标样品测定结果的平均值与检出限的比值均在 3~5 之间，检出限合理。检出限为 0.2  $\mu\text{g/L}$ ~0.3  $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 0.8  $\mu\text{g/L}$ ~1.2  $\mu\text{g/L}$ ，测定下限满足标准限值的要求，具体结果详见表 22。

表 22 直接进样法检出限、测定下限测试数据表（内标为节球藻毒素）

目标化合 物	测定结果 $\mu\text{g/L}$								平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	$t$ 值	计算的方 法检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	仪器检 出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	方法检 出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定 下限 ( $\mu\text{g/L}$ )
	空白	1	2	3	4	5	6	7							
MC-RR	ND	0.734	0.657	0.747	0.811	0.770	0.838	0.693	0.750	0.063	3.143	0.20	0.05	0.2	0.8
MC-YR	ND	0.852	0.872	0.757	0.832	0.786	0.812	0.693	0.801	0.061	3.143	0.19	0.03	0.2	0.8
MC-HtyR	ND	0.813	0.807	0.789	0.677	0.822	0.869	0.725	0.786	0.065	3.143	0.20	0.04	0.3	1.2
MC-LR	ND	0.836	0.831	0.918	0.827	0.769	0.751	0.872	0.829	0.057	3.143	0.18	0.02	0.2	0.8
MC-WR	ND	0.738	0.738	0.815	0.807	0.921	0.864	0.882	0.824	0.070	3.143	0.22	0.03	0.3	1.2
MC-LA	ND	0.825	0.665	0.833	0.689	0.848	0.759	0.737	0.765	0.073	3.143	0.23	0.06	0.3	1.2
MC-LY	ND	0.624	0.837	0.713	0.763	0.791	0.829	0.754	0.759	0.073	3.143	0.23	0.05	0.3	1.2
MC-LW	ND	0.657	0.787	0.675	0.661	0.738	0.763	0.817	0.728	0.065	3.143	0.20	0.06	0.3	1.2
MC-LF	ND	0.822	0.814	0.875	0.839	0.713	0.729	0.823	0.802	0.059	3.143	0.19	0.04	0.2	0.8

注：ND 为未检出。

### 5.12.2 固相萃取法

编制组分别以节球藻毒素、亮氨酸脑啡肽和环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, d_4$  为内标，进行了固相萃取法的检出限试验，具体方法为：取 200 ml 浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$  的空白加标水样，过滤后处理收集滤液，滤膜进行冻融处理。按照前处理步骤测定滤液（细胞外）和滤膜（细胞内）中的微囊藻毒素浓度，重复测定 7 次，计算实验室内检出限和测定下限。

结果表明：空白加标样品测定结果的平均值与检出限的比值均在3~5之间，检出限合理。检出限为0.01 µg/L~0.02 µg/L，测定下限为0.04 µg/L~0.08 µg/L，测定下限满足标准限值的要求，测定结果详见表23~表25。

表 23 固相萃取法检出限、测定下限测试数据表（内标为节球藻毒素）

目标化合物	测定结果 (µg/L)								均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	t 值	检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7					
MC-RR	ND	0.042	0.042	0.046	0.044	0.050	0.047	0.043	0.045	0.0030	3.143	0.01	0.04
MC-YR	ND	0.032	0.042	0.035	0.036	0.039	0.042	0.041	0.038	0.0039	3.143	0.02	0.08
MC-HtyR	ND	0.034	0.037	0.035	0.043	0.039	0.040	0.041	0.038	0.0032	3.143	0.02	0.08
MC-LR	ND	0.033	0.031	0.037	0.036	0.040	0.038	0.035	0.036	0.0033	3.143	0.02	0.08
MC-WR	ND	0.030	0.033	0.039	0.029	0.034	0.033	0.036	0.033	0.0033	3.143	0.02	0.08
MC-LA	ND	0.032	0.039	0.034	0.038	0.042	0.040	0.033	0.037	0.0037	3.143	0.02	0.08
MC-LY	ND	0.034	0.043	0.041	0.039	0.037	0.042	0.034	0.039	0.0035	3.143	0.02	0.08
MC-LW	ND	0.038	0.032	0.041	0.033	0.037	0.039	0.036	0.037	0.0032	3.143	0.02	0.08
MC-LF	ND	0.039	0.034	0.031	0.033	0.035	0.039	0.031	0.034	0.0034	3.143	0.02	0.08

注：ND 为未检出。

表 24 固相萃取法检出限、测定下限测试数据表（内标为亮氨酸脑啡肽）

目标化合物	测定结果 (µg/L)								均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	t 值	检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7					
MC-RR	ND	0.043	0.042	0.038	0.046	0.046	0.041	0.049	0.044	0.0036	3.143	0.02	0.08

目标化合物	测定结果 (µg/L)								均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	t 值	检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7					
MC-YR	ND	0.034	0.036	0.035	0.040	0.030	0.037	0.032	0.035	0.0035	3.143	0.02	0.08
MC-HtyR	ND	0.039	0.034	0.039	0.036	0.033	0.040	0.044	0.038	0.0038	3.143	0.02	0.08
MC-LR	ND	0.032	0.039	0.034	0.041	0.037	0.040	0.035	0.037	0.0036	3.143	0.01	0.04
MC-WR	ND	0.034	0.032	0.035	0.037	0.033	0.040	0.031	0.035	0.0032	3.143	0.02	0.08
MC-LA	ND	0.036	0.037	0.040	0.038	0.030	0.035	0.033	0.036	0.0035	3.143	0.02	0.08
MC-LY	ND	0.038	0.030	0.032	0.038	0.037	0.034	0.031	0.034	0.0034	3.143	0.02	0.08
MC-LW	ND	0.030	0.032	0.038	0.036	0.032	0.038	0.037	0.034	0.0034	3.143	0.02	0.08
MC-LF	ND	0.038	0.041	0.032	0.033	0.041	0.041	0.035	0.037	0.0037	3.143	0.02	0.08

注：ND 为未检出。

表 25 固相萃取法检出限、测定下限测试数据表（内标为环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, d_4$ ）

目标化合物	测定结果 (µg/L)								均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	t 值	检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7					
MC-RR	ND	0.040	0.043	0.045	0.037	0.041	0.044	0.047	0.042	0.0035	3.143	0.02	0.08
MC-YR	ND	0.039	0.044	0.037	0.035	0.043	0.039	0.036	0.039	0.0035	3.143	0.02	0.08
MC-HtyR	ND	0.039	0.036	0.037	0.044	0.041	0.045	0.040	0.040	0.0034	3.143	0.02	0.08
MC-LR	ND	0.036	0.030	0.041	0.034	0.033	0.038	0.035	0.035	0.0036	3.143	0.02	0.08
MC-WR	ND	0.037	0.033	0.040	0.036	0.042	0.034	0.035	0.037	0.0033	3.143	0.02	0.08
MC-LA	ND	0.030	0.032	0.034	0.039	0.037	0.036	0.031	0.034	0.0033	3.143	0.02	0.08
MC-LY	ND	0.040	0.034	0.036	0.032	0.038	0.033	0.030	0.035	0.0033	3.143	0.02	0.08

目标化合物	测定结果 (µg/L)								均值 (µg/L)	标准偏差 (µg/L)	<i>t</i> 值	检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7					
MC-LW	ND	0.030	0.032	0.038	0.036	0.032	0.038	0.031	0.034	0.0035	3.143	0.02	0.08
MC-LF	ND	0.032	0.038	0.030	0.034	0.039	0.037	0.032	0.034	0.0034	3.143	0.02	0.08
注：ND 为未检出。													



### 5.13 实验室内精密度与正确度

直接进样法：编制组以节球藻毒素为内标，进行空白、地表水、地下水和海水基质低、中、高浓度加标测试，加标浓度分别为 1.00  $\mu\text{g/L}$ 、10.0  $\mu\text{g/L}$  和 45.0  $\mu\text{g/L}$ ，平行测定 6 次，考察实验室内的精密度和正确度。

固相萃取法：分别以节球藻毒素、亮氨酸脑啡肽和环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, d_4$  为内标，进行空白、地表水、地下水和海水基质低、中、高浓度加标测试，加标浓度分别为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$ ，平行测定 6 次，考查实验室内的精密度和正确度。

#### 5.13.1 直接进样法

以节球藻毒素为内标时，测定结果详见表 26~表 37。浓度为 1.00  $\mu\text{g/L}$ 、10.0  $\mu\text{g/L}$  和 45.0  $\mu\text{g/L}$  空白加标样品，相对标准偏差范围为 2.8%~11%，空白样品加标回收率范围为：71.3%~84.9%；浓度为 1.00  $\mu\text{g/L}$ 、10.0  $\mu\text{g/L}$  和 45.0  $\mu\text{g/L}$  地表水加标样品，相对标准偏差范围为 3.7%~15%，实际样品加标回收率范围为：68.3%~84.3%；浓度为 1.00  $\mu\text{g/L}$ 、10.0  $\mu\text{g/L}$  和 45.0  $\mu\text{g/L}$  地下水加标样品，相对标准偏差范围为 5.4%~15%，实际样品加标回收率范围为：65.4%~85.0%；浓度为 1.00  $\mu\text{g/L}$ 、10.0  $\mu\text{g/L}$  和 45.0  $\mu\text{g/L}$  海水加标样品，相对标准偏差范围为 3.4%~13%，实际样品加标回收率范围为：71.7%~83.0%。

表 26 空白低浓度加标样品（1.00  $\mu\text{g/L}$ ）精密度和正确度验证数据

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.734	0.657	0.747	0.811	0.770	0.838	0.759	0.064	8.4	75.9
MC-YR	ND	0.852	0.872	0.757	0.832	0.786	0.812	0.819	0.043	5.2	81.9
MC-HtyR	ND	0.813	0.807	0.789	0.677	0.822	0.869	0.796	0.064	8.1	79.6
MC-LR	ND	0.836	0.831	0.918	0.827	0.769	0.751	0.822	0.059	7.2	82.2
MC-WR	ND	0.738	0.738	0.815	0.807	0.921	0.864	0.814	0.071	8.8	81.4
MC-LA	ND	0.825	0.665	0.833	0.689	0.848	0.759	0.770	0.078	10	77.0
MC-LY	ND	0.624	0.837	0.713	0.763	0.791	0.829	0.760	0.080	11	76.0
MC-LW	ND	0.657	0.787	0.675	0.661	0.738	0.763	0.713	0.056	7.9	71.3
MC-LF	ND	0.822	0.814	0.875	0.839	0.713	0.729	0.799	0.064	8.0	79.9

表 27 空白中浓度加标样品（10.0  $\mu\text{g/L}$ ）精密度和正确度验证数据

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	8.76	8.32	8.15	8.41	9.22	8.09	8.49	0.43	5.0	84.9
MC-YR	ND	8.56	7.89	7.92	8.06	7.69	8.11	8.04	0.29	3.7	80.4

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-Hty R	ND	8.53	8.34	8.64	7.44	8.87	8.43	8.38	0.49	5.9	83.8
MC-LR	ND	8.32	8.08	7.51	7.03	7.40	6.96	7.55	0.55	7.3	75.5
MC-WR	ND	8.20	8.11	8.28	8.15	7.67	8.26	8.11	0.23	2.8	81.1
MC-LA	ND	7.84	7.76	7.24	7.56	7.49	7.81	7.62	0.23	3.0	76.2
MC-LY	ND	7.33	7.61	7.43	7.69	6.90	8.18	7.52	0.43	5.7	75.2
MC-LW	ND	7.66	7.54	8.02	7.78	6.92	7.42	7.56	0.37	5.0	75.6
MC-LF	ND	8.02	8.26	7.83	7.47	6.86	7.65	7.68	0.49	6.4	76.8

表 28 空白高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	40.5	39.8	36.4	38.8	35.7	37.1	38.1	1.9	5.1	84.6
MC-YR	ND	40.6	39.2	36.3	41.2	35.8	33.6	37.8	3.0	8.0	84.0
MC-Hty R	ND	35.7	37.2	34.5	38.9	37.3	40.3	37.3	2.1	5.6	82.9
MC-LR	ND	33.1	36.4	35.3	38.7	34.8	40.5	36.5	2.7	7.4	81.0
MC-WR	ND	33.8	32.8	41.1	34.5	36.4	38.6	36.2	3.2	8.7	80.4
MC-LA	ND	33.1	37.4	34.5	40.4	35.2	31.8	35.4	3.1	8.8	78.7
MC-LY	ND	34.3	33.7	35.2	34.6	35.8	32.6	34.4	1.1	3.3	76.4
MC-LW	ND	35.7	37.8	34.5	31.6	32.4	36.7	34.8	2.4	7.0	77.3
MC-LF	ND	36.6	40.1	32.5	31.9	33.4	38.7	35.5	3.4	9.7	79.0

表 29 地表水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.807	0.830	0.818	0.782	0.822	0.875	0.822	0.031	3.7	82.2
MC-YR	ND	0.677	0.684	0.597	0.734	0.745	0.679	0.686	0.053	7.7	68.6
MC-HtyR	ND	0.831	0.788	0.813	0.806	0.859	0.911	0.835	0.045	5.3	83.5

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	0.738	0.673	0.862	0.717	0.732	0.824	0.758	0.071	9.4	75.8
MC-WR	ND	0.717	0.727	0.834	0.815	0.732	0.756	0.764	0.049	6.5	76.4
MC-LA	ND	0.763	0.683	0.727	0.738	0.812	0.708	0.739	0.045	6.1	73.9
MC-LY	ND	0.752	0.681	0.722	0.758	0.804	0.732	0.742	0.041	5.5	74.2
MC-LW	ND	0.726	0.637	0.802	0.731	0.643	0.825	0.727	0.078	11	72.7
MC-LF	ND	0.686	0.706	0.664	0.853	0.833	0.794	0.756	0.081	11	75.6

表 30 地表水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	8.16	7.73	7.82	8.78	8.42	8.50	8.23	0.41	5.0	82.3
MC-YR	ND	7.83	6.55	7.79	7.43	7.68	7.18	7.41	0.49	6.6	74.1
MC-Hty R	ND	7.48	8.23	8.36	7.88	8.70	8.52	8.19	0.45	5.5	81.9
MC-LR	ND	7.76	6.89	6.31	5.93	7.97	8.23	7.18	0.94	13	71.8
MC-WR	ND	6.26	5.77	6.82	7.55	7.38	7.22	6.83	0.69	10	68.3
MC-LA	ND	7.34	7.64	7.03	7.62	7.68	8.04	7.56	0.34	4.5	75.6
MC-LY	ND	7.25	7.66	8.03	6.83	6.31	7.52	7.27	0.62	8.5	72.7
MC-LW	ND	5.87	6.93	9.11	7.87	7.33	7.29	7.40	1.1	14	74.0
MC-LF	ND	7.12	6.56	8.34	8.04	8.36	7.46	7.65	0.73	9.5	76.5

表 31 地表水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	33.5	37.3	39.2	40.6	41.7	27.2	36.6	5.4	15	81.3
MC-YR	ND	34.3	37.7	38.3	31.6	42.5	43.3	38.0	4.5	12	84.3
MC-Hty R	ND	34.4	37.3	33.1	40.6	38.5	41.2	37.5	3.3	8.7	83.4
MC-LR	ND	37.9	39.8	38.5	32.6	33.9	30.8	35.6	3.6	10	79.1

目标化合物	实际样品测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-WR	ND	33.8	34.6	36.2	40.7	38.1	37.5	36.8	2.5	6.8	81.8
MC-LA	ND	33.5	36.7	34.8	42.0	35.9	37.3	36.7	2.9	8.0	81.6
MC-LY	ND	30.5	32.5	33.6	36.9	40.3	35.8	34.9	3.5	10	77.6
MC-LW	ND	37.4	35.6	36.9	33.1	32.0	42.3	36.2	3.7	10	80.5
MC-LF	ND	33.4	35.1	37.3	40.5	38.2	34.3	36.5	2.7	7.4	81.0

表 32 地下水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

目标化合物	实际样品测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.756	0.802	0.773	0.837	0.849	0.893	0.818	0.051	6.3	81.8
MC-YR	ND	0.733	0.679	0.756	0.630	0.672	0.721	0.698	0.046	6.7	69.8
MC-HtyR	ND	0.786	0.739	0.664	0.756	0.812	0.840	0.766	0.062	8.1	76.6
MC-LR	ND	0.712	0.637	0.727	0.683	0.645	0.745	0.692	0.044	6.4	69.2
MC-WR	ND	0.743	0.848	0.632	0.621	0.742	0.716	0.717	0.084	12	71.7
MC-LA	ND	0.723	0.637	0.689	0.731	0.755	0.813	0.725	0.060	8.2	72.5
MC-LY	ND	0.732	0.706	0.688	0.774	0.627	0.643	0.695	0.055	7.9	69.5
MC-LW	ND	0.576	0.612	0.659	0.711	0.549	0.816	0.654	0.098	15	65.4
MC-LF	ND	0.638	0.733	0.649	0.732	0.757	0.813	0.720	0.066	9.2	72.0

表 33 地下水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

目标化合物	实际样品测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	7.65	7.43	6.76	8.23	8.08	8.15	7.72	0.56	7.3	77.2
MC-YR	ND	6.79	7.08	6.88	6.54	7.43	8.05	7.13	0.54	7.6	71.3
MC-HtyR	ND	7.55	7.44	7.76	8.15	8.29	7.23	7.74	0.41	5.4	77.4
MC-LR	ND	6.23	8.13	5.89	8.38	7.58	6.68	7.15	1.0	14	71.5
MC-WR	ND	6.55	7.23	7.09	5.73	7.37	8.11	7.01	0.81	11	70.1
MC-LA	ND	6.23	7.51	8.14	6.59	7.63	7.39	7.25	0.71	9.8	72.5
MC-LY	ND	7.33	7.54	6.29	8.16	7.76	7.39	7.41	0.63	8.5	74.1
MC-LW	ND	6.49	6.73	7.39	8.24	7.85	7.22	7.32	0.66	9.0	73.2

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LF	ND	7.37	6.54	8.21	7.64	7.50	7.63	7.48	0.54	7.3	74.8

表 34 地下水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	38.5	42.7	42.4	35.5	35.4	34.8	38.2	3.6	9.4	85.0
MC-YR	ND	42.1	41.3	28.6	36.6	37.8	34.9	36.9	4.9	13	82.0
MC-Hty R	ND	35.4	37.9	36.4	34.8	33.8	41.6	36.6	2.8	7.7	81.4
MC-LR	ND	36.1	32.3	33.8	41.8	32.7	35.9	35.4	3.5	9.9	78.7
MC-WR	ND	33.3	34.6	29.7	38.5	40.6	37.3	35.7	3.9	11	79.2
MC-LA	ND	29.5	30.8	37.5	33.2	32.9	38.9	33.8	3.7	11	75.1
MC-LY	ND	33.9	37.3	35.4	29.2	32.8	36.2	34.1	2.9	8.5	75.9
MC-LW	ND	33.6	37.9	36.1	35.1	29.7	42.3	35.8	4.2	12	79.5
MC-LF	ND	29.7	41.6	34.0	32.8	34.5	31.8	34.0	4.1	12	75.7

表 35 海水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.759	0.773	0.834	0.852	0.889	0.874	0.830	0.053	6.4	83.0
MC-YR	ND	0.723	0.661	0.734	0.757	0.835	0.809	0.753	0.063	8.3	75.3
MC-HtyR	ND	0.821	0.766	0.773	0.835	0.792	0.808	0.799	0.027	3.4	79.9
MC-LR	ND	0.648	0.689	0.761	0.682	0.773	0.857	0.735	0.077	10	73.5
MC-WR	ND	0.737	0.723	0.808	0.667	0.64	0.771	0.724	0.063	8.7	72.4
MC-LA	ND	0.721	0.773	0.683	0.788	0.757	0.733	0.743	0.038	5.1	74.3
MC-LY	ND	0.802	0.631	0.657	0.736	0.772	0.732	0.722	0.066	9.1	72.2
MC-LW	ND	0.731	0.673	0.746	0.688	0.775	0.822	0.739	0.055	7.5	73.9
MC-LF	ND	0.683	0.715	0.688	0.785	0.828	0.744	0.741	0.057	7.7	74.1

表 36 海水中浓度加标样品（10.0  $\mu\text{g/L}$ ）精密度和正确度验证数据

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	7.73	7.81	6.77	6.68	6.81	8.16	7.33	0.65	8.8	73.3
MC-YR	ND	7.54	8.13	7.35	6.89	8.23	7.65	7.63	0.50	6.5	76.3
MC-Hty R	ND	8.33	8.27	8.48	7.73	8.02	6.63	7.91	0.68	8.6	79.1
MC-LR	ND	7.31	7.26	6.84	6.32	7.33	8.17	7.21	0.61	8.5	72.1
MC-WR	ND	7.43	8.03	7.35	6.29	7.19	8.33	7.44	0.71	10	74.4
MC-LA	ND	7.31	7.53	6.77	6.39	8.03	7.48	7.25	0.59	8.1	72.5
MC-LY	ND	6.83	7.25	6.83	6.19	7.84	8.05	7.17	0.70	9.7	71.7
MC-LW	ND	6.88	7.33	7.63	6.59	8.37	8.12	7.49	0.69	9.2	74.9
MC-LF	ND	7.22	8.07	7.84	6.81	7.39	8.18	7.59	0.53	7.0	75.9

表 37 海水高浓度加标样品（45.0  $\mu\text{g/L}$ ）精密度和正确度验证数据

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	35.2	37.3	33.8	41.8	38.5	31.9	36.4	3.5	9.7	80.9
MC-YR	ND	36.7	38.2	40.4	33.8	31.5	43.2	37.3	4.3	11	82.9
MC-Hty R	ND	36.9	35.1	33.2	37.8	38.9	36.0	36.3	2.0	5.6	80.7
MC-LR	ND	35.3	38.6	31.6	37.5	36.8	40.3	36.7	3.0	8.2	81.5
MC-WR	ND	33.9	40.6	41.4	34.2	29.8	32.9	35.5	4.6	13	78.8
MC-LA	ND	34.9	33.1	37.9	36.2	40.1	39.7	37.0	2.8	7.5	82.2
MC-LY	ND	34.6	33.9	36.1	30.6	38.2	40.7	35.7	3.5	9.8	79.3
MC-LW	ND	37.2	34.4	38.6	35.3	38.6	32.3	36.1	2.5	7.0	80.1
MC-LF	ND	33.9	38.2	35.7	30.5	36.8	32.4	34.6	2.9	8.3	76.9

### 5.11.2 固相萃取法

以节球藻毒素为内标时，测定结果详见表 38~表 49。浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$  空白加标样品，相对标准偏差范围为 2.4%~16%，空白样品加标回收率范围为：66.1%~94.8%；浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$  地表水加标样品，相对标准偏差

范围为 4.7%~18%，实际样品加标回收率范围为：64.8%~110%；浓度为 0.05 μg/L、0.25 μg/L 和 1.80 μg/L 地下水加标样品，相对标准偏差范围为 3.1%~13%，实际样品加标回收率范围为：66.3%~90.0%；浓度为 0.05 μg/L、0.25 μg/L 和 1.80 μg/L 海水加标样品，相对标准偏差范围为 2.1%~15%，实际样品加标回收率范围为：63.2%~94.3%。

以亮氨酸脑啡肽为内标时，测定结果详见表 50~表 61。浓度为 0.05 μg/L、0.25 μg/L 和 1.80 μg/L 空白加标样品，相对标准偏差范围为 3.1%~12%，空白样品加标回收率范围为：66.2%~85.4%；浓度为 0.05 μg/L、0.25 μg/L 和 1.80 μg/L 地表水加标样品，相对标准偏差范围为 2.7%~15%，实际样品加标回收率范围为：67.8%~88.3%；浓度为 0.05 μg/L、0.25 μg/L 和 1.80 μg/L 地下水加标样品，相对标准偏差范围为 3.2%~14%，实际样品加标回收率范围为：69.5%~92.4%；浓度为 0.05 μg/L、0.25 μg/L 和 1.80 μg/L 海水加标样品，相对标准偏差范围为 3.5%~14%，实际样品加标回收率范围为：66.1%~92.4%。

以环孢菌素-A,<sup>13</sup>C<sub>2</sub>,d<sub>4</sub>为内标时，测定结果详见表 62~表 73。浓度为 0.05 μg/L、0.25 μg/L 和 1.80 μg/L 空白加标样品，相对标准偏差范围为 3.4%~13%，空白样品加标回收率范围为：65.8%~86.1%；浓度为 0.05 μg/L、0.25 μg/L 和 1.80 μg/L 地表水加标样品，相对标准偏差范围为 2.8%~16%，实际样品加标回收率范围为：65.8%~88.4%；浓度为 0.05 μg/L、0.25 μg/L 和 1.80 μg/L 地下水加标样品，相对标准偏差范围为 4.1%~14%，实际样品加标回收率范围为：64.8%~87.8%；浓度为 0.05 μg/L、0.25 μg/L 和 1.80 μg/L 海水加标样品，相对标准偏差范围为 4.1%~15%，实际样品加标回收率范围为：65.0%~86.1%。

表 38 空白低浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为节球藻毒素，加标浓度为 0.05 μg/L）

目标化合物	实际样品测定值 (μg/L)	测定结果 (μg/L)						平均值 $x_i$ (μg/L)	标准偏差 $s_i$ (μg/L)	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.042	0.042	0.046	0.044	0.050	0.047	0.045	0.0032	7.0	90.3
MC-YR	ND	0.032	0.042	0.035	0.036	0.039	0.042	0.038	0.0041	11	75.6
MC-HtyR	ND	0.034	0.037	0.035	0.043	0.039	0.040	0.038	0.0033	8.8	76.0
MC-LR	ND	0.033	0.031	0.037	0.036	0.040	0.038	0.036	0.0036	9.9	72.0
MC-WR	ND	0.030	0.033	0.039	0.029	0.034	0.033	0.033	0.0034	10	66.1
MC-LA	ND	0.032	0.039	0.034	0.038	0.042	0.040	0.037	0.0037	9.8	75.0
MC-LY	ND	0.034	0.043	0.041	0.039	0.037	0.042	0.039	0.0032	8.2	78.4
MC-LW	ND	0.038	0.032	0.041	0.033	0.037	0.039	0.037	0.0035	10	73.2
MC-LF	ND	0.039	0.034	0.031	0.033	0.035	0.039	0.035	0.0033	9.3	69.9

注：ND 为未检出。

表 39 空白中浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为节球藻毒素，加标浓度：0.25  $\mu\text{g/L}$ ）

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.255	0.233	0.219	0.244	0.220	0.249	0.237	0.015	6.4	94.8
MC-YR	ND	0.214	0.220	0.221	0.208	0.212	0.210	0.214	0.005	2.4	85.6
MC-HtyR	ND	0.219	0.231	0.200	0.233	0.204	0.199	0.214	0.016	7.3	85.7
MC-LR	ND	0.220	0.219	0.198	0.229	0.201	0.224	0.215	0.013	5.9	86.1
MC-WR	ND	0.183	0.208	0.171	0.198	0.167	0.181	0.185	0.016	8.6	73.8
MC-LA	ND	0.212	0.221	0.209	0.184	0.206	0.192	0.204	0.014	6.6	81.6
MC-LY	ND	0.215	0.181	0.196	0.178	0.206	0.212	0.198	0.016	8.0	79.2
MC-LW	ND	0.207	0.173	0.218	0.201	0.214	0.188	0.200	0.017	8.4	80.1
MC-LF	ND	0.183	0.199	0.164	0.167	0.177	0.166	0.176	0.013	7.7	70.4

注：ND 为未检出。

表 40 空白高浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为节球藻毒素，加标浓度：1.80  $\mu\text{g/L}$ ）

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.51	1.28	1.47	1.53	1.63	1.49	1.48	0.11	7.7	82.4
MC-YR	ND	1.33	1.42	1.35	1.21	1.50	1.26	1.34	0.10	7.8	74.7
MC-HtyR	ND	1.10	1.38	1.24	1.48	1.30	1.44	1.32	0.14	11	73.6
MC-LR	ND	1.39	1.16	1.40	1.48	1.50	1.28	1.37	0.13	9.4	76.0
MC-WR	ND	1.41	1.22	1.50	1.37	1.09	0.97	1.26	0.20	16	70.0
MC-LA	ND	1.34	1.24	1.32	1.37	1.46	1.31	1.34	0.071	5.3	74.5
MC-LY	ND	1.09	1.44	1.56	1.32	1.31	1.21	1.32	0.17	13	73.4
MC-LW	ND	1.24	1.11	1.27	1.16	1.28	1.15	1.20	0.069	5.8	66.8
MC-LF	ND	1.16	1.07	1.13	1.37	1.33	1.33	1.23	0.13	10	68.4

注：ND 为未检出。



表 41 地表水低浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为节球藻毒素,加标浓度:0.05  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.048	0.052	0.045	0.037	0.041	0.047	0.045	0.0054	12	89.7
MC-YR	ND	0.043	0.042	0.052	0.034	0.040	0.045	0.043	0.0059	14	85.4
MC-HtyR	ND	0.042	0.040	0.035	0.051	0.031	0.036	0.039	0.0070	18	78.1
MC-LR	ND	0.038	0.036	0.032	0.050	0.033	0.042	0.038	0.0066	17	76.8
MC-WR	ND	0.031	0.032	0.031	0.035	0.041	0.028	0.033	0.0045	14	66.0
MC-LA	ND	0.040	0.042	0.044	0.034	0.037	0.040	0.040	0.0036	9.1	79.1
MC-LY	ND	0.043	0.042	0.039	0.038	0.036	0.041	0.040	0.0026	6.6	80.0
MC-LW	ND	0.039	0.034	0.037	0.036	0.034	0.039	0.036	0.0023	6.3	72.9
MC-LF	ND	0.036	0.033	0.033	0.035	0.032	0.034	0.034	0.0016	4.7	67.5

注: ND 为未检出。

表 42 地表水中浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为节球藻毒素,加标浓度:0.25  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.222	0.296	0.278	0.288	0.270	0.298	0.275	0.028	10	110
MC-YR	ND	0.176	0.213	0.229	0.229	0.200	0.247	0.216	0.025	12	86.3
MC-HtyR	ND	0.161	0.237	0.206	0.220	0.190	0.229	0.207	0.028	14	82.9
MC-LR	ND	0.149	0.216	0.197	0.216	0.189	0.221	0.198	0.027	14	79.3
MC-WR	ND	0.183	0.203	0.167	0.208	0.178	0.206	0.191	0.017	8.9	76.3
MC-LA	ND	0.192	0.189	0.209	0.215	0.228	0.208	0.207	0.015	7.1	82.7
MC-LY	ND	0.178	0.174	0.210	0.209	0.202	0.218	0.199	0.018	9.1	79.4
MC-LW	ND	0.170	0.183	0.218	0.209	0.217	0.224	0.204	0.022	11	81.4
MC-LF	ND	0.170	0.163	0.170	0.205	0.168	0.162	0.173	0.016	9.3	69.2

注: ND 为未检出。

表 43 地表水高浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为节球藻毒素,加标浓度:1.80  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.66	1.33	1.64	1.51	1.56	1.44	1.52	0.12	8.2	84.4
MC-YR	ND	1.40	1.06	1.50	1.54	1.68	1.47	1.44	0.21	15	80.1
MC-HtyR	ND	1.24	1.26	1.27	1.54	1.52	1.51	1.39	0.15	10	77.3
MC-LR	ND	1.42	1.15	1.42	1.28	1.63	1.34	1.37	0.16	12	76.3
MC-WR	ND	1.11	1.09	1.12	1.45	1.47	1.43	1.28	0.19	15	71.0
MC-LA	ND	1.37	1.22	1.32	1.43	1.51	1.33	1.36	0.10	7.1	75.7
MC-LY	ND	1.11	0.92	1.06	1.33	1.35	1.22	1.17	0.16	14	64.8
MC-LW	ND	1.27	1.09	1.43	1.16	1.22	1.11	1.21	0.12	10	67.4
MC-LF	ND	1.18	1.05	1.13	1.38	1.42	1.34	1.25	0.15	12	69.6

注: ND 为未检出。

表 44 地下水低浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为节球藻毒素,加标浓度:0.05  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.043	0.040	0.039	0.044	0.046	0.045	0.043	0.0029	6.7	85.8
MC-YR	ND	0.041	0.038	0.034	0.036	0.047	0.044	0.040	0.0047	12	79.7
MC-HtyR	ND	0.042	0.031	0.040	0.044	0.037	0.034	0.038	0.0050	13	76.2
MC-LR	ND	0.033	0.032	0.042	0.041	0.034	0.039	0.037	0.0044	12	73.4
MC-WR	ND	0.032	0.035	0.040	0.038	0.036	0.034	0.036	0.0032	8.8	71.7
MC-LA	ND	0.043	0.034	0.035	0.035	0.045	0.036	0.038	0.0047	12	76.3
MC-LY	ND	0.036	0.033	0.038	0.037	0.041	0.041	0.038	0.0029	7.6	75.7
MC-LW	ND	0.036	0.034	0.039	0.039	0.035	0.037	0.037	0.0020	5.4	73.6
MC-LF	ND	0.035	0.034	0.033	0.034	0.036	0.033	0.034	0.0011	3.1	68.6

注: ND 为未检出。

表 45 地下水中浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为节球藻毒素,加标浓度:0.25  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.235	0.203	0.216	0.219	0.227	0.250	0.225	0.016	7.2	90.0
MC-YR	ND	0.195	0.230	0.182	0.214	0.201	0.216	0.206	0.017	8.3	82.5
MC-HtyR	ND	0.202	0.213	0.172	0.191	0.166	0.207	0.192	0.019	10	76.7
MC-LR	ND	0.222	0.211	0.203	0.186	0.166	0.231	0.203	0.024	12	81.3
MC-WR	ND	0.170	0.189	0.205	0.170	0.182	0.175	0.182	0.014	7.6	72.7
MC-LA	ND	0.211	0.173	0.206	0.182	0.200	0.213	0.197	0.016	8.2	79.0
MC-LY	ND	0.186	0.174	0.204	0.214	0.205	0.210	0.199	0.015	7.8	79.5
MC-LW	ND	0.201	0.170	0.203	0.211	0.181	0.202	0.195	0.016	8.0	77.9
MC-LF	ND	0.160	0.180	0.164	0.166	0.206	0.211	0.181	0.022	12	72.4

注: ND 为未检出。

表 46 地下水高浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为节球藻毒素,加标浓度:1.80  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.41	1.43	1.48	1.67	1.83	1.71	1.59	0.17	11	88.3
MC-YR	ND	1.67	1.35	1.40	1.32	1.54	1.56	1.47	0.14	9.4	81.8
MC-HtyR	ND	1.29	1.37	1.23	1.49	1.68	1.53	1.43	0.17	12	79.5
MC-LR	ND	1.35	1.48	1.36	1.51	1.56	1.22	1.41	0.12	8.8	78.6
MC-WR	ND	1.48	1.24	1.27	1.33	1.25	1.03	1.27	0.15	12	70.3
MC-LA	ND	1.31	1.17	1.29	1.25	1.53	1.26	1.30	0.12	9.3	72.3
MC-LY	ND	1.07	1.38	1.04	1.21	1.37	1.16	1.20	0.15	12	66.9
MC-LW	ND	1.20	1.33	1.22	1.11	1.22	1.25	1.22	0.070	5.7	68.0
MC-LF	ND	1.13	1.00	1.10	1.26	1.39	1.28	1.19	0.14	12	66.3

注: ND 为未检出。

表 47 海水低浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为节球藻毒素，加标浓度：0.05  $\mu\text{g/L}$ ）

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.047	0.050	0.039	0.043	0.043	0.052	0.046	0.0050	11	91.5
MC-YR	ND	0.036	0.048	0.042	0.041	0.040	0.047	0.042	0.0046	11	84.6
MC-HtyR	ND	0.045	0.039	0.050	0.034	0.042	0.035	0.041	0.0062	15	81.7
MC-LR	ND	0.040	0.041	0.037	0.035	0.034	0.042	0.038	0.0034	8.9	76.4
MC-WR	ND	0.032	0.034	0.038	0.041	0.033	0.037	0.036	0.0036	10	71.6
MC-LA	ND	0.039	0.041	0.035	0.037	0.041	0.031	0.037	0.0037	10	74.6
MC-LY	ND	0.036	0.037	0.037	0.038	0.036	0.043	0.038	0.0026	6.8	75.8
MC-LW	ND	0.036	0.036	0.035	0.036	0.037	0.043	0.037	0.0031	8.3	74.7
MC-LF	ND	0.032	0.035	0.036	0.031	0.034	0.037	0.034	0.0023	6.8	68.1

注：ND 为未检出。

表 48 海水中浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为节球藻毒素，加标浓度：0.25  $\mu\text{g/L}$ ）

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.244	0.196	0.268	0.221	0.226	0.214	0.228	0.025	11	91.2
MC-YR	ND	0.199	0.178	0.234	0.209	0.217	0.188	0.204	0.020	10	81.6
MC-HtyR	ND	0.194	0.169	0.214	0.205	0.181	0.178	0.190	0.017	9.2	76.1
MC-LR	ND	0.206	0.166	0.203	0.187	0.205	0.194	0.194	0.015	8.0	77.4
MC-WR	ND	0.193	0.180	0.183	0.173	0.179	0.184	0.182	0.0066	3.6	72.8
MC-LA	ND	0.189	0.194	0.210	0.174	0.215	0.206	0.198	0.015	7.7	79.2
MC-LY	ND	0.175	0.165	0.200	0.205	0.188	0.214	0.191	0.019	10	76.5
MC-LW	ND	0.172	0.201	0.217	0.218	0.168	0.202	0.196	0.022	11	78.5
MC-LF	ND	0.162	0.160	0.159	0.159	0.154	0.155	0.158	0.003	2.1	63.2

注：ND 为未检出。

表 49 海水高浓度加标样品精密度和正确度数据表 (内标为节球藻毒素, 加标浓度: 1.80  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.75	1.55	1.70	1.58	1.85	1.76	1.70	0.11	6.7	94.3
MC-YR	ND	1.50	1.35	1.48	1.37	1.59	1.55	1.47	0.095	6.4	81.9
MC-HtyR	ND	1.49	1.32	1.46	1.37	1.50	1.52	1.44	0.079	5.5	80.1
MC-LR	ND	1.51	1.35	1.48	1.36	1.60	1.54	1.47	0.10	6.9	81.9
MC-WR	ND	1.25	1.33	1.23	1.13	1.39	1.29	1.27	0.089	7.0	70.5
MC-LA	ND	1.41	1.23	1.40	1.28	1.48	1.43	1.37	0.095	6.9	76.3
MC-LY	ND	1.13	1.31	1.24	1.41	1.23	1.39	1.28	0.11	8.2	71.4
MC-LW	ND	1.11	1.36	1.21	1.40	1.33	1.58	1.33	0.16	12	74.1
MC-LF	ND	1.26	1.13	1.26	1.14	1.36	1.30	1.24	0.089	7.2	69.0

注: ND 为未检出。

表 50 空白低浓度加标样品精密度和正确度数据表 (内标为亮氨酸脑啡肽, 加标浓度: 0.05  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.043	0.042	0.038	0.046	0.046	0.041	0.043	0.0030	6.9	85.4
MC-YR	ND	0.034	0.036	0.035	0.040	0.030	0.037	0.035	0.0036	10	70.5
MC-HtyR	ND	0.039	0.034	0.039	0.036	0.033	0.040	0.037	0.0030	8.1	74.3
MC-LR	ND	0.032	0.039	0.034	0.041	0.037	0.040	0.037	0.0039	10	74.4
MC-WR	ND	0.034	0.032	0.035	0.037	0.033	0.040	0.035	0.0031	8.8	70.3
MC-LA	ND	0.036	0.037	0.040	0.038	0.030	0.035	0.036	0.0036	10	72.2
MC-LY	ND	0.038	0.030	0.032	0.038	0.037	0.034	0.035	0.0034	10	69.3
MC-LW	ND	0.030	0.032	0.038	0.036	0.032	0.038	0.034	0.0036	10	68.2
MC-LF	ND	0.038	0.041	0.032	0.033	0.041	0.041	0.038	0.0039	10	75.4

注: ND 为未检出。

表 51 空白中浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为亮氨酸脑啡肽, 加标浓度: 0.25  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.201	0.216	0.204	0.198	0.207	0.211	0.206	0.0065	3.1	82.4
MC-YR	ND	0.196	0.205	0.197	0.192	0.208	0.195	0.199	0.0063	3.2	79.5
MC-HtyR	ND	0.217	0.203	0.225	0.212	0.204	0.219	0.213	0.0086	4.0	85.3
MC-LR	ND	0.197	0.192	0.180	0.195	0.190	0.186	0.190	0.0063	3.3	76.0
MC-WR	ND	0.199	0.185	0.175	0.206	0.192	0.185	0.190	0.011	5.9	76.1
MC-LA	ND	0.165	0.159	0.163	0.157	0.178	0.171	0.165	0.0080	4.8	66.2
MC-LY	ND	0.167	0.174	0.161	0.187	0.170	0.186	0.174	0.011	6.1	69.6
MC-LW	ND	0.165	0.146	0.158	0.195	0.190	0.186	0.173	0.020	12	69.4
MC-LF	ND	0.173	0.166	0.163	0.179	0.182	0.158	0.170	0.0096	5.6	68.0

注: ND 为未检出。

表 52 空白高浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为亮氨酸脑啡肽, 加标浓度: 1.80  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.59	1.45	1.57	1.48	1.54	1.56	1.53	0.056	3.6	85.0
MC-YR	ND	1.45	1.41	1.34	1.52	1.24	1.28	1.37	0.11	7.7	76.3
MC-HtyR	ND	1.43	1.55	1.53	1.44	1.45	1.49	1.48	0.052	3.5	82.2
MC-LR	ND	1.49	1.30	1.34	1.37	1.40	1.43	1.39	0.066	4.7	77.2
MC-WR	ND	1.37	1.45	1.49	1.43	1.33	1.51	1.43	0.069	4.8	79.5
MC-LA	ND	1.44	1.35	1.28	1.41	1.42	1.31	1.37	0.064	4.7	76.0
MC-LY	ND	1.32	1.25	1.13	1.20	1.16	1.18	1.21	0.070	5.8	67.2
MC-LW	ND	1.21	1.43	1.28	1.47	1.40	1.32	1.35	0.10	7.3	75.1
MC-LF	ND	1.44	1.34	1.37	1.40	1.36	1.28	1.36	0.054	4.0	75.8

注: ND 为未检出。

表 53 地表水低浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为亮氨酸脑啡肽，加标浓度：  
0.05  $\mu\text{g/L}$ ）

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.041	0.037	0.041	0.045	0.039	0.043	0.041	0.0026	6.3	81.8
MC-YR	ND	0.037	0.034	0.039	0.035	0.036	0.037	0.036	0.0019	5.2	72.5
MC-HtyR	ND	0.032	0.037	0.035	0.045	0.031	0.041	0.037	0.0055	15	73.4
MC-LR	ND	0.034	0.039	0.040	0.039	0.038	0.043	0.039	0.0029	7.4	77.9
MC-WR	ND	0.043	0.039	0.035	0.044	0.038	0.038	0.039	0.0034	8.5	78.9
MC-LA	ND	0.037	0.030	0.031	0.034	0.034	0.038	0.034	0.0030	8.9	67.8
MC-LY	ND	0.038	0.034	0.037	0.036	0.032	0.040	0.036	0.0028	7.6	72.5
MC-LW	ND	0.041	0.037	0.032	0.044	0.031	0.037	0.037	0.0051	14	74.2
MC-LF	ND	0.039	0.038	0.037	0.041	0.032	0.045	0.039	0.0042	11	77.2

注：ND 为未检出。

表 54 地表水中浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为亮氨酸脑啡肽，加标浓度：  
0.25  $\mu\text{g/L}$ ）

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.210	0.225	0.207	0.202	0.211	0.208	0.210	0.0080	3.8	84.2
MC-YR	ND	0.194	0.201	0.205	0.190	0.197	0.188	0.196	0.0066	3.4	78.3
MC-HtyR	ND	0.203	0.198	0.204	0.212	0.198	0.210	0.204	0.0059	2.9	81.6
MC-LR	ND	0.205	0.198	0.211	0.206	0.196	0.204	0.203	0.0056	2.8	81.3
MC-WR	ND	0.198	0.188	0.203	0.195	0.201	0.188	0.195	0.0065	3.3	78.1
MC-LA	ND	0.181	0.171	0.188	0.178	0.185	0.175	0.180	0.0065	3.6	71.8
MC-LY	ND	0.176	0.171	0.191	0.183	0.175	0.164	0.177	0.0095	5.4	70.7
MC-LW	ND	0.200	0.195	0.176	0.193	0.181	0.195	0.190	0.0093	4.9	75.9
MC-LF	ND	0.195	0.201	0.190	0.199	0.204	0.202	0.198	0.0054	2.7	79.4

注：ND 为未检出。

表 55 地表水高浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为亮氨酸脑啡肽，加标浓度：  
1.80  $\mu\text{g/L}$ ）

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.65	1.54	1.60	1.57	1.74	1.44	1.59	0.10	6.4	88.3
MC-YR	ND	1.23	1.33	1.21	1.36	1.28	1.43	1.31	0.081	6.2	72.5
MC-HtyR	ND	1.59	1.66	1.43	1.38	1.69	1.31	1.51	0.16	10	83.9
MC-LR	ND	1.54	1.57	1.39	1.29	1.40	1.68	1.48	0.14	10	82.1
MC-WR	ND	1.56	1.42	1.41	1.37	1.58	1.29	1.44	0.11	7.9	79.9
MC-LA	ND	1.45	1.23	1.51	1.38	1.31	1.49	1.39	0.11	7.8	77.5
MC-LY	ND	1.46	1.25	1.18	1.50	1.36	1.44	1.37	0.13	9.3	75.9
MC-LW	ND	1.30	1.36	1.52	1.44	1.25	1.57	1.41	0.13	9.0	78.2
MC-LF	ND	1.24	1.31	1.47	1.57	1.23	1.43	1.37	0.14	9.9	76.3

注：ND 为未检出。

表 56 地下水低浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为亮氨酸脑啡肽，加标浓度：  
0.05  $\mu\text{g/L}$ ）

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.042	0.046	0.042	0.044	0.045	0.053	0.045	0.0041	9.0	90.6
MC-YR	ND	0.038	0.038	0.030	0.030	0.040	0.033	0.035	0.0042	12	69.5
MC-HtyR	ND	0.045	0.038	0.041	0.044	0.036	0.041	0.041	0.0034	8.4	81.6
MC-LR	ND	0.043	0.037	0.040	0.032	0.036	0.043	0.038	0.0043	11	76.8
MC-WR	ND	0.045	0.039	0.044	0.041	0.043	0.038	0.042	0.0030	7.2	83.3
MC-LA	ND	0.040	0.047	0.036	0.033	0.037	0.035	0.038	0.0050	13	75.6
MC-LY	ND	0.035	0.033	0.042	0.034	0.038	0.036	0.036	0.0032	8.7	72.8
MC-LW	ND	0.040	0.032	0.041	0.038	0.035	0.035	0.037	0.0031	8.4	73.6
MC-LF	ND	0.041	0.043	0.044	0.049	0.044	0.032	0.042	0.0058	14	84.1

注：ND 为未检出。



表 57 地下水中浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为亮氨酸脑啡肽，加标浓度：  
0.25  $\mu\text{g/L}$ ）

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.240	0.228	0.221	0.226	0.232	0.239	0.231	0.0075	3.2	92.4
MC-YR	ND	0.203	0.210	0.199	0.215	0.194	0.189	0.202	0.0097	4.8	80.6
MC-HtyR	ND	0.210	0.198	0.191	0.196	0.214	0.217	0.204	0.010	5.1	81.8
MC-LR	ND	0.198	0.183	0.191	0.201	0.209	0.194	0.196	0.0088	4.5	78.4
MC-WR	ND	0.219	0.199	0.213	0.203	0.219	0.215	0.211	0.0084	4.0	84.6
MC-LA	ND	0.196	0.203	0.190	0.181	0.197	0.193	0.193	0.0073	3.8	77.2
MC-LY	ND	0.174	0.191	0.203	0.159	0.216	0.200	0.190	0.021	11	76.1
MC-LW	ND	0.201	0.197	0.209	0.219	0.163	0.177	0.194	0.021	11	77.7
MC-LF	ND	0.215	0.204	0.226	0.213	0.180	0.187	0.204	0.018	8.7	81.6

注：ND 为未检出。

表 58 地下水高浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为亮氨酸脑啡肽，加标浓度：  
1.80  $\mu\text{g/L}$ ）

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.68	1.76	1.60	1.52	1.58	1.51	1.61	0.10	6.1	89.4
MC-YR	ND	1.36	1.38	1.42	1.10	1.31	1.53	1.35	0.14	11	75.0
MC-HtyR	ND	1.63	1.32	1.29	1.48	1.42	1.50	1.44	0.13	8.7	80.1
MC-LR	ND	1.32	1.44	1.35	1.26	1.28	1.45	1.35	0.080	5.9	75.1
MC-WR	ND	1.28	1.54	1.62	1.42	1.40	1.33	1.43	0.13	9.0	79.6
MC-LA	ND	1.37	1.62	1.31	1.42	1.49	1.33	1.42	0.12	8.2	79.1
MC-LY	ND	1.22	1.47	1.27	1.62	1.38	1.45	1.40	0.14	10	77.9
MC-LW	ND	1.32	1.45	1.38	1.43	1.53	1.57	1.45	0.091	6.3	80.5
MC-LF	ND	1.60	1.37	1.21	1.51	1.16	1.21	1.34	0.18	14	74.7

注：ND 为未检出。

表 59 海水低浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为亮氨酸脑啡肽, 加标浓度: 0.05  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.041	0.051	0.044	0.046	0.039	0.037	0.043	0.0050	12	86.1
MC-YR	ND	0.041	0.042	0.036	0.033	0.035	0.031	0.036	0.0042	12	72.5
MC-HtyR	ND	0.034	0.039	0.036	0.034	0.035	0.039	0.036	0.0025	6.8	72.8
MC-LR	ND	0.033	0.036	0.029	0.034	0.035	0.037	0.034	0.0028	8.3	68.0
MC-WR	ND	0.036	0.041	0.047	0.042	0.045	0.040	0.042	0.0038	9.2	83.3
MC-LA	ND	0.036	0.032	0.042	0.035	0.031	0.033	0.035	0.0040	11	69.2
MC-LY	ND	0.033	0.027	0.029	0.039	0.032	0.038	0.033	0.0046	14	66.1
MC-LW	ND	0.035	0.040	0.044	0.033	0.036	0.034	0.037	0.0041	11	74.2
MC-LF	ND	0.040	0.046	0.038	0.034	0.036	0.038	0.039	0.0040	10	77.2

注: ND 为未检出。

表 60 海水中浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为亮氨酸脑啡肽, 加标浓度: 0.25  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.231	0.217	0.221	0.225	0.234	0.238	0.228	0.0079	3.5	91.1
MC-YR	ND	0.192	0.182	0.203	0.198	0.187	0.182	0.191	0.0089	4.7	76.3
MC-HtyR	ND	0.209	0.192	0.216	0.222	0.204	0.215	0.210	0.011	5.0	83.9
MC-LR	ND	0.210	0.196	0.190	0.185	0.179	0.193	0.192	0.011	5.6	76.9
MC-WR	ND	0.170	0.182	0.191	0.208	0.198	0.170	0.186	0.015	8.1	74.5
MC-LA	ND	0.206	0.211	0.219	0.190	0.205	0.191	0.204	0.011	5.6	81.4
MC-LY	ND	0.174	0.179	0.216	0.205	0.201	0.211	0.198	0.017	8.8	79.1
MC-LW	ND	0.168	0.174	0.158	0.183	0.190	0.191	0.177	0.013	7.4	70.9
MC-LF	ND	0.207	0.224	0.204	0.215	0.213	0.208	0.212	0.0074	3.5	84.7

注: ND 为未检出。

表 61 海水高浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为亮氨酸脑啡肽,加标浓度: 1.80  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.81	1.67	1.52	1.65	1.55	1.77	1.66	0.12	6.9	92.4
MC-YR	ND	1.26	1.43	1.55	1.30	1.17	1.63	1.39	0.18	13	77.1
MC-HtyR	ND	1.74	1.63	1.43	1.50	1.58	1.43	1.55	0.12	7.8	86.2
MC-LR	ND	1.13	1.24	1.27	1.42	1.23	1.16	1.24	0.10	8.2	69.1
MC-WR	ND	1.56	1.54	1.58	1.51	1.42	1.49	1.52	0.059	3.9	84.3
MC-LA	ND	1.48	1.30	1.28	1.40	1.47	1.43	1.39	0.087	6.2	77.4
MC-LY	ND	1.17	1.20	1.37	1.42	1.31	1.13	1.27	0.12	9.2	70.3
MC-LW	ND	1.33	1.25	1.25	1.29	1.49	1.43	1.34	0.10	7.3	74.5
MC-LF	ND	1.50	1.59	1.40	1.29	1.24	1.58	1.43	0.15	10	79.6

注: ND 为未检出。

表 62 空白低浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, d_4$ , 加标浓度: 0.05  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.040	0.043	0.045	0.037	0.041	0.044	0.042	0.0029	7.0	83.0
MC-YR	ND	0.039	0.044	0.037	0.035	0.043	0.039	0.040	0.0035	8.8	79.1
MC-HtyR	ND	0.039	0.036	0.037	0.044	0.041	0.045	0.040	0.0037	9.1	80.9
MC-LR	ND	0.036	0.030	0.041	0.034	0.033	0.038	0.035	0.0039	11	70.6
MC-WR	ND	0.037	0.033	0.040	0.036	0.042	0.034	0.037	0.0035	9.5	73.9
MC-LA	ND	0.030	0.032	0.034	0.039	0.037	0.036	0.035	0.0032	9.2	69.3
MC-LY	ND	0.040	0.034	0.036	0.032	0.038	0.033	0.036	0.0029	8.0	71.2
MC-LW	ND	0.030	0.032	0.038	0.036	0.032	0.038	0.034	0.0036	10	68.2
MC-LF	ND	0.032	0.038	0.030	0.034	0.039	0.037	0.035	0.0035	10	70.0

注: ND 为未检出。

表 63 空白中浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, d_4$ , 加标浓度:  
0.25  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.204	0.211	0.208	0.200	0.215	0.194	0.205	0.0075	3.7	82.1
MC-YR	ND	0.193	0.201	0.188	0.199	0.205	0.190	0.196	0.0067	3.4	78.4
MC-HtyR	ND	0.213	0.208	0.203	0.189	0.210	0.196	0.203	0.0089	4.4	81.3
MC-LR	ND	0.189	0.194	0.186	0.193	0.174	0.188	0.187	0.0070	3.7	74.9
MC-WR	ND	0.190	0.181	0.178	0.197	0.201	0.203	0.192	0.010	5.4	76.7
MC-LA	ND	0.157	0.166	0.160	0.156	0.170	0.179	0.165	0.0090	5.5	65.8
MC-LY	ND	0.171	0.168	0.165	0.178	0.165	0.183	0.172	0.0075	4.3	68.7
MC-LW	ND	0.158	0.152	0.152	0.186	0.199	0.195	0.174	0.022	13	69.5
MC-LF	ND	0.179	0.170	0.185	0.175	0.187	0.185	0.180	0.0066	3.7	72.1

注：ND 为未检出。

表 64 空白高浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, d_4$ , 加标浓度:  
1.80  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.66	1.58	1.48	1.43	1.63	1.53	1.55	0.086	5.5	86.1
MC-YR	ND	1.43	1.46	1.38	1.49	1.27	1.23	1.38	0.10	7.6	76.6
MC-HtyR	ND	1.54	1.41	1.52	1.33	1.54	1.47	1.47	0.082	5.6	81.6
MC-LR	ND	1.41	1.18	1.27	1.38	1.18	1.31	1.29	0.10	7.6	71.6
MC-WR	ND	1.43	1.14	1.25	1.39	1.28	1.49	1.33	0.13	9.8	73.8
MC-LA	ND	1.14	1.11	1.33	1.38	1.03	1.19	1.20	0.13	11	66.4
MC-LY	ND	1.39	1.16	1.10	1.18	1.29	1.15	1.21	0.11	9.1	67.3
MC-LW	ND	1.26	1.39	1.33	1.16	1.21	1.23	1.26	0.083	6.6	70.2
MC-LF	ND	1.23	1.14	1.22	1.31	1.43	1.29	1.27	0.10	7.9	70.5

注：ND 为未检出。

表 65 地表水低浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2$ ,  $d_4$ , 加标浓度：0.05  $\mu\text{g/L}$ ）

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.034	0.038	0.043	0.041	0.048	0.038	0.041	0.0049	12	81.1
MC-YR	ND	0.037	0.041	0.043	0.039	0.034	0.040	0.039	0.0034	8.6	78.0
MC-HtyR	ND	0.043	0.042	0.039	0.046	0.031	0.038	0.040	0.0055	14	79.5
MC-LR	ND	0.029	0.041	0.033	0.030	0.034	0.035	0.034	0.0042	12	67.5
MC-WR	ND	0.037	0.035	0.043	0.033	0.036	0.037	0.037	0.0034	9.1	73.9
MC-LA	ND	0.040	0.039	0.038	0.032	0.043	0.031	0.037	0.0047	13	74.2
MC-LY	ND	0.027	0.033	0.038	0.032	0.039	0.027	0.033	0.0051	16	65.8
MC-LW	ND	0.032	0.037	0.039	0.028	0.033	0.043	0.035	0.0055	16	70.6
MC-LF	ND	0.038	0.034	0.041	0.041	0.037	0.042	0.039	0.0030	7.6	77.5

注：ND 为未检出。

表 66 地表水中浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2$ ,  $d_4$ , 加标浓度：0.25  $\mu\text{g/L}$ ）

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.213	0.223	0.204	0.215	0.220	0.206	0.213	0.0074	3.5	85.3
MC-YR	ND	0.185	0.213	0.203	0.189	0.190	0.178	0.193	0.013	6.6	77.3
MC-HtyR	ND	0.199	0.204	0.205	0.201	0.201	0.215	0.204	0.0057	2.8	81.7
MC-LR	ND	0.182	0.191	0.174	0.194	0.190	0.196	0.188	0.0083	4.4	75.1
MC-WR	ND	0.210	0.190	0.196	0.186	0.195	0.199	0.196	0.0081	4.1	78.4
MC-LA	ND	0.173	0.172	0.186	0.182	0.194	0.186	0.182	0.0087	4.8	72.8
MC-LY	ND	0.174	0.194	0.164	0.171	0.178	0.186	0.178	0.011	6.0	71.1
MC-LW	ND	0.182	0.192	0.202	0.166	0.156	0.161	0.176	0.018	10	70.6
MC-LF	ND	0.195	0.164	0.178	0.186	0.199	0.193	0.186	0.013	7.0	74.4

注：ND 为未检出。

表 67 地表水高浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为环孢菌素-A, <sup>13</sup>C<sub>2</sub>, d<sub>4</sub>, 加标浓度：1.80 μg/L）

目标化合物	实际样品 测定值 (μg/L)	测定结果 (μg/L)						平均值 $\bar{x}_i$ (μg/L)	标准偏差 $S_i$ (μg/L)	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.49	1.73	1.71	1.50	1.65	1.47	1.59	0.12	7.4	88.4
MC-YR	ND	1.41	1.47	1.35	1.60	1.69	1.46	1.50	0.13	8.4	83.1
MC-HtyR	ND	1.55	1.52	1.39	1.58	1.60	1.50	1.52	0.074	4.9	84.5
MC-LR	ND	1.47	1.64	1.62	1.58	1.53	1.51	1.56	0.066	4.3	86.6
MC-WR	ND	1.36	1.20	1.52	1.43	1.44	1.60	1.43	0.14	10	79.3
MC-LA	ND	1.53	1.56	1.33	1.53	1.50	1.37	1.47	0.10	6.7	81.6
MC-LY	ND	1.48	1.19	1.27	1.39	1.36	1.33	1.34	0.10	7.7	74.2
MC-LW	ND	1.46	1.33	1.35	1.42	1.52	1.28	1.39	0.090	6.5	77.4
MC-LF	ND	1.26	1.17	1.23	1.33	1.41	1.10	1.25	0.11	9.0	69.5

注：ND 为未检出。

表 68 地下水低浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为环孢菌素-A, <sup>13</sup>C<sub>2</sub>, d<sub>4</sub>, 加标浓度：0.05 μg/L）

目标化合物	实际样品 测定值 (μg/L)	测定结果 (μg/L)						平均值 $\bar{x}_i$ (μg/L)	标准偏差 $S_i$ (μg/L)	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.039	0.042	0.038	0.040	0.042	0.048	0.042	0.0037	9.0	83.0
MC-YR	ND	0.034	0.038	0.030	0.030	0.040	0.033	0.034	0.0040	12	68.4
MC-HtyR	ND	0.045	0.038	0.041	0.044	0.036	0.041	0.041	0.0034	8.4	81.6
MC-LR	ND	0.046	0.039	0.043	0.034	0.038	0.046	0.041	0.0046	11	81.9
MC-WR	ND	0.044	0.039	0.043	0.040	0.043	0.037	0.041	0.0029	7.2	82.0
MC-LA	ND	0.040	0.047	0.036	0.033	0.037	0.035	0.038	0.0050	13	75.6
MC-LY	ND	0.035	0.033	0.042	0.034	0.038	0.036	0.036	0.0032	8.7	72.8
MC-LW	ND	0.040	0.032	0.041	0.038	0.035	0.035	0.037	0.0031	8.4	73.6
MC-LF	ND	0.038	0.040	0.041	0.045	0.041	0.029	0.039	0.0053	14	77.8

注：ND 为未检出。

表 69 地下水中浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为环孢菌素-A, <sup>13</sup>C<sub>2</sub>, d<sub>4</sub>, 加标浓度：0.25 μg/L）

目标化合物	实际样品 测定值 (μg/L)	测定结果 (μg/L)						平均值 $x_i$ (μg/L)	标准偏差 $S_i$ (μg/L)	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.212	0.199	0.232	0.223	0.215	0.218	0.216	0.011	5.1	86.6
MC-YR	ND	0.190	0.194	0.196	0.206	0.188	0.170	0.190	0.012	6.3	76.2
MC-HtyR	ND	0.204	0.214	0.178	0.188	0.204	0.217	0.201	0.015	7.5	80.3
MC-LR	ND	0.195	0.213	0.224	0.203	0.226	0.211	0.212	0.012	5.7	84.7
MC-WR	ND	0.200	0.202	0.224	0.219	0.198	0.211	0.209	0.011	5.1	83.6
MC-LA	ND	0.212	0.196	0.188	0.194	0.191	0.193	0.195	0.0085	4.3	78.2
MC-LY	ND	0.164	0.183	0.203	0.175	0.192	0.210	0.188	0.017	9.2	75.1
MC-LW	ND	0.192	0.201	0.172	0.203	0.189	0.205	0.194	0.012	6.4	77.5
MC-LF	ND	0.191	0.174	0.165	0.193	0.165	0.181	0.178	0.012	6.9	71.3

注：ND 为未检出。

表 70 地下水高浓度加标样品精密度和正确度数据表（内标为环孢菌素-A, <sup>13</sup>C<sub>2</sub>, d<sub>4</sub>, 加标浓度：1.80 μg/L）

目标化合物	实际样品 测定值 (μg/L)	测定结果 (μg/L)						平均值 $x_i$ (μg/L)	标准偏差 $S_i$ (μg/L)	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.62	1.56	1.54	1.44	1.58	1.50	1.54	0.064	4.1	85.6
MC-YR	ND	1.57	1.50	1.63	1.44	1.47	1.26	1.48	0.13	8.6	82.1
MC-HtyR	ND	1.26	1.48	1.57	1.52	1.59	1.45	1.48	0.12	7.9	82.2
MC-LR	ND	1.56	1.60	1.65	1.45	1.54	1.68	1.58	0.084	5.3	87.8
MC-WR	ND	1.48	1.30	1.39	1.21	1.45	1.39	1.37	0.10	7.2	76.0
MC-LA	ND	1.48	1.44	1.53	1.30	1.41	1.38	1.42	0.081	5.7	79.0
MC-LY	ND	1.33	1.20	1.52	1.58	1.45	1.42	1.42	0.14	9.5	78.7
MC-LW	ND	1.50	1.44	1.31	1.41	1.19	1.24	1.35	0.12	9.0	75.0
MC-LF	ND	1.16	1.00	1.30	1.28	1.06	1.20	1.17	0.12	10	64.8

注：ND 为未检出。

表 71 海水低浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, d_4$ , 加标浓度:  
0.05  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.040	0.037	0.042	0.048	0.043	0.043	0.042	0.0039	9.1	84.3
MC-YR	ND	0.030	0.037	0.030	0.041	0.043	0.039	0.037	0.0054	15	73.9
MC-HtyR	ND	0.029	0.036	0.041	0.033	0.039	0.039	0.036	0.0045	12	72.5
MC-LR	ND	0.035	0.033	0.044	0.037	0.035	0.032	0.036	0.0040	11	72.1
MC-WR	ND	0.032	0.034	0.030	0.037	0.025	0.038	0.033	0.0047	14	65.0
MC-LA	ND	0.030	0.033	0.031	0.036	0.034	0.031	0.033	0.0024	7.2	65.1
MC-LY	ND	0.037	0.029	0.033	0.034	0.039	0.041	0.036	0.0043	12	71.1
MC-LW	ND	0.036	0.032	0.039	0.030	0.035	0.033	0.034	0.0030	8.9	68.4
MC-LF	ND	0.034	0.031	0.039	0.044	0.037	0.032	0.036	0.0049	14	72.5

注：ND 为未检出。

表 72 海水中浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, d_4$ , 加标浓度:  
0.25  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.187	0.218	0.204	0.220	0.228	0.206	0.210	0.015	6.9	84.2
MC-YR	ND	0.194	0.167	0.175	0.185	0.183	0.172	0.179	0.0098	5.5	71.7
MC-HtyR	ND	0.203	0.182	0.188	0.201	0.209	0.220	0.200	0.014	7.0	80.1
MC-LR	ND	0.217	0.211	0.219	0.193	0.207	0.202	0.208	0.0096	4.6	83.3
MC-WR	ND	0.170	0.171	0.159	0.190	0.179	0.187	0.176	0.012	6.7	70.4
MC-LA	ND	0.170	0.187	0.206	0.177	0.162	0.183	0.181	0.015	8.5	72.4
MC-LY	ND	0.165	0.175	0.179	0.191	0.196	0.198	0.184	0.013	7.2	73.6
MC-LW	ND	0.180	0.171	0.194	0.199	0.177	0.163	0.181	0.014	7.6	72.2
MC-LF	ND	0.199	0.188	0.206	0.186	0.200	0.191	0.195	0.0079	4.1	78.0

注：ND 为未检出。



表 73 海水高浓度加标样品精密度和正确度数据表(内标为环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2$ ,  $d_4$ , 加标浓度: 1.80  $\mu\text{g/L}$ )

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.59	1.49	1.38	1.69	1.52	1.63	1.55	0.11	7.2	86.1
MC-YR	ND	1.36	1.26	1.47	1.50	1.32	1.54	1.41	0.11	7.9	78.3
MC-HtyR	ND	1.60	1.55	1.35	1.45	1.29	1.39	1.44	0.12	8.2	79.9
MC-LR	ND	1.35	1.51	1.35	1.56	1.32	1.50	1.43	0.10	7.1	79.5
MC-WR	ND	1.35	1.40	1.24	1.19	1.63	1.23	1.34	0.16	12	74.6
MC-LA	ND	1.18	1.23	1.30	1.27	1.14	1.32	1.24	0.069	5.6	68.9
MC-LY	ND	1.41	1.15	1.19	1.25	1.18	1.13	1.22	0.10	8.5	67.8
MC-LW	ND	1.32	1.11	1.43	1.17	1.30	1.33	1.28	0.12	9.2	71.0
MC-LF	ND	1.28	1.42	1.57	1.36	1.49	1.56	1.45	0.11	7.8	80.4

注：ND 为未检出。

## 5.14 质量保证和质量控制

### 5.14.1 空白试验

每 20 个或每批次样品 (少于 20 个) 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。

### 5.14.2 校准

参考 HJ 168-2020 的要求, 标准系列至少配制 6 个校准点 (包括零浓度), 所有定量的目标化合物相对响应因子 (RRF) 的 RSD 应  $\leq 20\%$ ; 标准曲线的相关系数  $r \geq 0.999$ , 否则应重新绘制标准曲线; 由于 6 家实验室的目标化合物相对响应因子 (RRF) 的 RSD 最大为 19%, 相关系数只能达到  $r \geq 0.990$ , 因此规定: 目标化合物相对响应因子 (RRF) 的 RSD  $\leq 30\%$ , 或者标准曲线相关系数  $r \geq 0.990$ 。

由于 6 家实验室标准曲线中间浓度点, 其测定结果相对误差最大为 16%, 其他浓度点, 其测定结果相对误差最大为 26.9%, 故规定每 20 个或每批次样品 (少于 20 个) 应分析 1 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误差应在  $\pm 30\%$  以内, 否则应重新建立标准曲线。

### 5.14.3 平行样

6 家实验室内各目标化合物相对标准偏差范围为 0.75%~26%, 参照《化学分析方法验证确认和内部质量控制要求》(GB/T 32465-2015) 中检测过程质量控制要求, 因此规定: 每 20 个或每批次样品 (少于 20 个) 应至少分析 1 个平行样, 平行样测定结果的相对偏差应在  $\pm 30\%$  以内。

#### 5.14.4 基体加标

6家实验室内各目标化合物加标回收率范围为42.4%~124%，参照《化学分析方法验证确认和内部质量控制要求》(GB/T 32465-2015)中检测过程质量控制的要求，因此规定：每20个或每批次样品(少于20个)应至少分析1个基体加标样品，加标回收率应在50%~130%之间。

### 6 方法验证

#### 6.1 方法验证方案

##### 6.1.1 验证单位及验证人员情况

本标准按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2020)的规定，选择不同区域的6家有资质的实验室进行方法验证。

6家验证实验室分别为：1 浙江省生态环境监测中心，2 江苏省环境监测中心，3 国家环境分析测试中心，4 天津市生态环境监测中心，5 青海省生态环境监测中心，6 海南省生态环境监测中心，具体验证实验室及验证人员的基本情况，见表74。

表74 参与方法验证的实验室、验证人员的基本情况

单位	姓名	性别	年龄	职称或职务	所学专业	从事分析工作年限(年)
浙江省生态环境监测中心	刘铮铮	女	39	高级工程师	化学	14
	何士冲	男	38	工程师	环境科学	3
江苏省环境监测中心	孙慧婧	女	35	工程师	药物分析学	9
	张蓓蓓	女	39	高级工程师	药物分析学	15
国家环境分析测试中心	刘承友	男	29	工程师	化学工艺	5
	郭婧	女	38	高级工程师	环境科学	16
	张利飞	男	43	研究员	环境科学	16
天津市生态环境监测中心	张静	女	34	高级工程师	环境工程	4
	刘殿甲	男	35	工程师	有机化学	8
青海省生态环境监测中心	李红红	女	32	工程师	物理化学	5
	邓玉兰	女	29	助理工程师	化学	2
	柳春辉	男	31	工程师	环境工程	9
海南省生态环境监测中心	吴艳	女	32	工程师	环境科学	10
	黄丹瑜	女	29	助理工程师	化学	1
	刘建卓	男	27	助理工程师	化学	1

### 6.1.2 方法验证方案

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）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正确度的主要因素和数理统计学的要求，编制方法验证方案，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，其中样品类型主要为空白（实验用水）、地表水（重庆汉丰湖）、地下水（重庆某溶洞）和海水（海南某海域）的统一样品。验证单位按HJ 168-2020要求完成方法验证报告，方法验证报告主要包括检出限、精密度、正确度等验证数据。

方法验证前，由标准编制组编写方法验证的作业指导书，使参加验证的操作人员熟悉和掌握方法原理、操作步骤及流程（必要时提供培训）。由标准制订承担单位统一准备及发放高中低浓度的标准样品和实际样品。参加验证的操作人员及标准编制组应按要求如实填写《方法验证报告》中的“原始测试数据表”。标准编制组根据方法验证数据及统计、分析、评估结果，最终形成《方法验证报告》。

#### （1）分析条件

##### a、液相色谱仪参考条件

流速：0.4 ml/min；柱温：35 ℃；进样体积：直接进样法20 μl，固相萃取法10 μl；流动相A：0.1%甲酸溶液，流动相B：乙腈，具体参数见表75。

表 75 梯度洗脱程序

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)	流速 (ml/min)
0	70	30	0.4
1	70	30	0.4
8	40	60	0.4
10	0	100	0.4
14	0	100	0.4
16	70	30	0.4
20	70	30	0.4

##### b、质谱仪参考条件

离子源：ESI<sup>+</sup>；多反应监测（MRM）；毛细管温度 350.0 ℃；喷雾电压（spray voltage）3500 V；鞘气（N<sub>2</sub>）流速：45 L/min；辅助气（N<sub>2</sub>）流速：15 L/min。MCs 的多反应监测条件见表 76。

表 76 目标化合物的多反应监测条件

序号	目标化合物	保留时间 (min)	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	锥孔电压 (eV)	碰撞能量 (eV)
1	亮氨酸脑啡肽（内标 1）	1.48	555.9	119.8	92	33
				135.8*		42

序号	目标化合物	保留时间 (min)	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	锥孔电压 (eV)	碰撞能量 (eV)
2	MC-RR	2.89	519.8	134.9*	87	25
				103.1		40
3	节球藻毒素 (内标 2)	3.67	825.0	134.9*	132	50
				226.7		51
4	MC-YR	4.16	523.1	135.1*	78	15
				103.1		35
5	MC-HtyR	4.26	530.3	134.9*	70	12
				103.0		59
6	MC-LR	4.44	498.4	135.0*	74	15
				103.1		48
7	MC-WR	4.90	534.7	134.9*	72	15
				103.1		60
8	MC-LA	6.62	910.4	776.2*	107	16
				135.1		40
9	MC-LY	6.90	1002.2	374.9*	107	33
				135.1		55
10	MC-LW	8.11	1025.4	375.1*	117	35
				135.1		50
11	MC-LF	8.44	985.9	852.0*	95	18
				135.0		50
12	环孢菌素 -A, <sup>13</sup> C <sub>2</sub> ,d <sub>4</sub> (内标 3)	11.23	604.3	100.1*	69	30
				198.8		40

注 1: 带\*的为定量离子, 另一个为定性离子;  
注 2: 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。

### (2) 标准系列溶液配制

直接进样法: 移取适量的微囊藻毒素标准使用液, 用实验用水稀释, 配制标准系列溶液, 标准溶液中微囊藻毒素的质量浓度分别为 0.5 µg/L、1.0 µg/L、2.0 µg/L、5.0 µg/L、10.0 µg/L、20.0 µg/L 和 50.0 µg/L, 每毫升标准系列溶液中加入 10.0 µl 内标使用液, 混匀待测。

固相萃取法: 移取适量的微囊藻毒素标准使用液, 用 30% 甲醇溶液稀释, 配制标准系列溶液, 标准溶液中微囊藻毒素的质量浓度分别为 5.0 µg/L、10.0 µg/L、20.0 µg/L、50.0 µg/L、100 µg/L、200 µg/L 和 400 µg/L, 每毫升标准系列溶液中加入 20.0 µl 内标使用液, 混匀待测。

### (3) 方法检出限及测定下限

直接进样法中采用浓度为 1.00 µg/L 的空白加标样品平行测定 7 次, 固相萃取法中采用浓度为 0.05 µg/L 的空白加标样品平行测定 7 次。测定结果的平均值与检出限的比值应在 3~5 之间。计算平均值、标准偏差、相对标准偏差等, 得到检出限和测定下限等各项参数。检出限按式 (11) 计算。

$$MDL = S \times t_{(n-1, 0.99)} \quad (11)$$

式中：MDL——方法检出限；

$n$ ——样品的平行测定次数；

$t$ ——自由度为  $n-1$ ，置信度为 99% 时的  $t$  分布值（单侧）；

$S$ —— $n$  次平行测定的标准偏差。

方法检出限为 6 家实验室中各目标化合物检出限的最大值。

测定下限为方法检出限的 4 倍。

#### （4）精密度

直接进样法：选取空白（实验用水）、地表水、地下水和海水进行加标试验，加标浓度为 1.00  $\mu\text{g/L}$ 、10.0  $\mu\text{g/L}$  和 45.0  $\mu\text{g/L}$ ，每个浓度分别做 6 次平行测定，测定结果剔除离群值后，计算平均值、标准偏差、相对标准偏差、重复性限和再现性限等。

固相萃取法：选取空白（实验用水）、地表水、地下水和海水进行加标试验，加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$ ，每个浓度分别做 6 次平行测定，测定结果剔除离群值后，计算平均值、标准偏差、相对标准偏差、重复性限和再现性限等。

#### （5）正确度

直接进样法：选取空白（实验用水）、地表水、地下水和海水进行加标试验，加标浓度为 1.00  $\mu\text{g/L}$ 、10.0  $\mu\text{g/L}$  和 45.0  $\mu\text{g/L}$ ，每个浓度分别做 6 次平行测定，对测定结果剔除离群值后，计算平均值、加标回收率。

固相萃取法：选取空白（实验用水）、地表水、地下水和海水进行加标试验，加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$ ，每个浓度分别做 6 次平行测定，对测定结果剔除离群值后，计算平均值、加标回收率。

编制组对 6 家实验室的数据进行汇总统计分析，得到方法检出限、测定下限、精密度和正确度。

## 6.2 方法验证过程

### 6.2.1 方法验证的主要工作过程

（1）方法验证单位的确定。不同品牌、不同型号的液相色谱-质谱仪的灵敏度可能会有差异。编制组综合考虑资质、仪器配备情况，筛选了不同品牌仪器、南北不同区域的 6 家有资质的实验室进行方法验证。在方法验证前，对参加验证的实验人员进行了必要的培训，培训内容主要为方法原理、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均符合标准的相关要求。6 家验证实验室依据《水质 微囊藻毒素的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》验证方案，进行检出限、测定下限、精密度和正确度的验证试验，并按照约定的时间提交了验证报告。

（2）方法验证开展情况。2020 年 10 月~11 月，6 家验证单位分别进行了方法检出限的试验，进行了空白、地表水和地下水的低、中浓度加标以及湖水低、中、高浓度加标样品的精密度和正确度验证；2021 年 7 月~8 月，6 家验证单位分别补充了空白高浓度加标样品的精密度和正确度验证；2022 年 3 月专家研讨会提出之前的验证只分析了溶解态的微囊藻毒素，应该做全量分析，建议补充直接进样法和另外两种内标的验证，并增加海水的验证。编制组于 2022 年 7 月~9 月，组织 6 家验证单位重新进行了直接进样法及固相萃取法的方法验证，验证内容均包括：方法检出限，空白、地表水、地下水和海水的低、中、

高浓度加标样品的精密度和正确度验证。

(3) 《方法验证报告》见附件。

### 6.2.2 方法验证数据的取舍

(1) 方法检出限：方法检出限为6家实验室中各目标化合物检出限的最大值。

(2) 测定下限：方法检出限的4倍。

(3) 编制组在统计6家实验室的方法验证数据时，依照《测量方法与结果的准确度》(GB/T 6379.2-2004)进行格拉布斯检验，所有数据均无离群值，所有数据均被保留。

(4) 精密度和正确度的统计结果能满足方法特性指标要求。

### 6.3 方法验证结论

编制组统计了6家实验室的方法验证数据，结果如下：

(1) 检出限及测定下限

汇总了6家实验室方法验证的检出限测试数据，直接进样法的检出限为0.2 μg/L~0.4 μg/L，测定下限为0.8 μg/L~1.6 μg/L；固相萃取法的检出限为0.01 μg/L~0.02 μg/L，测定下限为0.04 μg/L~0.08 μg/L，测定下限满足环境质量标准对微囊藻毒素的限值规定。

(2) 精密度

#### ① 直接进样法

6家实验室分别对加标浓度为1.00 μg/L、10.0 μg/L和45.0 μg/L的空白样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为4.4%~13%、1.2%~18%和1.0%~20%；实验室间相对标准偏差分别为9.1%~14%、6.4%~15%和8.2%~16%；重复性限分别为0.17 μg/L~0.21 μg/L、1.8 μg/L~2.5 μg/L和4.4 μg/L~9.9 μg/L；再现性限分别为0.26 μg/L~0.40 μg/L、2.5 μg/L~3.9 μg/L和10 μg/L~19 μg/L。

6家实验室分别对加标浓度为1.00 μg/L、10.0 μg/L和45.0 μg/L的地表水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为1.7%~19%、1.9%~19%和0.76%~19%；实验室间相对标准偏差分别为6.4%~18%、7.5%~16%和11%~17%；重复性限分别为0.15 μg/L~0.32 μg/L、1.6 μg/L~2.8 μg/L和8.1 μg/L~13 μg/L；再现性限分别为0.27 μg/L~0.46 μg/L、2.4 μg/L~4.6 μg/L和13 μg/L~22 μg/L。

6家实验室分别对加标浓度为1.00 μg/L、10.0 μg/L和45.0 μg/L的地下水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为1.7%~20%、1.1%~18%和3.3%~18%；实验室间相对标准偏差分别为8.0%~17%、6.1%~16%和7.5%~16%；重复性限分别为0.16 μg/L~0.31 μg/L、1.8 μg/L~2.5 μg/L和12 μg/L~15 μg/L；再现性限分别为0.27 μg/L~0.47 μg/L、2.1 μg/L~4.4 μg/L和10 μg/L~20 μg/L。

6家实验室分别对加标浓度为1.00 μg/L、10.0 μg/L和45.0 μg/L的海水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为4.8%~19%、2.4%~19%和1.1%~19%；实验室间相对标准偏差分别为7.8%~17%、8.9%~16%和8.8%~16%；重复性限分别为0.22 μg/L~0.32 μg/L、1.6 μg/L~2.9 μg/L和7.0 μg/L~15 μg/L；再现性限分别为0.28 μg/L~0.47 μg/L、2.8 μg/L~4.3 μg/L和13 μg/L~21 μg/L。

#### ② 固相萃取法

1) 以节球藻毒素为内标

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的空白样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为5.5%~11%、2.8%~19%和1.3%~18%；实验室间相对标准偏差分别为4.8%~15%、8.0%~14%和11%~15%；重复性限分别为0.0074 µg/L~0.010 µg/L、0.034 µg/L~0.067 µg/L和0.32 µg/L~0.42 µg/L；再现性限分别为0.0087 µg/L~0.019 µg/L、0.065 µg/L~0.11 µg/L和0.56 µg/L~0.74 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的地表水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为1.3%~18%、0.75%~20%和4.4%~26%；实验室间相对标准偏差分别为9.0%~24%、7.1%~21%和12%~23%；重复性限分别为0.0045 µg/L~0.015 µg/L、0.032 µg/L~0.070 µg/L和0.31 µg/L~0.57 µg/L；再现性限分别为0.012 µg/L~0.028 µg/L、0.052 µg/L~0.14 µg/L和0.60 µg/L~1.1 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的地下水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为3.0%~22%、2.2%~19%和2.7%~25%；实验室间相对标准偏差分别为8.2%~26%、8.6%~21%和11%~19%；重复性限分别为0.011 µg/L~0.020 µg/L、0.038 µg/L~0.093 µg/L和0.30 µg/L~0.62 µg/L；再现性限分别为0.016 µg/L~0.033 µg/L、0.064 µg/L~0.15 µg/L和0.56 µg/L~0.86 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的海水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为1.5%~17%、2.1%~20%和1.2%~21%；实验室间相对标准偏差分别为11%~26%、9.5%~23%和11%~23%；重复性限分别为0.0042 µg/L~0.013 µg/L、0.040 µg/L~0.069 µg/L和0.19 µg/L~0.48 µg/L；再现性限分别为0.015 µg/L~0.031 µg/L、0.073 µg/L~0.14 µg/L和0.56 µg/L~1.0 µg/L。

## 2) 以亮氨酸脑啡肽为内标

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的空白样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为5.0%~11%、2.2%~23%和1.4%~21%；实验室间相对标准偏差分别为5.7%~21%、4.6%~17%和10%~18%；重复性限分别为0.0081 µg/L~0.0098 µg/L、0.036 µg/L~0.071 µg/L和0.31 µg/L~0.62 µg/L；再现性限分别为0.010 µg/L~0.027 µg/L、0.043 µg/L~0.12 µg/L和0.50 µg/L~0.89 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的地表水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为0.86%~24%、1.5%~18%和3.8%~19%；实验室间相对标准偏差分别为5.2%~20%、3.6%~20%和10%~23%；重复性限分别为0.0031 µg/L~0.014 µg/L、0.023 µg/L~0.057 µg/L和0.29 µg/L~0.52 µg/L；再现性限分别为0.0064 µg/L~0.027 µg/L、0.032 µg/L~0.12 µg/L和0.51 µg/L~1.0 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的地下水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为1.5%~21%、1.5%~18%和4.1%~22%；实验室间相对标准偏差分别为8.0%~21%、3.1%~23%和8.7%~20%；重复性限分别为0.0066 µg/L~0.014 µg/L、0.034 µg/L~0.078 µg/L和0.29 µg/L~0.71 µg/L；再现性限分别为0.011 µg/L~0.028 µg/L、0.046 µg/L~0.14 µg/L和0.43 µg/L~0.89 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的海水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为2.2%~20%、1.5%~23%和0.82%~19%；实验室间相对标准偏差分别为5.4%~25%、2.8%~23%和10%~22%；重复性限分别为0.0049

$\mu\text{g/L} \sim 0.013 \mu\text{g/L}$ 、 $0.034 \mu\text{g/L} \sim 0.071 \mu\text{g/L}$  和  $0.22 \mu\text{g/L} \sim 0.54 \mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为  $0.0076 \mu\text{g/L} \sim 0.030 \mu\text{g/L}$ 、 $0.035 \mu\text{g/L} \sim 0.14 \mu\text{g/L}$  和  $0.52 \mu\text{g/L} \sim 1.0 \mu\text{g/L}$ 。

3) 以环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, d_4$  为内标

6家实验室分别对加标浓度为 $0.05 \mu\text{g/L}$ 、 $0.25 \mu\text{g/L}$ 和 $1.80 \mu\text{g/L}$ 的空白样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 $4.9\% \sim 12\%$ 、 $4.2\% \sim 19\%$ 和 $0.82\% \sim 17\%$ ；实验室间相对标准偏差分别为 $5.3\% \sim 16\%$ 、 $4.1\% \sim 19\%$ 和 $9.3\% \sim 18\%$ ；重复性限分别为 $0.0077 \mu\text{g/L} \sim 0.010 \mu\text{g/L}$ 、 $0.040 \mu\text{g/L} \sim 0.067 \mu\text{g/L}$ 和 $0.24 \mu\text{g/L} \sim 0.45 \mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 $0.0093 \mu\text{g/L} \sim 0.021 \mu\text{g/L}$ 、 $0.060 \mu\text{g/L} \sim 0.13 \mu\text{g/L}$ 和 $0.41 \mu\text{g/L} \sim 0.79 \mu\text{g/L}$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 $0.05 \mu\text{g/L}$ 、 $0.25 \mu\text{g/L}$ 和 $1.80 \mu\text{g/L}$ 的地表水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 $1.6\% \sim 26\%$ 、 $0.87\% \sim 18\%$ 和 $3.7\% \sim 19\%$ ；实验室间相对标准偏差分别为 $6.5\% \sim 18\%$ 、 $8.6\% \sim 21\%$ 和 $4.6\% \sim 17\%$ ；重复性限分别为 $0.0038 \mu\text{g/L} \sim 0.015 \mu\text{g/L}$ 、 $0.033 \mu\text{g/L} \sim 0.061 \mu\text{g/L}$ 和 $0.32 \mu\text{g/L} \sim 0.55 \mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 $0.011 \mu\text{g/L} \sim 0.023 \mu\text{g/L}$ 、 $0.061 \mu\text{g/L} \sim 0.12 \mu\text{g/L}$ 和 $0.47 \mu\text{g/L} \sim 0.80 \mu\text{g/L}$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 $0.05 \mu\text{g/L}$ 、 $0.25 \mu\text{g/L}$ 和 $1.80 \mu\text{g/L}$ 的地下水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 $3.3\% \sim 24\%$ 、 $3.3\% \sim 20\%$ 和 $4.1\% \sim 26\%$ ；实验室间相对标准偏差分别为 $11\% \sim 18\%$ 、 $5.9\% \sim 18\%$ 和 $10\% \sim 19\%$ ；重复性限分别为 $0.011 \mu\text{g/L} \sim 0.015 \mu\text{g/L}$ 、 $0.044 \mu\text{g/L} \sim 0.081 \mu\text{g/L}$ 和 $0.35 \mu\text{g/L} \sim 0.61 \mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 $0.016 \mu\text{g/L} \sim 0.023 \mu\text{g/L}$ 、 $0.053 \mu\text{g/L} \sim 0.13 \mu\text{g/L}$ 和 $0.50 \mu\text{g/L} \sim 0.87 \mu\text{g/L}$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 $0.05 \mu\text{g/L}$ 、 $0.25 \mu\text{g/L}$ 和 $1.80 \mu\text{g/L}$ 的海水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 $1.1\% \sim 27\%$ 、 $1.6\% \sim 23\%$ 和 $2.3\% \sim 19\%$ ；实验室间相对标准偏差分别为 $10\% \sim 26\%$ 、 $11\% \sim 25\%$ 和 $6.1\% \sim 18\%$ ；重复性限分别为 $0.011 \mu\text{g/L} \sim 0.016 \mu\text{g/L}$ 、 $0.050 \mu\text{g/L} \sim 0.070 \mu\text{g/L}$ 和 $0.28 \mu\text{g/L} \sim 0.42 \mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 $0.015 \mu\text{g/L} \sim 0.034 \mu\text{g/L}$ 、 $0.086 \mu\text{g/L} \sim 0.15 \mu\text{g/L}$ 和 $0.45 \mu\text{g/L} \sim 0.81 \mu\text{g/L}$ 。

### (3) 正确度

#### ①直接进样法

6家实验室分别对加标浓度为 $1.00 \mu\text{g/L}$ 、 $10.0 \mu\text{g/L}$ 和 $45.0 \mu\text{g/L}$ 的空白样品进行了6次重复测定：加标回收率范围分别为 $67.4\% \sim 107\%$ 、 $64.7\% \sim 105\%$ 和 $66.7\% \sim 116\%$ ，加标回收率最终值分别为 $(76.1 \pm 14)\% \sim (90.1 \pm 26)\%$ 、 $(80.2 \pm 19)\% \sim (89.7 \pm 20)\%$ 和 $(73.4 \pm 18)\% \sim (94.9 \pm 26)\%$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 $1.00 \mu\text{g/L}$ 、 $10.0 \mu\text{g/L}$ 和 $45.0 \mu\text{g/L}$ 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 $57.9\% \sim 104\%$ 、 $63.4\% \sim 109\%$ 和 $63.1\% \sim 118\%$ ，加标回收率最终值分别为 $(75.4 \pm 20)\% \sim (90.9 \pm 17)\%$ 、 $(77.8 \pm 22)\% \sim (86.7 \pm 28)\%$ 和 $(77.4 \pm 23)\% \sim (92.2 \pm 30)\%$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 $1.00 \mu\text{g/L}$ 、 $10.0 \mu\text{g/L}$ 和 $45.0 \mu\text{g/L}$ 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 $58.4\% \sim 102\%$ 、 $59.0\% \sim 108\%$ 和 $62.7\% \sim 113\%$ ，加标回收率最终值分别为 $(74.3 \pm 20)\% \sim (85.4 \pm 23)\%$ 、 $(73.9 \pm 18)\% \sim (83.5 \pm 22)\%$ 和 $(75.0 \pm 14)\% \sim (90.0 \pm 28)\%$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 $1.00 \mu\text{g/L}$ 、 $10.0 \mu\text{g/L}$ 和 $45.0 \mu\text{g/L}$ 的海水样品进行了6次重复测定：加标回收率范围分别为 $61.7\% \sim 107\%$ 、 $66.8\% \sim 112\%$ 和 $64.2\% \sim 109\%$ ，加标回收率最终值分别为 $(79.9 \pm 20)\% \sim (88.0 \pm 19)\%$ 、 $(78.1 \pm 14)\% \sim (89.0 \pm 28)\%$ 和



(80.0±27)%~(90.9±19)%。

## ②固相萃取法

### 1) 以节球藻毒素为内标

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的空白样品进行了6次重复测定：加标回收率范围分别为58.3%~106%、68.4%~103%和57.7%~97.5%，加标回收率最终值分别为(77.0±23)%~(83.4±25)%、(82.6±13)%~(91.7±18)%和(74.4±19)%~(82.1±22)%。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/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57.4%~117%、58.1%~115%和52.9%~111%，加标回收率最终值分别为(80.3±24)%~(92.8±32)%、(77.7±30)%~(87.6±37)和(76.0±33)%~(83.5±38)%。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/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57.3%~123%、51.8%~113%和52.7%~103%，加标回收率最终值分别为(81.7±20)%~(96.2±32)%、(83.2±17)%~(88.4±27)%和(74.6±28)%~(83.1±22)%。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的海水样品进行了6次重复测定：加标回收率范围分别为55.9%~124%、56.8%~112%和50.1%~118%，加标回收率最终值分别为(83.1±43)%~(95.8±25)%、(79.7±25)%~(96.9±29)%和(74.8±32)%~(87.4±24)%。

### 2) 以亮氨酸脑啡肽为内标

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的空白样品进行了6次重复测定：加标回收率范围分别为65.6%~122%、67.2%~107%和60.4%~107%，加标回收率最终值分别为(77.6±11)%~(89.4±37)%、(81.7±19)%~(93.5±18)%和(75.0±16)%~(89.1±22)%。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/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64.2%~113%、57.6%~110%和60.1%~113%，加标回收率最终值分别为(74.7±19)%~(87.3±34)%、(70.7±23)%~(85.3±24)和(76.1±17)%~(83.2±17)%。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/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64.2%~115%、59.5%~109%和61.7%~107%，加标回收率最终值分别为(79.8±25)%~(87.9±37)%、(76.3±35)%~(88.9±19)%和(74.0±14)%~(86.1±25)%。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的海水样品进行了6次重复测定：加标回收率范围分别为58.3%~109%、45.6%~113%和49.4%~113%，加标回收率最终值分别为(76.5±17)%~(89.5±25)%、(70.4±29)%~(89.2±9.3)%和(72.4±29)%~(86.6±34)%。

### 3) 以环孢菌素-A,<sup>13</sup>C<sub>2</sub>,d<sub>4</sub>为内标

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的空白样品进行了6次重复测定：加标回收率范围分别为63.0%~93.9%、66.2%~103%和62.5%~105%，加标

回收率最终值分别为 (73.8±16)%~(79.3±11)%、(77.8±18)%~(89.9±7.4)%和 (73.9±14)%~(83.5±27)%。

6家实验室分别对加标浓度为 0.05 µg/L、0.25 µg/L 和 1.80 µg/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 54.5%~106%、52.6%~101%和 56.4%~97.6%，加标回收率最终值分别为 (66.4±8.6)%~(84.1±30)%、(71.3±30)%~(82.2±19)和 (72.3±13)%~(78.4±25)%。

6家实验室分别对加标浓度为 0.05 µg/L、0.25 µg/L 和 1.80 µg/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 54.5%~107%、54.4%~102%和 53.8%~101%，加标回收率最终值分别为 (68.4±15)%~(86.3±27)%、(74.5±24)%~(83.9±9.9)%和 (73.2±15)%~(80.1±29)%。

6家实验室分别对加标浓度为 0.05 µg/L、0.25 µg/L 和 1.80 µg/L 的海水样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 42.4%~121%、48.3%~114%和 55.9%~101%，加标回收率最终值分别为 (72.3±15)%~(85.1±44)%、(74.4±30)%~(88.7±19)%和 (76.1±22)%~(84.9±21)%。

本方法各项特性指标均达到预期要求，《方法验证报告》见附件。

## 7 标准开题论证情况

2015年3月，在成都组织开题论证会，论证委员会通过了该标准的开题论证，提出了具体修改意见：（1）本方法研究的目标化合物只有3种，建议增加目标化合物；（2）采用外标法定量准确性不够，建议选择内标法进行定量。

针对上述专家意见，实验室进行了文献查阅及相关试验验证，对专家意见的落实情况如下：（1）将方法研究的目标化合物增加为9种微囊藻毒素；（2）选择内标法进行定量。

## 8 与开题报告的差异说明

标准方法名称由《水质 微囊藻毒素的测定 液相色谱串联质谱法》变更为《水质 微囊藻毒素的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》。

## 9 标准征求意见稿技术审查情况

2023年7月31日，生态环境部生态环境监测司以视频会议形式组织召开《水质 微囊藻毒素的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》征求意见稿技术审查会，审查专家通过标准技术审查，提出了以下修改建议：

- 1、标准名称修改为《水质 9种微囊藻毒素的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》；
- 2、进一步完善术语定义、方法原理、内标贮备液保存时间及样品预处理的表述，增加直接进样法的计算公式；
- 3、按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）对标准文本和编制说明进行修改。

标准编制组根据与会专家建议：将标准名称修改为《水质 9种微囊藻毒素的测定 液

相色谱-三重四极杆质谱法》；进一步完善了术语定义和方法原理（详见文本 3 及 4）；补充完善了内标贮备液保存时间（详见文本 6.11）；完善了样品预处理的表述（详见文本 8.2.2.1）；增加了直接进样法的计算公式（详见文本 10.3.1 及 10.3.2）。

## 10 参考文献

- [1] 张春景,陆开宏,朱津永,等.微囊藻毒素对鱼类组织器官的毒理学研究进展[J].水产科学,2009,28(09):537-541.
- [2] 宋立荣,陈伟.水华蓝藻产毒的生物学机制及毒素的环境趋势研究进展[J].湖泊科学,2009,21(6):749-757.
- [3] 舒秀波,谢丽强,万翔,等.太湖梅梁湾水体及沉积物中微囊藻毒素含量垂向分布特征[J].湖泊科学,2019,31(04):976-987.
- [4] 乔顺风,刘恒义,刘俊强,等.养殖水体蓝藻水华的产生与防治[J].河北渔业,2003(05):34-3538.
- [5] DUYT N,LAM PKS,SHAW GR,et al.Toxicology and risk assessment of fresh water Cyanobacterial (Blue-green algae) toxins in water[J].Rev Environ Contam Toxicol,2000,163:113-186.
- [6] Best J H,Eddy F B,Codd G A.Effects of Microcystis cells,cell extracts and lipopolysaccharide on drinking and liver function in rainbow trout *Oncorhynchus mykiss* Walbaum [J].Aquatic Toxicology,2003,64(4):419-426.
- [7] 黄湫淇,詹平.微囊藻毒素的细胞毒性及机制研究状况[J].预防医学情报杂志,2005,21(3):304-306.
- [8] Batista T,Sousa G D,Suput S,et al.Microcystin-LR causes the collapse of actin filaments in primary human hepatocytes[J].Aquatic Toxicol,2003,65:85-91.
- [9] Nobre A C L,Jorge M C M,Menezes D B,et al.Monteiro1Effects of microcystin-LR in isolated perfused rat kidney[J].Brazilian Journal of Medical and Biological Research,1999,32(8):985-988.
- [10] 陈建中,郭铃,汤玲燕,等.蓝藻毒素影响植物生长发育及其机制研究进展[J].生态环境学报,2015,24(4):74-728.
- [11] Grosse Y,Baan R,Straif K,et al.Carcinogenicity of nitrate,nitrite, and cyanobacterial peptide toxins[J].Lancet Oncol.2006 Aug,7(8):628-629.
- [12] 詹立,张立实,王莉,等.微囊藻毒素 Microcystin-LR 体外遗传毒性[J].癌变·畸变·突变,2005,17(3):171-174.
- [13] 罗皓,张志勇,何敏.微囊藻毒素毒性研究进展[J].广西预防医学,2004,10(1):51-53.
- [14] Fischer W J,Dietrich D R.Pathological and biochemical characterization of microcystin-induced hepatopancreas and kidney damage in carp (Cyprinus carpio) [J].Toxicology and Applied Pharmacology,2000,164:73-81.
- [15] Duy T N,Lam P K S,et al.Toxicology and risk assessment of freshwater cyanobacterial (blue2green algae) toxins in water[J].Reviews of Environmental Contamination and Toxicology,2000,163:113-186.

- [16] Paerl H W,Halla N S,Calandrino E S.Controlling harmful cyanobacterial blooms in a world experiencing anthropogenic and climatic-induced change[J].Science of The Total Environment,2011,409 (10) :1739-1745.
- [17] Park H,Namikoshi M,Brittain SM,et al. Microcystin-LR,a new microcystin isolated from wat erbloom in a Canadian prairie lake[J].Toxicon,2001,39: 855-862.
- [18] 王以淼,周胜利.浙江省水体富营养化特征及防治对策[J].中国环境监测,2018,3(6) :170-178.
- [19] 曹文平,孙玲,汪银梅,等.载体在富营养化水体脱氮中的应用现状及发展趋势[J].徐州工程学院学报(自然科学版),2019,34(4) :83-87.
- [20] 周石磊.混合充氧强化水源水库贫营养好氧反硝化菌的脱氮特性及技术应用研究[D].西安:西安建筑科技大学,2017.
- [21] 周保华,潘恒健,谷长强.湖泊水库营养状态分区研究进展[J].环境与可持续发展,2006(3) :10-13.
- [22] 蔡金榜,李文奇,逢勇,等.水体中溶解性微囊藻毒素与藻类细胞内微囊藻毒素的关系研究[J].水利学报,2009,40(3) :328-334.
- [23] 肖兴富,李文奇,刘娜,等.富营养化水体中蓝藻毒素的危害及其控制[J].中国水利水电科学研究院学报,2005,3(2) :116-123.
- [24] 胡宗达,周元清.水华蓝藻毒素研究概述[J].云南环境科学,2004,23(3) :8-11.
- [25] 齐继清,李秋华,陈文生,等.贵州百花水库微囊藻毒素的时空分布特征[J].生态学杂志,2019,38(09) :2741-2748.
- [26] 丁剑楠,张闪闪,等.太湖贡湖湾水体中微囊藻毒素的时空分布及健康风险评估[J].生态环境学报,2018,27(11) :2095-2101.
- [27] 余丽,朱广伟,孔繁翔,等.巢湖微囊藻毒素异构体组成的时空分布特征及影响因子[J].湖泊科学,2019,31(03) :700-713.
- [28] 袁丽娟,廖且根,张莉,等.鄱阳湖微囊藻毒素时空分布格局及其与理化和生物因子的关系[J].环境科学,2018,39(01) :450-459.
- [29] 万翔,邵义萍,王瑞,等.洱海水华期间饮用水源区产毒微囊藻和微囊藻毒素-LR 的分布特征[J].环境科学学报,2017,37(06) :2040-2047.
- [30] 吴和岩,郑力行,苏瑾,等.上海市供水系统微囊藻毒素 LR 含量调查[J].卫生研究,2005,34(2) :152-154.
- [31] 中华人民共和国卫生部.生活饮用水水质卫生规范[S].2001.09.01.
- [32] 国家环境保护总局.GB 3838-2002 地表水环境质量标准[S].2002.06.01.
- [33] 中华人民共和国建设部.CJ/T 206-2005 城市供水水质标准[S].2005.06.01.
- [34] EPA Method 544:Determination of Microcystins and Nodularins in Drinking Water by Solid Phase Extraction and Liquid Chromatography/Tandem Mass Spectrometry (LC/MS/MS) [S].
- [35] EPA Method 546:Determination of Total Microcystins and Nodularins in Drinking Water and Ambient Water by Adda Enzyme-Linked Immunosorbent Assay[S].
- [36] EPA/600/R-17/344:Single Laboratory Validated Method for Determination of Microcystins

- and Nodularin in Ambient Freshwaters by Solid Phase Extraction and Liquid Chromatography/Tandem Mass Spectrometry (LC/MS/MS) [S].
- [37] ISO 20179:2005:Water quality-Determination of microcystins-Method using solid phase extraction (SPE) and high performance liquid chromatography (HPLC) with ultraviolet (UV) detection[S].
- [38] 中华人民共和国卫生部.GB/T 5750.8-2023 生活饮用水标准检验方法 第 8 部分: 有机物指标[S].2007.07.01.
- [39] 国家质量监督检验检疫总局 国家标准化管理委员会.GB/T 20466-2006 水中微囊藻毒素的测定[S].2007.01.01.
- [40] 中华人民共和国水利部.SL 740-2016 水质甲萘威、溴氰菊酯、微囊藻毒素-LR 的测定 高效液相色谱法[S].2016.10.22.
- [41] 上海市市场监督管理局.DB 31/T 1178-2019 水源水中微囊藻毒素测定 液相色谱-串联质谱法[S].2019.11.01.
- [42] 安徽省市场监督管理局.DB 34/T 3300-2018 生活饮用水水源水中 11 种藻毒素的测定 高效液相色谱串联质谱法[S].2019.01.29.
- [43] 湖北省质量技术监督局.DB 42/T 275-2003 水体中微囊藻毒素的检测方法[S]. 2003.12.25.
- [44] 国家食品药品监督管理总局.GB 5009.273-2016 食品安全国家标准 水产品中微囊藻毒素的测定[S].2016.12.23.
- [45] 国家质量监督检验检疫总局.SN/T 4319-2015 出口水产品中微囊藻毒素的检测 液相色谱-质谱/质谱法[S].2015.09.02
- [46] 何小卫,郭秋华,彭运平,等.酶联免疫吸附试验在微囊藻毒素检测中的应用进展[J].卫生研究,2007,36(3):388-390.
- [47] 王阳,徐明芳,曾晓琮,等.CE 和 HPLC 测定水源水体中微囊藻毒素方法比较[J].食品科学, 2016,37(22):210-215.
- [48] 宋兴良,冯晓阳,李娜.分散液液微萃取气相色谱—质谱法测定水体中痕量的微囊藻毒素 [J].临沂大学学报,2019,41(6):1096-1097.1-8.
- [49] 邹雯雯,弓爱君,曹艳秋.XAD22 树脂富集-高效液相色谱法检测水体中微囊藻毒[J].化学与生物工程,2008,25(8):73-75.
- [50] 王刚,周彩云,倪先哲,等.液相色谱/串联质谱法检测水中微囊藻毒素[J].中国给水排水,2019,35(4):113-117.
- [51] 姜晟,郁建桥,钟声,等.在线固相萃取液质联用法检测太湖水体微囊藻毒素技术研究[J].中国环境监测,2018,34(3):128-133
- [52] 杜赛,朱心强,汤佳良,等.水中 2 种微囊藻毒素及 3 种农药的固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱测定法[J].环境与健康杂志,2018,35(6):528-530.
- [53] 田丙正,张敏,张付海,等.固相萃取-高效液相色谱-二极管阵列检测器法同时测定湖水中 10 种蓝藻毒素[J].分析化学,2018,46(1):129-135.
- [54] 唐琳,孔芳,罗苹,等.生活饮用水中痕量微囊藻毒素-LR 和-RR 的免疫亲和净化-高效液相色谱-串联四极杆质谱测定法[J].环境与健康杂志,2017,34(9):832-835.

- [55] 沈斐,许燕娟,姜晟,等.超高效液相色谱-串联质谱法测定水华样品中微囊藻毒素及其基质效应的消除[J].色谱,2017,35(7):772-777.
- [56] 王绍臣,张剑平.超高效液相色谱-串联四极杆质谱法快速测定阿特拉津、甲萘威、微囊藻毒素 LR、丙烯酰胺和联苯胺[J].环境科学与管理,2016,41(10):111-113.
- [57] 熊杰,钱蜀,谢永洪,等.直接进样-高效液相色谱-串联四极杆质谱分析水中微囊藻毒素[J].中国环境监测,2014,30(3):119-124.
- [58] 张明,唐访良,徐建芬,等.固相萃取-高效液相色谱法同时测定地表水中 9 种微囊藻毒素[J].环境化学,2013,32(6):1096-1097.
- [59] 姜蕾,张东,王铮.高效液相色谱-串联质谱法同时分析水中 9 种典型微囊藻毒素[C].饮用水安全控制技术会议暨中国土木工程学会水工业分会给水委员会第 13 届年会论文集,2013.9.17.
- [60] 王超,彭涛,吕怡兵,等.反复冻融-固相萃取-液相色谱串联质谱法测定蓝藻中 5 种微囊藻毒素[J].分析化学.2013,41(12):1844-1850.
- [61] 钮伟民,虞锐鹏.超高效液相色谱-四极杆-飞行时间质谱法快速测定蓝藻水华堆积处理池中四种微囊藻毒素[C].2013 年水资源生态保护与水污染控制研讨会论文集,2013.12.26.
- [62] 张明,唐访良,陈峰,等.固相萃取-超高效液相色谱-电喷雾串联质谱法同时测定地表水中 9 种微囊藻毒素[J].色谱,2012,30(1):51-55.
- [63] 沈斐,许燕娟,姜晟,等.超高效液相色谱—串联质谱内标法同时测定地表水中 7 种微囊藻毒素[J].分析化学学报,2018,34(01):95-99.
- [64] 李宏,潘刚,张洪刚.超高效液相色谱-电喷雾串联四极杆质谱结合内标物测定水体中微囊藻毒素[J].环境化学,2014,33(12):2087-2093.
- [65] ISO 22104-2021: Water quality—Determination of microcystins—Method using liquid chromatography and tandem mass spectrometry (LC-MS/MS).

附件一

# 方法验证报告

方法名称 《水质 9种微囊藻毒素的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》

项目主编单位： 重庆市生态环境监测中心

验证单位： 浙江省生态环境监测中心、江苏省环境监测中心、  
国家环境分析测试中心、天津市生态环境监测中心、青海省生态环境  
监测中心、海南省生态环境监测中心

项目负责人及职称： 罗财红 正高级工程师

通讯地址： 重庆市渝北区冉家坝旗山路252号 电话： 023-88521593

报告编写人及职称： 邹志芬（高级工程师）、沈冬君（工程师）

报告日期： 2022 年 9 月 30 日

## 1 实验室基本情况

本标准按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的规定，选择 6 家有资质的实验室进行方法验证，参与方法验证的实验室分别是：1 浙江省生态环境监测中心，2 江苏省环境监测中心，3 国家环境分析测试中心，4 天津市生态环境监测中心，5 青海省生态环境监测中心，6 海南省生态环境监测中心（以下编号同）。具体验证实验室及验证人员的基本情况，见附表 1~附表 3。

附表 1 参与方法验证的实验室、验证人员的基本情况

单位	姓名	性别	年龄	职称或职务	所学专业	从事分析工作年限（年）
浙江省生态环境监测中心	刘铮铮	女	39	高级工程师	化学	14
	何士冲	男	38	工程师	环境科学	3
江苏省环境监测中心	孙慧婧	女	35	工程师	药物分析学	9
	张蓓蓓	女	39	高级工程师	药物分析学	15
国家环境分析测试中心	刘承友	男	29	工程师	化学工艺	5
	郭 婧	女	38	高级工程师	环境科学	16
	张利飞	男	43	研究员	环境科学	16
天津市生态环境监测中心	张 静	女	34	高级工程师	环境工程	4
	刘殿甲	男	35	中级工程师	有机化学	8
青海省生态环境监测中心	李红红	女	32	工程师	物理化学	5
	邓玉兰	女	29	助理工程师	化学	2
	柳春辉	男	31	工程师	环境工程	9
海南省生态环境监测中心	吴 艳	女	32	工程师	环境科学	10
	黄丹瑜	女	29	助理工程师	化学	1
	刘建卓	男	27	助理工程师	化学	1

附表 2 本方法验证所用超高效液相色谱质谱仪一览表

序号	规格型号	仪器出厂编号	性能状况	验证单位
1	1290UPLC/6460QQQ	DEBAB00911 /SG12447202	良好	浙江省生态环境监测中心
2	ACQUITY UPLC H-Class-Xevo TQD	QCA332	良好	江苏省环境监测中心
3	SHIMADZU	O10254800016JA	良好	国家环境分析测试中心
4	OA-Xevo-TQ-XS	WBA1031	良好	天津市生态环境监测中心



序号	规格型号	仪器出厂编号	性能状况	验证单位
5	TRIPLE QURD	DZ226632002	良好	青海省生态环境监测中心
6	AB SCIEX Triple Quand 6500+	DZ20901807	良好	海南省生态环境监测中心

附表 3 使用试剂及溶剂登记表

名称	生产厂家、规格	纯化处理方法	验证单位
甲醇	Fisher HPLC 级	/	浙江省生态环境监测中心
乙腈	Fisher HPLC 级	/	
甲酸	Fisher HPLC 级	/	
甲醇	上海安谱实验科技股份有限公司 色谱纯	/	江苏省环境监测中心
乙腈	上海安谱实验科技股份有限公司 色谱纯	/	
甲酸	西格玛奥德里奇（上海）贸易有限公司 色谱纯	/	
甲醇	Merck、HPLC 纯	/	国家环境分析测试中心
乙腈	Merck、HPLC 纯	/	
甲酸	J&K、98%	/	
甲醇	DiKMA, 色谱纯, 4L/瓶	/	天津市生态环境监测中心
乙腈	默克, 质谱纯, 4L/瓶	/	
甲酸	CNW, LC-MS 纯, 50ml	/	
甲醇	默克 色谱纯	/	青海省生态环境监测中心
乙腈	默克 色谱纯	/	
甲酸	麦克林 色谱纯	/	
甲醇	Honeywell、色谱纯	/	海南省生态环境监测中心
乙腈	Honeywell、色谱纯	/	
甲酸	ROE、色谱纯	/	

## 2 直接进样法

### 2.1 原始测试数据

#### 2.1.1 方法检出限和测定下限数据

各验证实验室按照样品分析的全部步骤，对浓度值为估计方法检出限值 3~5 倍的空白加标样品进行 7 次平行测定，计算方法的检出限和测定下限测定结果详见表 4-表 9。

附表 4 直接进样法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：浙江省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 8 月 26 日

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	仪器检 出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7							
MC-RR	ND	0.636	0.697	0.721	0.628	0.668	0.692	0.752	0.685	0.045	3.143	0.14	0.002	0.2	0.8
MC-YR	ND	0.952	0.977	1.11	1.05	1.14	1.09	1.20	1.07	0.088	3.143	0.28	0.01	0.3	1.2
MC-HtyR	ND	0.723	0.827	0.789	0.658	0.810	0.878	0.691	0.768	0.079	3.143	0.25	0.07	0.3	1.2
MC-LR	ND	0.832	0.823	0.915	0.822	0.760	0.763	0.876	0.827	0.056	3.143	0.18	0.01	0.2	0.8
MC-WR	ND	0.820	0.933	0.856	0.803	0.929	0.851	0.982	0.882	0.066	3.143	0.21	0.06	0.3	1.2
MC-LA	ND	0.855	0.655	0.835	0.699	0.847	0.753	0.779	0.775	0.077	3.143	0.24	0.05	0.3	1.2
MC-LY	ND	0.933	0.784	0.903	0.884	0.899	0.800	0.915	0.874	0.058	3.143	0.18	0.05	0.2	0.8

目标化合 物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	仪器检 出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7							
MC-LW	ND	0.814	0.884	0.974	0.927	0.766	0.763	0.803	0.847	0.082	3.143	0.26	0.08	0.3	1.2
MC-LF	ND	0.827	0.804	0.929	0.836	0.702	0.749	0.853	0.814	0.073	3.143	0.23	0.05	0.3	1.2

注：ND 为未检出。

附表 5 直接进样法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	仪器检 出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7							
MC-RR	ND	0.688	0.747	0.695	0.837	0.814	0.764	0.838	0.769	0.063	3.143	0.20	0.06	0.2	0.8
MC-YR	ND	0.672	0.779	0.794	0.705	0.865	0.813	0.769	0.771	0.065	3.143	0.20	0.04	0.3	1.2
MC-HtyR	ND	0.825	0.645	0.724	0.673	0.707	0.791	0.774	0.734	0.065	3.143	0.21	0.06	0.3	1.2
MC-LR	ND	0.833	0.663	0.783	0.756	0.692	0.676	0.748	0.736	0.062	3.143	0.19	0.03	0.2	0.8
MC-WR	ND	0.679	0.695	0.767	0.819	0.792	0.704	0.712	0.738	0.054	3.143	0.17	0.07	0.2	0.8
MC-LA	ND	0.842	0.688	0.722	0.742	0.822	0.762	0.895	0.782	0.073	3.143	0.23	0.04	0.3	1.2

目标化合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	仪器检 出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7							
MC-LY	ND	0.616	0.901	0.716	0.757	0.798	0.839	0.778	0.772	0.091	3.143	0.29	0.08	0.3	1.2
MC-LW	ND	0.662	0.736	0.765	0.713	0.792	0.692	0.711	0.724	0.044	3.143	0.14	0.05	0.2	0.8
MC-LF	ND	0.714	0.746	0.704	0.669	0.852	0.791	0.840	0.759	0.070	3.143	0.22	0.10	0.3	1.2

注：ND 为未检出。

附表 6 直接进样法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	仪器检 出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7							
MC-RR	ND	0.864	0.810	0.740	0.728	0.850	0.770	0.780	0.792	0.052	3.143	0.16	0.05	0.2	0.8
MC-YR	ND	0.895	0.780	0.760	0.820	0.850	0.830	0.740	0.811	0.054	3.143	0.17	0.10	0.2	0.8
MC-HtyR	ND	0.912	0.810	0.830	0.760	0.880	0.840	0.780	0.830	0.053	3.143	0.17	0.05	0.2	0.8
MC-LR	ND	0.704	0.690	0.810	0.790	0.800	0.860	0.780	0.776	0.060	3.143	0.19	0.05	0.2	0.8
MC-WR	ND	0.717	0.780	0.730	0.845	0.790	0.810	0.706	0.768	0.052	3.143	0.16	0.02	0.2	0.8

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	仪器检 出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7							
MC-LA	ND	0.756	0.732	0.670	0.663	0.631	0.690	0.700	0.692	0.042	3.143	0.13	0.05	0.2	0.8
MC-LY	ND	1.01	0.850	0.770	0.840	0.940	0.880	0.930	0.889	0.079	3.143	0.25	0.05	0.3	1.2
MC-LW	ND	1.12	1.05	0.935	0.980	0.960	0.980	1.09	1.02	0.070	3.143	0.22	0.10	0.3	1.2
MC-LF	ND	0.850	0.720	0.720	0.730	0.660	0.700	0.830	0.744	0.069	3.143	0.22	0.10	0.3	1.2

注：ND 为未检出。

附表 7 直接进样法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 青海省环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	仪器检 出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7							
MC-RR	ND	0.905	0.977	0.976	0.874	0.946	1.06	1.02	0.965	0.063	3.143	0.20	0.02	0.2	0.8
MC-YR	ND	0.760	0.853	0.838	0.814	0.853	0.915	0.898	0.847	0.052	3.143	0.16	0.03	0.2	0.8
MC-HtyR	ND	0.962	1.06	1.06	0.876	1.09	0.943	1.03	1.00	0.078	3.143	0.25	0.05	0.3	1.2
MC-LR	ND	0.920	0.902	1.02	0.937	1.02	0.887	1.02	0.959	0.061	3.143	0.19	0.05	0.2	0.8
MC-WR	ND	1.01	1.02	1.10	1.15	1.08	0.985	1.15	1.07	0.068	3.143	0.21	0.06	0.3	1.2

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	仪器检 出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7							
MC-LA	ND	0.722	0.684	0.812	0.642	0.701	0.783	0.731	0.725	0.058	3.143	0.18	0.05	0.2	0.8
MC-LY	ND	0.782	0.646	0.724	0.660	0.770	0.754	0.792	0.733	0.059	3.143	0.18	0.04	0.2	0.8
MC-LW	ND	0.881	0.861	0.861	0.940	1.09	1.07	0.921	0.946	0.095	3.143	0.30	0.07	0.3	1.2
MC-LF	ND	0.978	1.00	0.858	1.11	0.880	1.04	1.09	0.995	0.097	3.143	0.31	0.09	0.4	1.6

注：ND 为未检出。

附表 8 直接进样法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	仪器检 出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7							
MC-RR	ND	0.760	0.815	0.677	0.813	0.903	0.796	0.810	0.796	0.068	3.143	0.21	0.002	0.3	1.2
MC-YR	ND	0.641	0.823	0.812	0.740	0.714	0.818	0.790	0.763	0.068	3.143	0.21	0.012	0.3	1.2
MC-HtyR	ND	0.734	0.797	0.762	0.862	0.827	0.818	0.881	0.811	0.052	3.143	0.16	0.001	0.2	0.8
MC-LR	ND	0.719	0.759	0.890	0.762	0.787	0.764	0.873	0.793	0.064	3.143	0.20	0.070	0.2	0.8
MC-WR	ND	0.861	1.054	0.863	1.053	0.962	0.962	0.843	0.942	0.090	3.143	0.28	0.10	0.3	1.2

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	仪器检 出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7							
MC-LA	ND	0.652	0.749	0.735	0.755	0.768	0.771	0.818	0.750	0.051	3.143	0.16	0.01	0.2	0.8
MC-LY	ND	0.703	0.799	0.754	0.842	0.722	0.775	0.786	0.769	0.047	3.143	0.15	0.02	0.2	0.8
MC-LW	ND	0.654	0.784	0.665	0.651	0.739	0.760	0.767	0.717	0.058	3.143	0.18	0.04	0.2	0.8
MC-LF	ND	0.747	0.915	0.757	0.847	0.792	0.804	0.873	0.819	0.062	3.143	0.19	0.01	0.2	0.8

注：ND 为未检出。

附表 9 直接进样法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	仪器检 出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7							
MC-RR	ND	0.920	0.810	0.900	1.03	0.986	0.890	0.890	0.918	0.072	3.143	0.22	0.02	0.3	1.2
MC-YR	ND	0.958	0.870	0.840	0.990	0.745	0.770	0.860	0.862	0.090	3.143	0.28	0.06	0.3	1.2
MC-HtyR	ND	0.950	0.840	0.840	1.04	1.01	1.04	0.930	0.950	0.086	3.143	0.27	0.02	0.3	1.2
MC-LR	ND	0.720	0.860	0.784	0.850	0.823	0.720	0.790	0.792	0.057	3.143	0.18	0.03	0.2	0.8
MC-WR	ND	1.07	0.850	1.00	0.890	1.09	1.07	0.890	0.980	0.10	3.143	0.32	0.02	0.4	1.6

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	仪器检 出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7							
MC-LA	ND	1.00	0.920	0.940	0.860	0.790	0.810	0.789	0.873	0.083	3.143	0.26	0.08	0.3	1.2
MC-LY	ND	1.00	0.890	1.05	0.880	1.10	0.840	0.930	0.956	0.096	3.143	0.30	0.05	0.3	1.2
MC-LW	ND	0.770	0.870	0.740	0.860	0.720	0.750	0.850	0.794	0.063	3.143	0.20	0.08	0.2	0.8
MC-LF	ND	0.987	0.920	0.860	0.780	0.880	0.820	0.720	0.852	0.089	3.143	0.28	0.10	0.3	1.2
注：ND 为未检出。															



### 2.1.2 精密度与正确度

各验证实验室采用统一实际样品，样品类型包括空白样品、地表水、地下水和海水。由于实际样品均未检出，因此采取实际样品基体加标进行验证，空白样品、地下水、地表水和海水样品加标浓度均 1.00 µg/L、10.0 µg/L 和 45.0 µg/L。按全程序每个样品平行测定 6 次，分别计算各浓度样品测定的平均值、标准偏差、相对标准偏差、加标回收率等参数，测定结果见附表 10-附表 81。

附表 10 空白低浓度加标样品（1.00 µg/L）精密度和正确度验证数据

验证单位：浙江省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 (µg/L)	测定结果 (µg/L)						平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.636	0.697	0.721	0.628	0.668	0.692	0.674	0.036	5.4	67.4
MC-YR	ND	0.952	0.977	1.11	1.05	1.14	1.09	1.05	0.076	7.2	105
MC-HtyR	ND	0.723	0.827	0.789	0.658	0.810	0.878	0.781	0.079	10	78.1
MC-LR	ND	0.832	0.823	0.915	0.822	0.760	0.763	0.819	0.057	6.9	81.9
MC-WR	ND	0.820	0.933	0.856	0.803	0.929	0.851	0.865	0.055	6.3	86.5
MC-LA	ND	0.855	0.655	0.835	0.699	0.847	0.753	0.774	0.085	11	77.4
MC-LY	ND	0.933	0.784	0.903	0.884	0.899	0.800	0.867	0.061	7.0	86.7
MC-LW	ND	0.814	0.884	0.974	0.927	0.766	0.763	0.855	0.087	10	85.5
MC-LF	ND	0.827	0.804	0.929	0.836	0.702	0.749	0.808	0.078	10	80.8

附表 11 空白中浓度加标样品（10.0 µg/L）精密度和正确度验证数据

验证单位：浙江省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 (µg/L)	测定结果 (µg/L)						平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	6.72	6.73	6.30	6.39	6.53	6.59	6.54	0.91	14	65.4
MC-YR	ND	10.4	9.26	8.09	8.65	9.68	7.92	9.00	0.97	11	90.0
MC-HtyR	ND	6.39	6.92	6.47	6.02	6.70	6.32	6.47	0.31	4.8	64.7
MC-LR	ND	6.87	7.32	6.37	6.07	6.99	6.40	6.67	0.47	7.0	66.7
MC-WR	ND	8.07	7.61	7.62	6.77	8.25	6.93	7.54	0.60	7.9	75.4
MC-LA	ND	9.36	7.57	6.13	7.62	9.46	9.69	8.30	1.4	17	83.0
MC-LY	ND	9.85	8.06	7.03	8.70	6.98	7.19	7.97	1.1	14	79.7

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LW	ND	6.58	8.88	8.22	6.30	9.09	7.92	7.83	1.2	15	78.3
MC-LF	ND	9.78	9.00	7.15	7.83	9.15	7.51	8.40	1.0	12	84.0

附表 12 空白高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日\_

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	35.4	37.4	37.4	37.6	38.1	37.0	37.2	0.91	2.5	82.6
MC-YR	ND	40.3	39.8	33.5	39.1	39.7	39.2	38.6	2.5	6.5	85.8
MC-HtyR	ND	38.6	40.1	39.1	40.8	40.8	39.1	39.7	1.0	2.4	88.3
MC-LR	ND	28.7	32.3	29.1	29.2	31.0	31.5	30.3	1.5	4.9	67.3
MC-WR	ND	37.0	42.2	36.1	31.9	28.2	32.2	34.6	4.9	14	76.9
MC-LA	ND	37.7	34.2	38.1	43.9	33.3	40.5	38.0	4.0	10	84.4
MC-LY	ND	40.2	44.4	26.9	29.0	34.4	39.8	35.8	6.9	19	79.5
MC-LW	ND	35.5	35.3	39.5	45.7	35.3	36.1	37.9	4.1	11	84.2
MC-LF	ND	32.2	33.8	51.7	33.0	35.1	41.9	37.9	7.6	20	84.3

附表 13 地表水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日\_

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.790	0.852	0.752	0.866	0.878	0.754	0.815	0.057	7.0	81.5
MC-YR	ND	0.761	0.606	0.593	0.835	0.770	0.605	0.695	0.11	15	69.5
MC-HtyR	ND	0.752	0.791	0.903	1.08	0.651	0.898	0.846	0.15	18	84.6
MC-LR	ND	0.718	0.718	0.764	0.768	0.634	0.705	0.718	0.049	6.8	71.8
MC-WR	ND	0.727	0.738	0.775	1.03	0.927	0.829	0.838	0.12	14	83.8
MC-LA	ND	0.712	0.707	0.635	0.809	0.835	0.776	0.746	0.075	10	74.6
MC-LY	ND	0.731	0.634	0.764	0.791	0.935	0.701	0.759	0.10	13	75.9

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LW	ND	1.09	0.860	0.662	0.963	0.738	1.05	0.895	0.17	19	89.5
MC-LF	ND	0.701	0.858	0.955	0.934	0.962	0.968	0.896	0.10	12	89.6

附表 14 地表水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	7.05	6.76	7.01	7.45	7.04	7.36	7.11	0.25	3.6	71.1
MC-YR	ND	8.08	8.53	6.78	7.72	7.76	7.67	7.75	0.58	7.5	77.5
MC-HtyR	ND	8.49	8.33	8.11	8.76	8.15	8.82	8.44	0.30	3.6	84.4
MC-LR	ND	7.09	6.78	6.91	5.98	7.71	6.85	6.89	0.56	8.1	68.9
MC-WR	ND	5.79	8.02	6.17	8.54	7.68	9.60	7.63	1.4	19	76.3
MC-LA	ND	8.53	8.33	7.70	6.70	8.35	10.1	8.29	1.1	14	82.9
MC-LY	ND	7.03	9.32	9.09	8.88	7.42	8.07	8.30	0.94	11	83.0
MC-LW	ND	8.71	7.07	7.38	8.34	9.31	7.63	8.07	0.86	11	80.7
MC-LF	ND	8.31	8.54	10.11	8.68	7.08	7.49	8.37	1.1	13	83.7

附表 15 地表水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	31.1	30.7	32.3	36.7	36.6	35.9	33.9	2.8	8.3	75.3
MC-YR	ND	38.4	37.1	32.7	38.3	34.4	37.2	36.3	2.3	6.3	80.8
MC-HtyR	ND	38.3	38.2	37.3	39.4	39.1	37.0	38.2	0.93	2.4	84.9
MC-LR	ND	30.5	25.2	28.4	32.8	32.8	30.6	30.0	2.9	10	66.8
MC-WR	ND	35.0	28.8	37.0	35.4	49.6	32.8	36.4	7.0	19	81.0
MC-LA	ND	27.1	31.1	25.5	41.1	31.2	34.0	31.7	5.6	18	70.4
MC-LY	ND	32.8	26.3	39.4	35.9	37.7	39.4	35.3	5.0	14	78.4

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LW	ND	35.2	31.2	42.6	30.7	34.5	31.1	34.2	4.5	13	76.0
MC-LF	ND	28.9	38.6	31.7	45.6	44.5	37.0	37.7	6.7	18	83.8

附表 16 地下水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.792	0.697	0.701	0.787	0.739	0.707	0.737	0.043	5.9	73.7
MC-YR	ND	0.781	0.645	0.745	0.628	0.602	0.666	0.678	0.070	10	67.8
MC-HtyR	ND	0.874	0.600	0.652	0.949	0.731	0.824	0.772	0.13	17	77.2
MC-LR	ND	0.697	0.710	0.768	0.652	0.804	0.756	0.731	0.055	7.5	73.1
MC-WR	ND	0.769	0.636	0.625	0.886	0.770	0.690	0.729	0.099	14	72.9
MC-LA	ND	0.652	0.659	0.610	1.01	0.685	0.732	0.724	0.14	20	72.4
MC-LY	ND	0.722	0.799	0.812	0.766	1.01	0.794	0.817	0.098	12	81.7
MC-LW	ND	0.744	0.901	0.792	0.906	0.635	0.674	0.775	0.11	15	77.5
MC-LF	ND	0.655	0.721	0.730	0.876	0.840	0.607	0.738	0.10	14	73.8

附表 17 地下水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	6.66	6.53	6.64	7.31	7.37	7.54	7.01	0.44	6.3	70.1
MC-YR	ND	6.22	8.10	6.70	7.39	8.49	7.06	7.33	0.86	12	73.3
MC-HtyR	ND	6.43	6.50	6.35	7.14	8.09	7.63	7.02	0.72	10	70.2
MC-LR	ND	7.25	6.89	6.04	8.08	6.84	7.00	7.02	0.66	9.5	70.2
MC-WR	ND	7.29	8.49	6.17	6.65	8.19	6.13	7.15	1.0	14	71.5
MC-LA	ND	5.76	7.84	6.37	6.79	7.05	9.44	7.21	1.3	18	72.1
MC-LY	ND	8.85	8.47	7.27	9.17	6.85	10.3	8.48	1.3	15	84.8

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LW	ND	7.10	6.56	8.49	8.11	6.26	9.30	7.64	1.2	16	76.4
MC-LF	ND	6.59	7.24	7.70	9.18	7.75	8.45	7.82	0.91	12	78.2

附表 18 地下水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	36.9	37.9	38.0	30.2	31.4	29.5	34.0	4.0	12	75.5
MC-YR	ND	32.6	34.6	34.5	30.2	30.8	30.6	32.2	2.0	6.2	71.6
MC-HtyR	ND	34.4	36.5	41.7	32.2	39.7	35.9	36.7	3.5	10	81.6
MC-LR	ND	30.2	30.9	31.6	31.6	31.6	29.1	30.8	1.0	3.3	68.5
MC-WR	ND	27.7	37.9	30.4	30.6	37.6	40.5	34.1	5.2	15	75.8
MC-LA	ND	38.5	43.3	35.7	30.9	28.6	29.7	34.5	5.8	17	76.6
MC-LY	ND	43.7	39.2	40.5	38.8	38.3	38.8	39.9	2.0	5.1	88.6
MC-LW	ND	37.0	39.7	45.3	36.7	35.1	36.9	38.5	3.7	10	85.5
MC-LF	ND	37.6	40.0	36.6	37.4	26.8	31.3	35.0	4.9	14	77.7

附表 19 海水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.647	0.600	0.676	0.799	0.727	0.757	0.701	0.074	11	70.1
MC-YR	ND	0.723	0.551	0.548	0.851	0.736	0.557	0.661	0.13	19	66.1
MC-HtyR	ND	0.888	0.832	0.779	0.651	0.835	0.891	0.813	0.089	11	81.3
MC-LR	ND	0.728	0.668	0.615	0.663	0.748	0.882	0.717	0.094	13	71.7
MC-WR	ND	0.747	0.665	0.655	0.903	0.921	0.983	0.812	0.14	17	81.2
MC-LA	ND	0.769	0.848	0.654	0.792	0.925	0.624	0.769	0.11	15	76.9
MC-LY	ND	0.622	0.899	0.605	0.886	0.818	0.845	0.779	0.13	17	77.9

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LW	ND	0.868	0.777	0.997	0.937	0.959	0.757	0.883	0.099	11	88.3
MC-LF	ND	0.606	0.762	0.696	0.892	0.755	0.608	0.720	0.11	15	72.0

附表 20 海水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	6.89	6.97	6.83	6.40	6.61	6.40	6.68	0.25	3.8	66.8
MC-YR	ND	8.06	8.10	7.81	6.53	7.19	7.06	7.46	0.63	8.5	74.6
MC-HtyR	ND	7.03	7.63	7.12	6.29	6.84	6.77	6.95	0.44	6.4	69.5
MC-LR	ND	7.92	7.27	8.06	5.82	7.06	7.04	7.20	0.80	11	72.0
MC-WR	ND	7.81	6.89	8.86	5.87	6.53	7.22	7.19	1.0	14	71.9
MC-LA	ND	6.28	6.86	7.52	7.90	6.59	6.07	6.87	0.72	10	68.7
MC-LY	ND	8.97	7.19	7.91	7.07	9.08	5.30	7.59	1.4	19	75.9
MC-LW	ND	9.60	9.48	10.52	8.03	9.16	9.19	9.33	0.81	8.6	93.3
MC-LF	ND	8.91	9.32	8.63	7.52	7.16	7.46	8.16	0.90	11	81.6

附表 21 海水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	31.1	29.1	30.0	34.4	36.2	35.5	32.7	3.0	9.2	72.7
MC-YR	ND	34.8	29.7	32.1	41.0	40.5	40.0	36.3	4.8	13	80.7
MC-HtyR	ND	34.8	30.1	31.1	32.8	35.5	33.0	32.9	2.1	6.4	73.1
MC-LR	ND	33.8	33.5	28.3	31.5	36.1	37.4	33.5	3.2	9.7	74.3
MC-WR	ND	35.3	45.6	28.0	33.7	36.4	32.4	35.2	5.9	17	78.3
MC-LA	ND	39.1	27.5	30.2	40.3	43.1	44.7	37.5	7.0	19	83.4
MC-LY	ND	38.0	40.9	42.0	44.1	49.8	43.0	43.0	4.0	9.2	95.5

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LW	ND	37.3	32.2	40.5	40.1	42.3	40.2	38.7	3.6	9.3	86.1
MC-LF	ND	37.8	27.9	38.2	39.1	35.5	45.1	37.3	5.6	15	82.8

附表 22 空白低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.688	0.747	0.695	0.837	0.814	0.764	0.758	0.060	8.0	75.8
MC-YR	ND	0.672	0.779	0.794	0.705	0.865	0.813	0.771	0.071	9.2	77.1
MC-HtyR	ND	0.825	0.645	0.724	0.673	0.707	0.791	0.727	0.069	9.5	72.7
MC-LR	ND	0.833	0.663	0.783	0.756	0.692	0.676	0.734	0.067	9.2	73.4
MC-WR	ND	0.679	0.695	0.767	0.819	0.792	0.704	0.742	0.058	7.8	74.2
MC-LA	ND	0.842	0.688	0.722	0.742	0.822	0.762	0.763	0.059	7.8	76.3
MC-LY	ND	0.616	0.901	0.716	0.757	0.798	0.839	0.771	0.099	13	77.1
MC-LW	ND	0.662	0.736	0.765	0.713	0.792	0.692	0.727	0.048	6.5	72.7
MC-LF	ND	0.714	0.746	0.704	0.669	0.852	0.791	0.746	0.066	8.9	74.6

附表 23 空白中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	6.77	7.71	7.48	6.97	7.18	6.73	7.14	0.39	5.5	71.4
MC-YR	ND	8.32	7.53	8.18	7.99	7.97	8.17	8.02	0.27	3.4	80.2
MC-HtyR	ND	7.33	7.95	7.89	7.60	7.97	7.56	7.72	0.26	3.4	77.2
MC-LR	ND	8.10	8.56	8.26	8.04	7.95	7.77	8.12	0.27	3.4	81.2
MC-WR	ND	7.92	8.31	8.35	7.98	8.28	8.21	8.17	0.18	2.2	81.7
MC-LA	ND	8.30	7.21	7.30	7.84	7.67	7.81	7.69	0.40	5.2	76.9
MC-LY	ND	8.29	8.63	7.92	7.01	8.42	8.50	8.13	0.60	7.4	81.3

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LW	ND	8.36	8.05	8.00	7.88	8.44	8.81	8.26	0.35	4.2	82.6
MC-LF	ND	6.84	7.82	8.04	7.07	7.02	7.22	7.34	0.48	6.5	73.4

附表 24 空白高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	39.6	39.4	37.8	38.2	40.6	40.2	39.3	1.1	2.8	87.3
MC-YR	ND	33.5	34.1	33.0	31.3	32.8	33.8	33.1	1.0	3.0	73.5
MC-HtyR	ND	34.5	34.3	32.7	30.1	32.8	33.2	32.9	1.6	4.8	73.2
MC-LR	ND	33.8	32.3	32.1	30.4	31.5	31.1	31.9	1.2	3.7	70.8
MC-WR	ND	34.1	36.2	33.0	34.0	35.0	34.6	34.5	1.1	3.1	76.7
MC-LA	ND	31.3	31.5	31.4	30.0	26.0	30.1	30.0	2.1	6.9	66.7
MC-LY	ND	35.4	35.2	29.5	33.0	33.3	33.3	33.3	2.1	6.4	73.9
MC-LW	ND	32.4	32.9	31.4	34.0	33.1	32.4	32.7	0.87	2.6	72.7
MC-LF	ND	36.6	36.3	35.5	33.6	35.4	36.0	35.6	1.1	3.1	79.0

附表 25 地表水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.789	0.789	0.749	0.873	0.900	0.878	0.830	0.062	7.4	83.0
MC-YR	ND	0.816	0.786	0.625	0.706	0.878	0.709	0.754	0.091	12	75.4
MC-HtyR	ND	0.753	0.798	0.763	0.971	0.851	0.855	0.832	0.080	9.7	83.2
MC-LR	ND	0.783	0.667	0.781	0.813	0.884	0.741	0.778	0.073	9.3	77.8
MC-WR	ND	0.817	0.699	0.759	0.613	0.826	0.759	0.745	0.080	11	74.5
MC-LA	ND	0.784	0.687	0.665	0.776	0.746	0.632	0.715	0.063	8.8	71.5



目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LY	ND	0.825	0.769	0.879	0.685	0.731	0.922	0.802	0.090	11	80.2
MC-LW	ND	0.736	0.681	0.608	0.810	0.791	0.886	0.752	0.099	13	75.2
MC-LF	ND	0.930	0.696	0.792	0.762	0.965	0.779	0.821	0.10	13	82.1

附表 26 地表水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	7.29	6.91	7.54	7.08	7.35	7.10	7.21	0.23	3.2	72.1
MC-YR	ND	7.51	7.29	7.48	7.20	7.71	7.96	7.52	0.28	3.7	75.2
MC-HtyR	ND	7.64	7.56	7.57	7.53	7.88	7.31	7.58	0.18	2.4	75.8
MC-LR	ND	7.22	7.63	7.40	7.55	7.97	7.40	7.53	0.26	3.4	75.3
MC-WR	ND	8.12	7.86	7.60	8.26	8.35	7.91	8.02	0.28	3.5	80.2
MC-LA	ND	6.83	6.62	6.57	6.91	6.90	6.75	6.76	0.14	2.1	67.6
MC-LY	ND	6.53	7.63	6.47	7.99	7.19	7.46	7.21	0.61	8.5	72.1
MC-LW	ND	7.23	6.96	7.35	6.67	7.97	7.58	7.29	0.46	6.3	72.9
MC-LF	ND	7.41	7.36	8.18	7.88	8.34	7.62	7.80	0.41	5.2	78.0

附表 27 地表水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	37.8	36.7	39.8	33.1	30.6	35.7	35.6	3.3	9.3	79.1
MC-YR	ND	33.4	30.6	32.5	27.2	34.6	35.9	32.4	3.1	9.6	71.9
MC-HtyR	ND	32.6	29.9	31.8	26.5	25.1	34.2	30.0	3.6	12	66.7
MC-LR	ND	30.7	29.2	31.5	35.6	24.8	33.7	30.9	3.7	12	68.7
MC-WR	ND	33.7	33.1	32.5	29.4	34.8	37.1	33.4	2.6	7.6	74.3
MC-LA	ND	28.5	31.9	31.5	34.5	25.5	24.9	29.5	3.8	13	65.5

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LY	ND	31.3	32.6	32.0	27.6	27.1	23.8	29.0	3.5	12	64.5
MC-LW	ND	32.2	31.2	30.7	27.5	24.4	24.4	28.4	3.5	12	63.1
MC-LF	ND	30.7	29.9	30.6	36.6	35.1	34.7	32.9	2.9	8.8	73.2

附表 28 地下水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.705	0.760	0.854	0.748	0.639	0.655	0.727	0.079	11	72.7
MC-YR	ND	0.840	0.744	0.746	0.724	0.701	0.739	0.749	0.048	6.4	74.9
MC-HtyR	ND	0.739	0.683	0.717	0.727	0.766	0.722	0.726	0.027	3.8	72.6
MC-LR	ND	0.714	0.746	0.759	0.821	0.792	0.859	0.782	0.053	6.8	78.2
MC-WR	ND	0.842	0.787	0.764	0.793	0.784	0.795	0.794	0.026	3.2	79.4
MC-LA	ND	0.772	0.783	0.694	0.844	0.691	0.847	0.772	0.069	8.9	77.2
MC-LY	ND	0.656	0.644	0.787	0.757	0.600	0.705	0.692	0.071	10	69.2
MC-LW	ND	0.737	0.783	0.782	0.802	0.908	0.787	0.800	0.057	7.2	80.0
MC-LF	ND	0.767	0.634	0.636	0.711	0.757	0.785	0.715	0.067	9.3	71.5

附表 29 地下水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	7.86	7.91	8.56	6.71	7.57	6.87	7.58	0.69	9.1	75.8
MC-YR	ND	8.35	8.43	8.23	6.84	7.32	7.53	7.78	0.65	8.4	77.8
MC-HtyR	ND	8.58	8.25	8.57	6.91	7.21	6.55	7.68	0.90	12	76.8
MC-LR	ND	7.71	7.83	8.37	6.72	6.96	7.40	7.50	0.60	8.0	75.0
MC-WR	ND	8.72	8.62	8.72	7.56	8.04	7.99	8.28	0.48	5.8	82.8
MC-LA	ND	7.17	7.97	8.07	6.84	7.59	7.13	7.46	0.49	6.6	74.6

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LY	ND	8.18	8.35	7.97	7.37	6.80	6.67	7.56	0.72	9.5	75.6
MC-LW	ND	7.07	7.04	8.30	6.63	7.33	7.32	7.28	0.56	7.7	72.8
MC-LF	ND	7.82	7.34	8.05	7.67	6.93	6.88	7.45	0.48	6.5	74.5

附表 30 地下水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	38.4	35.5	38.9	32.7	30.6	33.7	35.0	3.3	9.3	77.7
MC-YR	ND	32.2	30.9	35.1	27.6	34.2	26.8	31.1	3.4	11	69.2
MC-HtyR	ND	32.0	31.4	32.8	38.5	40.3	36.6	35.3	3.7	11	78.4
MC-LR	ND	29.6	29.4	32.6	37.2	34.5	35.1	33.1	3.1	9.5	73.5
MC-WR	ND	34.2	32.5	34.8	29.4	38.0	35.8	34.1	2.9	8.6	75.8
MC-LA	ND	31.7	31.9	30.2	35.2	34.7	35.5	33.2	2.2	6.6	73.8
MC-LY	ND	31.5	29.3	32.3	25.3	22.7	28.1	28.2	3.7	13	62.7
MC-LW	ND	33.0	30.4	33.4	28.2	25.9	24.6	29.2	3.6	12	65.0
MC-LF	ND	38.7	30.2	35.4	33.6	34.2	31.8	34.0	3.0	8.7	75.5

附表 31 海水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.847	0.711	0.892	0.776	0.757	0.631	0.769	0.094	12	76.9
MC-YR	ND	0.820	0.770	0.736	0.859	0.866	0.732	0.797	0.060	7.5	79.7
MC-HtyR	ND	0.824	0.720	0.768	0.764	0.813	0.773	0.777	0.037	4.8	77.7
MC-LR	ND	0.764	0.866	0.861	0.876	0.754	0.831	0.825	0.054	6.5	82.5
MC-WR	ND	0.769	0.722	0.854	0.789	0.837	0.833	0.801	0.050	6.3	80.1
MC-LA	ND	0.846	0.806	0.780	0.815	0.780	0.735	0.794	0.038	4.8	79.4

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LY	ND	0.742	0.711	0.863	0.698	0.844	0.724	0.763	0.071	9.3	76.3
MC-LW	ND	0.761	0.892	0.774	0.847	0.826	0.719	0.803	0.063	7.9	80.3
MC-LF	ND	0.785	0.775	0.706	0.785	0.809	0.849	0.785	0.047	6.0	78.5

附表 32 海水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	7.36	9.27	8.33	7.57	8.88	8.78	8.36	0.76	9.1	83.6
MC-YR	ND	8.38	8.53	8.09	7.36	8.26	7.76	8.06	0.43	5.4	80.6
MC-HtyR	ND	8.34	8.32	8.30	7.71	8.16	7.60	8.07	0.33	4.1	80.7
MC-LR	ND	8.14	8.58	7.92	7.70	7.29	7.95	7.93	0.43	5.5	79.3
MC-WR	ND	8.57	8.88	8.78	7.99	8.32	8.30	8.47	0.33	3.9	84.7
MC-LA	ND	7.94	8.00	8.07	7.83	7.31	7.79	7.82	0.27	3.4	78.2
MC-LY	ND	8.24	7.75	8.02	7.87	7.56	7.96	7.90	0.24	3.0	79.0
MC-LW	ND	9.01	8.11	7.64	7.04	7.61	7.43	7.80	0.68	8.8	78.0
MC-LF	ND	7.90	7.67	7.44	7.70	7.69	8.14	7.76	0.24	3.1	77.6

附表 33 海水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	40.0	38.3	38.3	38.9	39.9	39.6	39.2	0.77	2.0	87.1
MC-YR	ND	33.0	32.9	35.9	33.8	33.9	34.7	34.0	1.1	3.3	75.7
MC-HtyR	ND	33.8	33.1	36.4	34.0	32.6	32.8	33.8	1.4	4.1	75.1
MC-LR	ND	34.8	29.6	34.5	30.3	33.1	31.7	32.3	2.2	6.7	71.8
MC-WR	ND	38.7	34.9	38.2	35.3	35.1	34.3	36.1	1.9	5.2	80.2
MC-LA	ND	31.8	33.9	32.8	27.8	31.1	32.3	31.6	2.1	6.6	70.3

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LY	ND	32.5	34.9	35.0	35.6	32.8	33.4	34.0	1.3	3.9	75.6
MC-LW	ND	35.1	36.0	35.9	33.5	34.6	33.2	34.7	1.2	3.4	77.2
MC-LF	ND	31.9	28.9	31.4	30.6	30.8	29.8	30.5	1.1	3.6	67.9

附表 34 空白低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.810	0.740	0.728	0.850	0.770	0.780	0.780	0.045	5.8	78.0
MC-YR	ND	0.780	0.760	0.820	0.850	0.830	0.740	0.797	0.043	5.4	79.7
MC-HtyR	ND	0.810	0.830	0.760	0.880	0.840	0.780	0.817	0.043	5.3	81.7
MC-LR	ND	0.690	0.810	0.790	0.800	0.860	0.780	0.788	0.056	7.1	78.8
MC-WR	ND	0.780	0.730	0.845	0.790	0.810	0.706	0.777	0.051	6.6	77.7
MC-LA	ND	0.732	0.670	0.663	0.631	0.690	0.700	0.681	0.035	5.1	68.1
MC-LY	ND	0.850	0.770	0.840	0.940	0.880	0.930	0.868	0.063	7.3	86.8
MC-LW	ND	1.05	0.935	0.980	0.960	0.980	1.09	0.999	0.059	5.9	100
MC-LF	ND	0.720	0.720	0.730	0.660	0.700	0.830	0.727	0.056	7.8	72.7

附表 35 空白中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	8.88	9.38	9.15	9.32	9.40	9.17	9.22	0.20	2.1	92.2
MC-YR	ND	9.00	9.27	9.22	9.29	9.58	8.85	9.20	0.25	2.8	92.0
MC-HtyR	ND	8.85	8.96	8.88	9.66	9.30	8.91	9.09	0.32	3.5	90.9
MC-LR	ND	8.51	8.31	8.40	9.07	8.47	8.52	8.55	0.27	3.1	85.5
MC-WR	ND	9.36	9.63	9.40	9.45	9.22	9.07	9.36	0.19	2.1	93.6
MC-LA	ND	8.28	8.43	8.25	8.31	8.58	8.36	8.37	0.12	1.5	83.7

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LY	ND	9.85	9.85	9.94	10.5	10.1	10.2	10.1	0.24	2.4	101
MC-LW	ND	10.4	11.6	9.59	10.5	9.58	11.5	10.5	0.88	8.3	105
MC-LF	ND	8.73	8.6	8.48	8.64	8.89	8.84	8.70	0.15	1.8	87.0

附表 36 空白高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	43.6	44.4	44.6	47.7	47.4	47.8	45.9	1.9	4.2	102
MC-YR	ND	43.0	43.2	43.3	43.5	43.2	45.4	43.6	0.89	2.0	96.9
MC-HtyR	ND	37.4	36.5	37.1	37.1	36.8	37.4	37.1	0.36	1.0	82.4
MC-LR	ND	37.9	37.5	38.1	38.9	37.6	38.6	38.1	0.57	1.5	84.6
MC-WR	ND	40.6	40.3	40.8	38.5	37.9	38.6	39.4	1.3	3.2	87.7
MC-LA	ND	45.4	47.2	48.5	49.2	50.0	51.7	48.6	2.2	4.5	108
MC-LY	ND	43.8	43.2	42.9	43.1	42.6	43.6	43.2	0.44	1.0	96.0
MC-LW	ND	50.5	52.4	51.9	53.2	54.7	50.8	52.3	1.6	3.0	116
MC-LF	ND	46.8	47.8	47.3	47.6	48.8	49.0	47.9	0.86	1.8	106

附表 37 地表水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.970	1.02	0.990	1.06	1.07	0.980	1.02	0.042	4.2	102
MC-YR	ND	0.950	0.810	0.820	0.770	0.830	1.09	0.878	0.12	14	87.8
MC-HtyR	ND	0.830	0.840	0.700	0.830	0.710	0.750	0.777	0.064	8.3	77.7
MC-LR	ND	0.760	0.900	0.640	0.880	0.800	0.600	0.763	0.12	16	76.3
MC-WR	ND	0.700	0.760	0.690	0.830	0.800	0.770	0.758	0.055	7.2	75.8
MC-LA	ND	0.860	0.940	0.980	0.940	0.910	0.960	0.932	0.042	4.5	93.2

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LY	ND	0.950	0.920	1.01	0.900	0.900	0.770	0.908	0.079	8.7	90.8
MC-LW	ND	0.916	1.08	0.952	0.898	0.867	1.10	0.969	0.098	10	96.9
MC-LF	ND	0.940	0.860	0.900	0.990	0.820	0.950	0.910	0.063	6.9	91.0

附表 38 地表水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	10.9	10.4	10.8	10.8	11.2	11.1	10.9	0.28	2.6	109
MC-YR	ND	9.34	9.83	9.38	9.44	9.33	9.47	9.47	0.19	2.0	94.7
MC-Hty R	ND	8.53	8.5	8.63	8.86	8.73	8.43	8.61	0.16	1.9	86.1
MC-LR	ND	8.29	8.69	8.65	8.75	8.74	8.81	8.66	0.19	2.2	86.6
MC-WR	ND	7.64	7.87	7.83	8.96	9.16	9.28	8.46	0.75	8.9	84.6
MC-LA	ND	10.3	9.91	10.5	9.43	10.6	9.56	10.0	0.47	4.7	100
MC-LY	ND	9.57	9.94	9.81	10.1	10.0	9.59	9.83	0.21	2.2	98.3
MC-LW	ND	11.6	10.7	9.5	11.8	10.5	10.6	10.8	0.83	7.7	108
MC-LF	ND	9.18	9.12	9.6	9.66	9.77	9.92	9.54	0.32	3.4	95.4

附表 39 地表水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	46.6	47.8	47.5	52.0	54.5	53.2	50.3	3.4	6.7	112
MC-YR	ND	40.6	40.4	39.9	44.0	48.1	45.7	43.1	3.4	7.8	95.8
MC-Hty	ND	36.4	36.9	36.4	36.7	38.3	37.5	37.0	0.73	2.0	82.3

目标化合物	实际样品测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
R											
MC-LR	ND	36.4	37.8	37.9	37.6	39.4	39.4	38.1	1.1	3.0	84.6
MC-WR	ND	38.6	39.3	39.5	40.3	43.0	41.4	40.3	1.6	4.0	89.6
MC-LA	ND	47.4	40.3	46.5	42.2	44.2	44.5	44.2	2.7	6.0	98.2
MC-LY	ND	42.4	42.4	43.1	36.3	38.7	37.3	40.0	3.0	7.4	88.9
MC-LW	ND	40.1	41.6	40.9	45.9	46.3	39.6	42.4	3.0	7.0	94.2
MC-LF	ND	45.0	46.4	44.1	48.5	51.8	49.8	47.6	2.9	6.2	106

附表 40 地下水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合物	实际样品测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.980	0.990	0.930	1.00	1.03	1.06	0.998	0.044	4.5	99.8
MC-YR	ND	0.890	0.820	0.880	0.820	0.880	0.840	0.855	0.032	3.8	85.5
MC-HtyR	ND	0.730	0.650	0.810	0.680	0.740	0.750	0.727	0.056	7.7	72.7
MC-LR	ND	0.630	0.750	0.650	0.730	0.750	0.720	0.705	0.052	7.4	70.5
MC-WR	ND	0.740	0.750	0.750	0.720	0.750	0.730	0.740	0.013	1.7	74.0
MC-LA	ND	0.880	0.910	0.940	0.880	0.950	0.860	0.903	0.036	4.0	90.3
MC-LY	ND	0.840	0.890	0.910	0.880	0.910	0.930	0.893	0.031	3.5	89.3
MC-LW	ND	0.958	0.895	1.14	1.05	0.921	1.05	1.00	0.092	9.2	100
MC-LF	ND	0.910	0.880	0.830	0.850	0.860	0.850	0.863	0.028	3.2	86.3

附表 41 地下水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合物	实际样品测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	9.47	9.59	9.01	9.99	10.7	10.36	9.85	0.62	6.3	98.5



目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-YR	ND	8.33	8.66	8.18	8.92	9.17	9.18	8.74	0.42	4.9	87.4
MC-HtyR	ND	7.92	7.73	7.86	8.94	8.86	8.68	8.33	0.55	6.6	83.3
MC-LR	ND	7.18	7.32	7.68	8.50	8.37	8.09	7.86	0.55	7.0	78.6
MC-WR	ND	7.97	7.79	7.86	8.00	7.92	7.79	7.89	0.09	1.1	78.9
MC-LA	ND	8.92	8.51	8.48	9.85	9.54	9.73	9.17	0.61	6.7	91.7
MC-LY	ND	9.13	9.28	9.21	10.4	10.3	9.86	9.69	0.56	5.8	96.9
MC-LW	ND	11.6	11.6	11.3	10.0	9.5	11.0	10.8	0.90	8.3	108
MC-LF	ND	8.3	8.27	8.35	9.58	9.37	9.04	8.82	0.59	6.7	88.2

附表 42 地下水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	51.4	51.9	51.1	44.5	43.1	44.7	47.8	4.1	8.6	106
MC-YR	ND	44.8	45.6	45.7	38.3	37.4	38.3	41.7	4.1	9.7	92.6
MC-HtyR	ND	36.9	39.2	36.8	35.9	35.3	36.1	36.7	1.4	3.7	81.5
MC-LR	ND	37.6	37.3	37.0	34.0	35.0	35.8	36.1	1.4	4.0	80.3
MC-WR	ND	40.7	41.9	41.9	38.8	38.6	39.8	40.3	1.5	3.6	89.5
MC-LA	ND	51.4	51.8	52.1	42.6	41.6	42.4	47.0	5.3	11	104
MC-LY	ND	34.2	36.1	35.0	41.1	40.6	43.6	38.4	3.8	10	85.4
MC-LW	ND	45.6	46.5	50.8	43.8	41.4	42.7	45.1	3.3	7.4	100
MC-LF	ND	48.8	48.9	49.8	41.7	39.1	41.6	45.0	4.7	10	100

附表 43 海水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.990	0.880	0.930	1.02	1.01	1.07	0.983	0.068	6.9	98.3

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-YR	ND	0.880	0.680	0.800	1.02	0.860	0.940	0.863	0.12	14	86.3
MC-HtyR	ND	0.700	0.830	0.810	0.870	0.750	0.770	0.788	0.061	7.7	78.8
MC-LR	ND	0.810	0.740	0.770	0.730	0.770	0.640	0.743	0.058	7.8	74.3
MC-WR	ND	0.760	0.740	0.800	0.900	0.840	0.890	0.822	0.066	8.1	82.2
MC-LA	ND	0.880	0.850	0.880	0.960	0.960	0.970	0.917	0.052	5.7	91.7
MC-LY	ND	0.950	0.850	1.04	0.990	0.990	0.970	0.965	0.064	6.6	96.5
MC-LW	ND	1.03	1.15	1.12	1.01	1.11	1.02	1.07	0.060	5.6	107
MC-LF	ND	0.950	0.820	0.770	0.970	1.02	0.970	0.917	0.10	11	91.7

附表 44 海水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化 合物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	10.8	10.7	10.7	10.0	10.4	10.3	10.5	0.29	2.7	105
MC-YR	ND	9.9	10.1	10.3	9.69	9.68	9.65	9.87	0.24	2.5	98.7
MC-Hty R	ND	9.59	9.36	9.61	8.69	9.04	8.92	9.20	0.38	4.1	92.0
MC-LR	ND	8.82	8.47	8.71	8.58	8.68	8.06	8.55	0.27	3.1	85.5
MC-WR	ND	9.61	9.63	9.65	7.96	8.06	8.1	8.84	0.87	9.9	88.4
MC-LA	ND	9.72	9.87	9.79	9.20	9.32	9.41	9.55	0.28	2.9	95.5
MC-LY	ND	11.1	11.3	11.1	10.6	10.8	10.5	10.9	0.32	3.0	109
MC-LW	ND	11.7	10.9	10.2	11.8	11.6	11.0	11.2	0.61	5.4	112
MC-LF	ND	9.74	10.1	10.0	9.57	9.81	10.2	9.91	0.24	2.4	99.1

附表 45 海水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化 合物	实际样 品测定	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$	标准偏 差 $S_i$	相对标 准偏差	回收 率
		1	2	3	4	5	6				

目标化合物	实际样品测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	41.7	41.4	40.4	50.5	50.5	50.5	45.8	5.1	11	102
MC-YR	ND	39.3	39.0	38.6	46.8	47.3	47.8	43.1	4.6	11	95.8
MC-HtyR	ND	37.4	38.5	37.4	40.6	40.4	40.4	39.1	1.5	3.9	86.9
MC-LR	ND	35.6	36.8	35.9	38.5	38.4	38.5	37.3	1.3	3.6	82.9
MC-WR	ND	40.9	42.8	40.4	41.4	41.3	40.7	41.2	0.84	2.0	91.6
MC-LA	ND	39.6	40.1	38.5	48.1	48.8	50.3	44.2	5.4	12	98.3
MC-LY	ND	45.8	46.5	45.5	50.3	51.0	50.2	48.2	2.6	5.3	107
MC-LW	ND	43.9	45.5	44.4	42.9	51.3	49.4	46.2	3.3	7.2	103
MC-LF	ND	43.6	43.8	41.6	54.0	53.9	53.3	48.3	5.9	12	107

附表 46 空白低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合物	实际样品测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.905	0.977	0.976	0.874	0.946	1.06	0.966	0.065	6.8	96.6
MC-YR	ND	0.760	0.853	0.838	0.814	0.853	0.915	0.855	0.037	4.4	85.5
MC-HtyR	ND	0.962	1.06	1.06	0.876	1.09	0.943	1.01	0.093	9.2	101
MC-LR	ND	0.920	0.902	1.02	0.937	1.02	0.887	0.954	0.064	6.8	95.4
MC-WR	ND	1.01	1.02	1.10	1.15	1.08	0.985	1.07	0.065	6.1	107
MC-LA	ND	0.722	0.684	0.812	0.642	0.701	0.783	0.724	0.071	10	72.4
MC-LY	ND	0.782	0.646	0.724	0.660	0.770	0.754	0.711	0.056	7.8	71.1
MC-LW	ND	0.881	0.861	0.861	0.940	1.09	1.07	0.963	0.11	11	96.3
MC-LF	ND	0.978	1.00	0.858	1.11	0.880	1.04	0.980	0.11	11	98.0

附表 47 空白中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化	实际样	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	平均值	标准偏	相对标	回收
-----	-----	--------------------------	-----	-----	-----	----

		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	8.66	8.45	8.56	9.16	9.08	9.24	8.86	0.34	3.8	88.6
MC-YR	ND	8.99	9.72	8.42	9.17	8.32	8.88	8.92	0.51	5.8	89.2
MC-Hty R	ND	8.95	8.17	9.27	8.84	8.33	9.17	8.79	0.45	5.1	87.9
MC-LR	ND	9.15	7.36	8.44	9.83	9.19	10.0	9.00	0.98	11	90.0
MC-WR	ND	12.0	10.1	9.20	10.4	9.28	9.33	10.0	1.1	11	100
MC-LA	ND	8.53	9.10	7.43	8.52	6.71	7.57	7.98	0.89	11	79.8
MC-LY	ND	9.56	7.53	8.34	8.71	8.87	9.79	8.80	0.83	9.4	88.0
MC-LW	ND	9.22	8.70	8.81	9.18	7.96	8.07	8.65	0.54	6.2	86.5
MC-LF	ND	9.17	7.13	9.00	8.67	7.55	10.8	8.72	1.3	15	87.2

附表 48 空白高浓度加标样品（45.0  $\mu\text{g/L}$ ）精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合物	实际样品测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	44.3	42.8	42.3	42.0	41.5	43.4	42.7	1.0	2.4	94.9
MC-YR	ND	48.5	55.0	46.2	45.6	49.7	45.3	48.4	3.7	7.6	108
MC-Hty R	ND	35.5	37.6	36.9	32.2	34.4	37.9	35.8	2.2	6.1	79.5
MC-LR	ND	34.3	37.5	38.2	39.2	33.5	36.8	36.6	2.2	6.1	81.3
MC-WR	ND	44.9	40.5	43.0	34.9	31.4	41.7	39.4	5.2	13	87.6
MC-LA	ND	40.4	40.0	40.0	45.0	34.2	45.9	40.9	4.2	10	90.9
MC-LY	ND	37.4	41.9	37.4	35.5	33.6	34.8	36.8	2.9	7.9	81.7
MC-LW	ND	39.3	39.6	41.0	37.7	41.7	43.3	40.4	2.0	4.9	89.8
MC-LF	ND	38.2	38.6	40.0	38.4	40.5	43.5	39.8	2.0	5.0	88.5

附表 49 地表水低浓度加标样品（1.00  $\mu\text{g/L}$ ）精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合物	实际样品测定值	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.924	0.951	0.935	0.981	1.00	0.949	0.957	0.029	3.1	95.7
MC-YR	ND	0.711	0.833	0.763	0.924	0.880	0.759	0.812	0.081	10	81.2
MC-HtyR	ND	0.927	0.891	0.887	0.819	1.08	1.02	0.937	0.10	10	93.7
MC-LR	ND	0.925	0.700	0.809	0.742	0.888	0.971	0.839	0.11	13	83.9
MC-WR	ND	0.980	1.02	1.03	0.960	0.950	0.956	0.983	0.034	3.5	98.3
MC-LA	ND	0.687	0.761	0.613	0.891	0.781	0.649	0.730	0.10	14	73.0
MC-LY	ND	0.742	0.816	1.02	0.670	0.974	0.655	0.813	0.15	19	81.3
MC-LW	ND	0.823	0.881	1.16	0.853	0.996	0.913	0.937	0.12	13	93.7
MC-LF	ND	0.947	0.914	0.895	0.857	1.07	0.978	0.944	0.075	7.9	94.4

附表 50 地表水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 青海省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	8.93	8.70	8.38	9.16	9.06	8.66	8.81	0.29	3.3	88.1
MC-YR	ND	7.93	8.15	7.47	8.18	7.76	7.14	7.77	0.41	5.2	77.7
MC-HtyR	ND	8.84	7.93	6.75	7.78	8.19	7.35	7.81	0.72	9.2	78.1
MC-LR	ND	8.23	8.71	7.04	8.14	8.55	7.74	8.07	0.61	7.5	80.7
MC-WR	ND	7.16	8.28	7.87	9.45	9.37	9.13	8.54	0.92	11	85.4
MC-LA	ND	7.46	7.95	7.23	8.32	7.30	7.30	7.59	0.44	5.8	75.9
MC-LY	ND	8.86	6.53	8.58	8.32	8.28	7.08	7.94	0.92	12	79.4
MC-LW	ND	7.46	7.00	6.34	8.93	8.86	7.49	7.68	1.0	13	76.8
MC-LF	ND	6.25	6.81	8.98	7.80	8.89	6.00	7.45	1.3	17	74.5

附表 51 地表水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 青海省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	38.2	38.4	39.9	43.8	44.6	44.8	41.6	3.1	7.5	92.5
MC-YR	ND	34.8	38.1	37.3	46.9	41.0	45.8	40.6	4.9	12	90.3
MC-HtyR	ND	36.9	31.3	33.3	33.3	33.8	32.6	33.5	1.9	5.5	74.5
MC-LR	ND	32.0	33.9	36.4	34.6	32.7	39.5	34.8	2.7	7.9	77.4
MC-WR	ND	34.1	32.9	34.8	40.7	42.7	45.4	38.4	5.2	14	85.4
MC-LA	ND	32.5	29.6	35.3	37.8	34.1	44.5	35.6	5.1	14	79.2
MC-LY	ND	31.2	33.9	34.8	28.8	31.2	34.5	32.4	2.4	7.3	72.0
MC-LW	ND	29.6	31.7	35.2	35.0	37.9	35.8	34.2	3.0	8.8	76.0
MC-LF	ND	33.5	30.9	41.3	38.2	35.5	34.0	35.6	3.7	10	79.0

附表 52 地下水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 青海省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.939	0.912	0.977	0.954	1.01	1.02	0.968	0.041	4.2	96.8
MC-YR	ND	0.823	0.746	0.900	0.863	0.731	0.963	0.838	0.090	11	83.8
MC-HtyR	ND	0.975	0.905	1.07	0.839	0.875	0.936	0.933	0.081	8.6	93.3
MC-LR	ND	0.924	0.861	0.854	0.901	0.861	0.933	0.889	0.035	3.9	88.9
MC-WR	ND	0.904	0.966	1.06	1.03	1.01	1.02	1.00	0.056	5.6	100
MC-LA	ND	0.643	0.540	0.617	0.652	0.704	0.840	0.666	0.10	15	66.6
MC-LY	ND	0.781	0.769	0.757	0.666	0.790	0.827	0.765	0.054	7.1	76.5
MC-LW	ND	1.06	0.778	0.749	1.01	0.714	0.681	0.832	0.16	19	83.2
MC-LF	ND	0.781	0.934	0.906	0.954	0.718	0.674	0.828	0.12	14	82.8

附表 53 地下水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 青海省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	8.09	8.21	8.28	9.06	9.16	8.93	8.62	0.48	5.5	86.2
MC-YR	ND	7.65	8.34	7.44	9.28	8.92	7.34	8.16	0.81	10	81.6
MC-HtyR	ND	7.08	6.98	7.81	8.15	7.40	7.60	7.50	0.44	5.9	75.0
MC-LR	ND	6.66	7.06	7.17	7.77	7.89	7.81	7.39	0.50	6.8	73.9
MC-WR	ND	8.29	8.66	7.58	7.89	8.16	8.81	8.23	0.46	5.6	82.3
MC-LA	ND	7.30	6.56	5.91	8.44	7.97	6.62	7.13	0.95	13	71.3
MC-LY	ND	7.26	6.91	7.11	7.32	9.15	7.14	7.48	0.83	11	74.8
MC-LW	ND	6.60	7.46	7.86	8.85	9.32	8.08	8.03	0.97	12	80.3
MC-LF	ND	7.05	7.18	7.06	7.28	8.28	8.19	7.51	0.57	7.6	75.1

附表 54 地下水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	43.3	42.9	44.5	36.8	35.9	36.1	39.9	4.0	10	88.7
MC-YR	ND	42.9	37.5	42.7	32.2	36.7	38.7	38.4	4.0	10	85.4
MC-HtyR	ND	29.5	29.7	33.7	30.7	30.8	26.7	30.2	2.3	7.6	67.1
MC-LR	ND	31.5	35.7	34.3	31.2	28.9	30.9	32.1	2.5	7.7	71.3
MC-WR	ND	35.6	34.6	33.1	41.9	34.6	34.1	35.6	3.2	8.9	79.2
MC-LA	ND	34.7	34.7	40.3	39.8	29.1	28.9	34.6	4.9	14	76.9
MC-LY	ND	33.6	37.8	30.5	32.6	31.9	31.6	33.0	2.6	7.7	73.3
MC-LW	ND	36.1	37.4	35.5	36.5	32.0	36.4	35.6	1.9	5.3	79.2
MC-LF	ND	35.9	29.5	41.5	28.8	30.5	36.1	33.7	4.9	15	74.9

附表 55 海水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.954	0.919	0.889	1.02	0.963	0.979	0.954	0.046	4.8	95.4
MC-YR	ND	0.895	0.803	0.762	0.886	0.876	1.02	0.874	0.090	10	87.4
MC-HtyR	ND	0.929	0.780	0.799	0.940	1.08	1.05	0.930	0.12	13	93.0
MC-LR	ND	1.03	0.937	0.735	0.960	1.08	0.931	0.945	0.12	12	94.5
MC-WR	ND	1.10	0.945	1.07	1.09	0.973	1.12	1.05	0.074	7.0	105
MC-LA	ND	0.626	0.933	0.715	0.872	0.675	0.884	0.784	0.13	16	78.4
MC-LY	ND	0.753	0.740	0.812	0.968	0.854	1.08	0.868	0.13	15	86.8
MC-LW	ND	0.765	0.820	1.19	1.01	0.927	0.874	0.932	0.15	17	93.2
MC-LF	ND	0.984	1.01	0.887	0.908	1.16	0.970	0.988	0.10	9.9	98.8

附表 56 海水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	9.01	9.08	9.23	7.80	7.92	8.11	8.52	0.65	7.6	85.2
MC-YR	ND	8.27	7.21	8.39	7.12	6.76	6.18	7.32	0.86	12	73.2
MC-Hty R	ND	8.97	8.85	7.51	7.80	7.03	6.28	7.74	1.0	13	77.4
MC-LR	ND	7.52	7.94	8.07	6.67	7.06	6.41	7.28	0.68	9.3	72.8
MC-WR	ND	9.21	8.20	9.04	7.95	8.33	7.63	8.39	0.61	7.3	83.9
MC-LA	ND	7.13	7.88	8.31	7.87	6.43	6.71	7.39	0.74	10	73.9
MC-LY	ND	8.49	8.43	9.45	7.17	7.39	7.05	7.99	0.95	12	79.9
MC-LW	ND	8.46	7.71	8.47	7.42	8.26	6.88	7.87	0.64	8.2	78.7
MC-LF	ND	8.54	8.32	7.03	6.38	7.69	5.53	7.25	1.2	16	72.5

附表 57 海水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化	实际样	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	平均值	标准偏	相对标	回收
-----	-----	--------------------------	-----	-----	-----	----



		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	38.7	38.5	37.7	44.7	44.9	42.8	41.2	3.3	8.0	91.6
MC-YR	ND	35.5	35.3	33.2	46.7	46.8	38.0	39.2	6.0	15	87.2
MC-HtyR	ND	26.2	31.5	31.2	29.8	27.5	27.2	28.9	2.2	7.7	64.2
MC-LR	ND	36.5	40.4	33.9	32.3	31.9	30.7	34.3	3.6	11	76.2
MC-WR	ND	36.4	36.9	32.2	43.1	34.4	39.1	37.0	3.8	10	82.3
MC-LA	ND	28.7	26.8	30.2	41.7	36.0	34.8	33.1	5.5	17	73.5
MC-LY	ND	32.8	33.8	34.4	35.2	37.6	42.1	36.0	3.4	9.4	79.9
MC-LW	ND	36.2	33.2	35.5	45.9	51.9	39.1	40.3	7.2	18	89.6
MC-LF	ND	39.4	33.4	30.7	48.6	36.3	31.0	36.6	6.7	18	81.3

附表 58 空白低浓度加标样品 (1.00 µg/L) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 (µg/L)	测定结果 (µg/L)						平均值 $x_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.760	0.815	0.677	0.813	0.903	0.796	0.794	0.074	9.4	79.4
MC-YR	ND	0.641	0.823	0.812	0.740	0.714	0.818	0.758	0.073	9.7	75.8
MC-HtyR	ND	0.734	0.797	0.762	0.862	0.827	0.818	0.800	0.046	5.8	80.0
MC-LR	ND	0.719	0.759	0.890	0.762	0.787	0.764	0.780	0.058	7.5	78.0
MC-WR	ND	0.861	1.054	0.863	1.053	0.962	0.962	0.959	0.086	8.9	95.9
MC-LA	ND	0.652	0.749	0.735	0.755	0.768	0.771	0.738	0.044	6.0	73.8
MC-LY	ND	0.703	0.799	0.754	0.842	0.722	0.775	0.766	0.051	6.6	76.6
MC-LW	ND	0.654	0.784	0.665	0.651	0.739	0.760	0.709	0.059	8.3	70.9
MC-LF	ND	0.747	0.915	0.757	0.847	0.792	0.804	0.810	0.063	7.7	81.0

附表 59 空白中浓度加标样品 (10.0 µg/L) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样 品测定 值 (µg/L)	测定结果 (µg/L)						平均值 $x_i$ (µg/L)	标准偏 差 $S_i$ (µg/L)	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	9.00	8.27	8.24	8.68	9.15	8.83	8.69	0.38	4.3	86.9
MC-YR	ND	8.08	8.23	7.77	7.74	7.85	7.97	7.94	0.19	2.4	79.4
MC-Hty R	ND	8.63	8.74	8.54	8.84	8.83	8.99	8.76	0.16	1.8	87.6
MC-LR	ND	7.21	7.18	6.56	7.08	7.50	6.94	7.08	0.31	4.4	70.8
MC-WR	ND	9.20	9.11	9.28	9.15	8.09	8.26	8.85	0.53	6.0	88.5
MC-LA	ND	7.54	7.71	7.54	7.49	7.49	7.91	7.61	0.17	2.2	76.1
MC-LY	ND	7.45	7.66	7.44	7.62	7.60	7.54	7.55	0.092	1.2	75.5
MC-LW	ND	8.72	8.40	8.08	7.68	8.17	7.44	8.08	0.47	5.8	80.8
MC-LF	ND	7.94	8.18	7.99	7.64	7.88	7.50	7.86	0.25	3.1	78.6

附表 60 空白高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	43.1	43.2	44.3	45.3	44.4	44.7	44.2	0.85	1.9	98.2
MC-YR	ND	43.5	44.6	44.0	44.8	45.8	43.6	44.4	0.86	1.9	98.6
MC-Hty R	ND	37.3	37.6	37.5	38.5	38.0	38.1	37.8	0.44	1.2	84.1
MC-LR	ND	33.9	34.2	34.1	34.4	34.8	31.5	33.8	1.2	3.5	75.2
MC-WR	ND	38.8	42.8	46.1	39.5	42.0	38.0	41.2	3.03	7.4	91.6
MC-LA	ND	39.3	39.4	39.3	41.0	41.1	40.4	40.1	0.84	2.1	89.1
MC-LY	ND	34.4	34.6	33.4	34.8	35.8	34.8	34.6	0.77	2.2	76.9
MC-LW	ND	39.6	40.1	40.7	41.1	42.4	42.5	41.1	1.2	2.9	91.2
MC-LF	ND	39.3	40.2	40.8	41.1	42.6	41.2	40.9	1.1	2.7	90.9

附表 61 地表水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.827	0.840	0.858	0.858	0.861	0.895	0.856	0.023	2.7	85.6
MC-YR	ND	0.626	0.624	0.578	0.688	0.713	0.639	0.645	0.049	7.5	64.5
MC-HtyR	ND	0.822	0.800	0.801	0.809	0.826	0.834	0.815	0.014	1.7	81.5
MC-LR	ND	0.538	0.643	0.619	0.602	0.526	0.547	0.579	0.049	8.4	57.9
MC-WR	ND	0.817	0.827	0.922	1.037	0.732	1.048	0.897	0.13	14	89.7
MC-LA	ND	0.743	0.663	0.667	0.738	0.696	0.704	0.702	0.034	4.9	70.2
MC-LY	ND	0.702	0.689	0.655	0.759	0.682	0.737	0.704	0.038	5.4	70.4
MC-LW	ND	0.640	0.537	0.657	0.646	0.648	0.681	0.635	0.050	7.9	63.5
MC-LF	ND	0.696	0.716	0.685	0.746	0.698	0.770	0.718	0.033	4.6	71.8

附表 62 地表水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	8.26	8.07	9.43	9.00	8.42	8.50	8.61	0.51	5.9	86.1
MC-YR	ND	7.32	6.92	7.65	7.13	7.48	7.18	7.28	0.26	3.6	72.8
MC-HtyR	ND	8.48	8.53	8.96	8.90	8.77	8.82	8.74	0.20	2.3	87.4
MC-LR	ND	5.15	6.19	6.82	6.89	6.59	6.41	6.34	0.64	10	63.4
MC-WR	ND	6.46	5.63	6.85	7.30	7.38	6.81	6.74	0.64	9.5	67.4
MC-LA	ND	7.34	7.19	7.56	7.62	7.68	7.40	7.47	0.19	2.5	74.7
MC-LY	ND	7.25	7.03	7.65	7.14	7.64	7.12	7.31	0.27	3.7	73.1
MC-LW	ND	7.55	6.97	9.10	7.77	7.93	7.67	7.83	0.70	9.0	78.3
MC-LF	ND	7.19	7.56	8.84	8.04	8.16	7.66	7.91	0.57	7.3	79.1

附表 63 地表水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化	实际样	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	平均值	标准偏	相对标	回收
-----	-----	--------------------------	-----	-----	-----	----

		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	37.8	38.6	38.7	41.5	43.3	42.1	40.3	2.3	5.7	89.7
MC-YR	ND	35.3	38.2	36.6	43.2	41.9	43.0	39.7	3.4	8.6	88.2
MC-HtyR	ND	37.0	36.6	36.5	37.3	36.8	37.0	36.9	0.28	0.76	81.9
MC-LR	ND	30.8	33.0	32.5	34.4	32.9	34.0	32.9	1.3	3.8	73.2
MC-WR	ND	36.0	38.9	36.2	42.7	39.0	38.4	38.5	2.4	6.3	85.6
MC-LA	ND	35.0	35.7	34.6	41.2	39.2	39.5	37.5	2.8	7.4	83.4
MC-LY	ND	31.9	33.1	33.0	34.5	33.8	33.2	33.3	0.86	2.6	73.9
MC-LW	ND	37.4	39.4	37.4	39.9	36.9	39.3	38.4	1.3	3.3	85.3
MC-LF	ND	35.1	36.4	36.1	41.6	39.3	40.5	38.2	2.6	6.9	84.8

附表 64 地下水低浓度加标样品 (1.00 µg/L) 精密度和正确度验证数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 8 月 17 日

目标化合物	实际样品测定值 (µg/L)	测定结果 (µg/L)						平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.776	0.778	0.813	0.868	0.844	0.887	0.828	0.047	5.6	82.8
MC-YR	ND	0.631	0.693	0.740	0.621	0.682	0.642	0.668	0.045	6.8	66.8
MC-HtyR	ND	0.758	0.749	0.770	0.797	0.796	0.837	0.784	0.032	4.1	78.4
MC-LR	ND	0.667	0.587	0.544	0.469	0.610	0.627	0.584	0.069	12	58.4
MC-WR	ND	0.704	0.862	0.967	0.981	0.996	0.731	0.874	0.13	15	87.4
MC-LA	ND	0.715	0.698	0.652	0.704	0.745	0.730	0.707	0.032	4.5	70.7
MC-LY	ND	0.649	0.709	0.658	0.674	0.697	0.693	0.680	0.024	3.5	68.0
MC-LW	ND	0.540	0.558	0.681	0.677	0.645	0.667	0.628	0.063	10	62.8
MC-LF	ND	0.680	0.745	0.686	0.694	0.727	0.790	0.720	0.043	5.9	72.0

附表 65 地下水中浓度加标样品 (10.0 µg/L) 精密度和正确度验证数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 8 月 17 日

目标化合物	实际样品测定值 (µg/L)	测定结果 (µg/L)						平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	7.32	7.15	7.09	8.13	8.19	8.25	7.69	0.56	7.2	76.9
MC-YR	ND	6.66	6.76	6.76	7.55	7.11	7.02	6.98	0.33	4.7	69.8
MC-Hty R	ND	7.44	7.45	7.33	8.17	8.21	8.15	7.79	0.43	5.5	77.9
MC-LR	ND	5.73	5.46	5.37	7.18	5.80	5.85	5.90	0.66	11	59.0
MC-WR	ND	6.64	6.51	6.24	6.71	6.08	6.78	6.49	0.28	4.3	64.9
MC-LA	ND	6.78	6.34	6.81	7.67	7.15	7.44	7.03	0.49	6.9	70.3
MC-LY	ND	6.21	6.17	6.25	7.51	6.80	7.07	6.67	0.55	8.2	66.7
MC-LW	ND	7.39	6.80	6.83	7.70	7.32	7.76	7.30	0.41	5.6	73.0
MC-LF	ND	6.89	6.29	6.60	7.64	7.50	7.63	7.09	0.58	8.2	70.9

附表 66 地下水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	42.7	42.7	42.4	35.5	35.4	34.8	38.9	4.0	10	86.5
MC-YR	ND	41.7	43.3	44.6	35.6	37.1	34.6	39.5	4.3	11	87.7
MC-Hty R	ND	36.4	36.8	36.4	34.6	34.2	34.2	35.4	1.2	3.4	78.7
MC-LR	ND	35.1	33.3	33.8	31.1	32.5	32.1	33.0	1.4	4.3	73.3
MC-WR	ND	36.3	37.6	39.1	37.2	40.2	37.3	37.9	1.4	3.7	84.3
MC-LA	ND	39.0	39.6	40.5	31.4	32.9	31.2	35.8	4.4	12	79.6
MC-LY	ND	32.5	33.9	35.0	30.3	32.2	30.2	32.4	1.9	5.9	71.9
MC-LW	ND	39.6	39.9	39.5	35.1	39.0	33.1	37.7	2.9	7.7	83.8
MC-LF	ND	40.2	41.4	41.0	32.8	34.9	31.9	37.0	4.3	12	82.2

附表 67 海水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.816	0.760	0.826	0.885	0.907	0.879	0.845	0.055	6.5	84.5
MC-YR	ND	0.671	0.611	0.722	0.701	0.780	0.724	0.702	0.057	8.1	70.2
MC-HtyR	ND	0.766	0.741	0.758	0.818	0.837	0.837	0.793	0.043	5.4	79.3
MC-LR	ND	0.584	0.602	0.565	0.682	0.522	0.749	0.617	0.083	14	61.7
MC-WR	ND	0.986	0.705	0.834	0.915	1.07	0.871	0.897	0.13	14	89.7
MC-LA	ND	0.663	0.740	0.660	0.796	0.761	0.744	0.728	0.055	7.5	72.8
MC-LY	ND	0.667	0.661	0.690	0.797	0.780	0.747	0.724	0.059	8.2	72.4
MC-LW	ND	0.654	0.523	0.721	0.748	0.656	0.664	0.661	0.078	12	66.1
MC-LF	ND	0.745	0.665	0.692	0.810	0.816	0.751	0.746	0.061	8.2	74.6

附表 68 海水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化 合物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $s_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	9.15	8.96	8.68	7.71	8.31	8.86	8.61	0.52	6.1	86.1
MC-YR	ND	8.04	8.06	7.97	6.77	8.18	8.55	7.93	0.60	7.6	79.3
MC-Hty R	ND	8.66	8.60	8.48	7.42	8.50	8.63	8.38	0.48	5.7	83.8
MC-LR	ND	6.72	7.78	7.30	5.89	7.17	8.38	7.21	0.86	12	72.1
MC-WR	ND	7.76	8.63	8.38	6.19	7.71	8.45	7.86	0.90	11	78.6
MC-LA	ND	7.44	7.71	7.77	6.49	7.66	7.98	7.51	0.53	7.0	75.1
MC-LY	ND	7.28	7.47	7.63	6.28	7.89	7.88	7.40	0.60	8.1	74.0
MC-LW	ND	7.65	7.82	7.72	6.87	8.01	8.01	7.68	0.42	5.5	76.8
MC-LF	ND	7.66	8.20	8.02	6.58	7.84	8.22	7.75	0.61	7.9	77.5

附表 69 海水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	37.1	38.3	37.7	44.1	43.7	44.1	40.8	3.4	8.4	90.7
MC-YR	ND	40.2	39.9	40.4	47.8	49.9	43.9	43.7	4.3	9.9	97.1
MC-Hty R	ND	35.5	35.3	35.2	36.1	35.9	36.0	35.7	0.40	1.1	79.3
MC-LR	ND	36.2	34.2	34.7	37.9	35.6	34.6	35.5	1.4	3.8	79.0
MC-WR	ND	43.8	41.7	43.0	44.2	46.1	40.0	43.1	2.1	4.9	95.8
MC-LA	ND	35.8	34.9	36.7	40.9	41.9	40.4	38.4	3.0	7.8	85.4
MC-LY	ND	34.7	33.4	35.7	35.8	38.2	35.3	35.5	1.6	4.4	78.9
MC-LW	ND	41.6	41.2	41.2	45.1	48.1	42.8	43.3	2.8	6.4	96.3
MC-LF	ND	38.4	38.0	38.4	44.5	46.1	42.0	41.2	3.5	8.5	91.6

附表 70 空白低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.920	0.810	0.900	1.03	0.986	0.890	0.923	0.077	8.4	92.3
MC-YR	ND	0.958	0.870	0.840	0.990	0.745	0.770	0.862	0.098	11	86.2
MC-HtyR	ND	0.950	0.840	0.840	1.04	1.01	1.04	0.953	0.094	9.8	95.3
MC-LR	ND	0.720	0.860	0.784	0.850	0.823	0.720	0.793	0.062	7.9	79.3
MC-WR	ND	1.07	0.850	1.00	0.890	1.09	1.07	0.995	0.10	10	99.5
MC-LA	ND	1.00	0.920	0.940	0.860	0.790	0.810	0.887	0.081	9.1	88.7
MC-LY	ND	1.00	0.890	1.05	0.880	1.10	0.840	0.960	0.10	11	96.0
MC-LW	ND	0.770	0.870	0.740	0.860	0.720	0.750	0.785	0.064	8.2	78.5
MC-LF	ND	0.987	0.920	0.860	0.780	0.880	0.820	0.875	0.073	8.4	87.5

附表 71 空白中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化	实际样	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	平均值	标准偏	相对标	回收
-----	-----	--------------------------	-----	-----	-----	----

		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	11.7	8.90	9.87	10.3	9.19	8.28	9.71	1.2	12	97.1
MC-YR	ND	11.2	8.39	10.0	10.2	9.09	8.79	9.61	1.0	11	96.1
MC-Hty R	ND	9.92	7.51	10.9	10.3	7.39	7.71	8.95	1.6	18	89.5
MC-LR	ND	9.38	6.28	10.3	9.28	9.13	7.93	8.72	1.4	16	87.2
MC-WR	ND	8.93	7.58	10.2	9.11	12.1	11.2	9.86	1.6	17	98.6
MC-LA	ND	10.7	7.46	8.76	8.76	9.23	9.20	9.01	1.0	11	90.1
MC-LY	ND	10.9	7.84	9.55	8.89	8.96	7.98	9.02	1.1	12	90.2
MC-LW	ND	9.88	8.63	9.02	8.12	8.06	9.76	8.91	0.79	8.8	89.1
MC-LF	ND	8.68	8.23	9.57	9.32	8.35	7.39	8.59	0.79	9.2	85.9

附表 72 空白高浓度加标样品 (45.0 µg/L) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合物	实际样品测定值 (µg/L)	测定结果 (µg/L)						平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	49.7	44.2	47.4	43.8	46.4	50.3	46.9	2.7	5.8	104
MC-YR	ND	47.3	40.9	55.1	53.6	43.1	49.8	48.3	5.7	12	107
MC-Hty R	ND	47.3	35.6	43.5	37.0	43.5	43.2	41.7	4.5	11	92.7
MC-LR	ND	41.4	33.6	47.9	37.4	42.2	43.2	41.0	4.9	12	91.0
MC-WR	ND	44.4	39.0	40.5	44.6	44.7	44.7	43.0	2.6	5.9	95.5
MC-LA	ND	42.7	36.0	33.6	42.4	36.9	40.0	38.6	3.7	9.5	85.8
MC-LY	ND	44.2	45.4	42.8	44.0	38.7	40.0	42.5	2.6	6.1	94.5
MC-LW	ND	46.8	44.5	43.6	42.7	44.8	44.3	44.4	1.4	3.1	98.7
MC-LF	ND	47.7	39.6	40.4	40.4	39.7	40.5	41.4	3.1	7.5	92.0

附表 73 地表水低浓度加标样品 (1.00 µg/L) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合物	实际样品测定值	测定结果 (µg/L)						平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				



目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.910	0.910	0.950	1.00	1.15	0.980	0.983	0.089	9.1	98.3
MC-YR	ND	1.10	1.03	1.03	1.03	1.13	0.920	1.04	0.073	7.0	104
MC-HtyR	ND	0.940	0.880	0.870	0.800	0.900	0.830	0.870	0.050	5.7	87.0
MC-LR	ND	0.810	0.750	0.940	1.02	0.840	0.710	0.845	0.12	14	84.5
MC-WR	ND	0.680	1.01	1.16	1.02	1.17	0.850	0.982	0.19	19	98.2
MC-LA	ND	1.18	1.17	0.850	0.890	1.01	0.820	0.987	0.16	16	98.7
MC-LY	ND	0.750	0.980	1.11	0.910	0.820	0.720	0.882	0.15	17	88.2
MC-LW	ND	0.870	0.820	0.790	0.770	0.880	0.970	0.850	0.073	8.6	85.0
MC-LF	ND	0.850	0.760	0.690	0.750	0.770	0.850	0.778	0.062	8.0	77.8

附表 74 地表水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	8.73	11.3	9.96	7.99	9.64	8.76	9.39	1.2	12	93.9
MC-YR	ND	8.71	10.7	10.8	8.25	10.57	8.63	9.62	1.2	13	96.2
MC-HtyR	ND	8.18	8.7	10.4	9.24	11.33	8.05	9.32	1.3	14	93.2
MC-LR	ND	11.0	11.5	7.93	7.66	8.7	8.52	9.22	1.6	18	92.2
MC-WR	ND	9.89	9.21	11.1	8.23	10.3	11.5	10.0	1.2	12	100
MC-LA	ND	7.82	8.36	5.96	8.1	8.45	5.78	7.41	1.2	16	74.1
MC-LY	ND	10.3	12.5	9.95	8.34	8.74	7.67	9.58	1.7	18	95.8
MC-LW	ND	11.3	11.0	8.63	7.79	8.11	11.6	9.72	1.7	18	97.2
MC-LF	ND	8.43	7.42	8.47	7.45	7.33	8.42	7.92	0.57	7.2	79.2

附表 75 地表水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样 品测定 值	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样 品测定 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏 差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	45.3	49.4	43.7	48.2	49.0	46.8	47.1	2.2	4.8	105
MC-YR	ND	51.1	54.2	49.7	46.1	49.8	42.5	48.9	4.1	8.3	109
MC-Hty R	ND	50.9	45.1	40.5	35.3	37.6	37.5	41.1	5.9	14	91.4
MC-LR	ND	38.6	40.2	42.7	45.5	45.0	41.8	42.3	2.7	6.4	94.0
MC-WR	ND	52.1	49.3	56.9	57.5	48.9	53.8	53.1	3.7	6.9	118
MC-LA	ND	45.6	38.8	34.0	48.6	42.7	35.3	40.8	5.8	14	90.8
MC-LY	ND	33.9	41.0	50.7	41.2	49.3	35.8	42.0	6.8	16	93.3
MC-LW	ND	44.5	43.4	36.3	36.0	36.2	42.8	39.8	4.1	10	88.6
MC-LF	ND	40.5	40.4	50.9	40.5	40.6	39.5	42.1	4.4	10	93.5

附表 76 地下水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.820	0.810	1.00	0.820	0.910	0.840	0.867	0.075	8.6	86.7
MC-YR	ND	0.860	0.710	0.810	0.770	1.00	0.950	0.850	0.11	13	85.0
MC-HtyR	ND	0.820	1.05	0.960	0.910	1.07	0.880	0.948	0.098	10	94.8
MC-LR	ND	0.720	0.730	0.740	0.700	0.850	0.850	0.765	0.067	8.8	76.5
MC-WR	ND	0.870	0.830	0.840	1.040	1.060	1.180	0.970	0.14	15	97.0
MC-LA	ND	1.31	1.13	1.05	0.780	0.930	0.900	1.02	0.19	19	102
MC-LY	ND	0.820	1.16	0.760	1.07	1.23	1.02	1.01	0.19	18	101
MC-LW	ND	0.890	0.930	0.730	0.760	1.140	0.880	0.888	0.15	16	88.8
MC-LF	ND	0.880	0.770	0.810	0.740	0.930	0.660	0.798	0.097	12	79.8

附表 77 地下水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化	实际样品	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	平均值 $\bar{x}_i$	标准偏差	相对标准	回收率
-----	------	--------------------------	-----------------	------	------	-----

		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	9.84	8.55	8.43	9.3	10.9	9.05	9.35	0.93	9.9	93.5
MC-YR	ND	7.94	7.87	9.88	11.0	10.6	11.7	9.84	1.6	16	98.4
MC-HtyR	ND	9.1	7.19	7.52	8.26	8.67	8.22	8.16	0.71	8.7	81.6
MC-LR	ND	9.32	8.06	7.81	7.37	10.7	8.69	8.67	1.2	14	86.7
MC-WR	ND	10.7	11.0	7.53	9.25	10.4	9.19	9.68	1.3	13	96.8
MC-LA	ND	7.79	7.29	6.12	7.71	6.78	7.9	7.27	0.70	9.6	72.7
MC-LY	ND	7.45	8.99	8.34	8.58	9.71	8.28	8.56	0.76	8.8	85.6
MC-LW	ND	8.67	9.02	9.99	8.2	7.88	9.09	8.81	0.74	8.5	88.1
MC-LF	ND	9.56	9.59	8.23	7.31	8.52	9.51	8.79	0.93	11	87.9

附表 78 地下水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合物	实际样品测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	52.4	44.2	55.4	42.3	43.6	47.1	47.5	5.3	11	106
MC-YR	ND	48.2	35.4	47.4	40.6	32.3	50.5	42.4	7.5	18	94.2
MC-HtyR	ND	41.7	34.8	49.8	39.3	33.9	45.5	40.8	6.2	15	90.7
MC-LR	ND	39.2	30.8	39.4	43.3	30.7	41.6	37.5	5.4	15	83.3
MC-WR	ND	56.5	48.7	47.0	58.8	42.2	51.6	50.8	6.2	12	113
MC-LA	ND	41.3	49.6	45.5	35.8	30.7	49.5	42.0	7.6	18	93.4
MC-LY	ND	41.7	39.5	47.3	41.1	43.2	45.8	43.1	3.0	6.8	95.8
MC-LW	ND	43.6	43.2	43.8	50.9	48.7	45.6	46.0	3.2	6.9	102
MC-LF	ND	50.4	45.7	38.3	44.5	50.6	50.8	46.7	5.0	11	104

附表 79 海水低浓度加标样品 (1.00  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合物	实际样品测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.820	0.770	0.910	0.700	1.04	0.780	0.837	0.12	14	83.7
MC-YR	ND	0.910	1.10	0.940	0.810	0.880	0.750	0.898	0.12	13	89.8

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-HtyR	ND	0.910	1.03	0.880	0.750	1.01	0.820	0.900	0.11	12	90.0
MC-LR	ND	0.910	1.00	1.07	0.850	1.06	0.930	0.970	0.088	9.1	97.0
MC-WR	ND	0.840	0.950	0.880	0.650	1.18	0.900	0.900	0.17	19	90.0
MC-LA	ND	1.11	1.15	1.21	1.11	0.890	0.880	1.06	0.14	13	106
MC-LY	ND	1.02	0.880	0.910	1.00	1.07	0.850	0.955	0.087	9.1	95.5
MC-LW	ND	1.15	0.870	0.840	0.950	0.880	0.850	0.923	0.12	13	92.3
MC-LF	ND	0.689	0.800	1.17	1.09	0.990	0.960	0.950	0.18	19	95.0

附表 80 海水中浓度加标样品 (10.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	8.92	10.2	11.0	11.7	8.94	8.55	9.89	1.3	13	98.9
MC-YR	ND	6.45	8.83	7.99	9.44	7.62	8.78	8.19	1.1	13	81.9
MC-HtyR	ND	7.63	10.9	7.63	7.36	8.87	8.95	8.55	1.3	15	85.5
MC-LR	ND	8.06	8.04	10.5	7.88	9.88	7.89	8.71	1.2	13	87.1
MC-WR	ND	11.2	12.8	9.84	8.29	8.85	8.56	9.92	1.8	18	99.2
MC-LA	ND	10.2	8.19	9.23	9.11	9.25	8.11	9.01	0.77	8.5	90.1
MC-LY	ND	10.8	9.70	8.03	8.59	8.95	8.20	9.04	1.0	11	90.4
MC-LW	ND	8.18	11.0	9.89	7.82	10.3	9.85	9.50	1.2	13	95.0
MC-LF	ND	8.65	11.5	9.21	8.36	12.5	9.52	9.96	1.7	17	99.6

附表 81 海水高浓度加标样品 (45.0  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	42.3	40.6	39.3	43.3	58.8	35.8	43.3	8.0	19	96.3
MC-YR	ND	43.6	32.3	33.9	30.7	42.2	30.7	35.6	5.8	16	79.0

目标化合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-HtyR	ND	47.1	50.5	45.5	41.6	51.6	39.5	46.0	4.8	10	102
MC-LR	ND	41.1	50.9	55.4	47.4	49.8	49.4	49.0	4.7	9.6	109
MC-WR	ND	43.2	48.7	42.3	40.6	39.3	43.3	42.9	3.2	7.6	95.3
MC-LA	ND	45.8	45.6	47.0	58.8	40.2	42.2	46.6	6.5	14	104
MC-LY	ND	47.1	47.5	44.8	48.8	40.8	41.7	45.1	3.2	7.2	100
MC-LW	ND	33.1	45.1	39.0	50.8	46.5	44.5	43.2	6.2	14	95.9
MC-LF	ND	42.4	31.5	40.3	39.3	39.2	50.5	40.5	6.1	15	90.1

### 2.1.2 其他需要说明的问题

无。

## 2.2 方法验证数据汇总

### 2.2.1 方法检出限、测定下限汇总

方法检出限为6家实验室检出限的最大值，测定下限为方法检出限的4倍，结果如附表82。

附表 82 方法检出限、测定下限汇总表

序号	目标化合物	CAS 号	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )
1	MC-RR	111755-37-4	0.3	1.2
2	MC-YR	101064-48-6	0.3	1.2
3	MC-HtyR	913178-65-1	0.3	1.2
4	MC-LR	101043-37-2	0.2	0.8
5	MC-WR	138234-58-9	0.4	1.6
6	MC-LA	96180-79-9	0.3	1.2
7	MC-LY	123304-10-9	0.4	1.6
8	MC-LW	157622-02-1	0.3	1.2
9	MC-LF	154037-70-4	0.4	1.6

结论：通过对 6 家实验室检出限数据进行汇总，使用 Grubbs 进行检验后，发现没有离群值，因此所有值都保留，该方法检出限为  $0.2 \mu\text{g/L} \sim 0.4 \mu\text{g/L}$ ，测定下限为  $0.8 \mu\text{g/L} \sim 1.6 \mu\text{g/L}$ 。

### 2.2.2 方法精密度数据汇总

附表83-附表86为6家实验室方法验证结果的精密度测试数据汇总表，具体如下：

附表 83 方法精密度测试数据汇总表 (空白加标)

单位:  $\mu\text{g/L}$ 

目标化 合物	实验 室号	低浓度 (加标 1.00)			中浓度 (加标 10.0)			高浓度 (加标 45.0)		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
MC-RR	第一家	0.674	0.036	5.4	6.54	0.91	14	37.2	0.91	2.5
	第二家	0.758	0.060	8.0	7.14	0.39	5.5	39.3	1.1	2.8
	第三家	0.780	0.045	5.8	9.22	0.20	2.1	45.9	1.9	4.2
	第四家	0.966	0.065	6.8	8.86	0.34	3.8	42.7	1.0	2.4
	第五家	0.794	0.074	9.4	8.69	0.38	4.3	44.2	0.85	1.9
	第六家	0.923	0.077	8.4	9.71	1.2	12	46.9	2.7	5.8
$\bar{x}$		0.816			8.36			42.7		
$S'$		0.11			1.2			3.8		
RSD' (%)		13			15			8.9		
重复性限 $r$		0.17			1.9			4.4		
再现性限 $R$		0.34			3.9			11		
MC-YR	第一家	1.05	0.076	7.2	9.00	0.97	11	38.6	2.5	6.5
	第二家	0.771	0.071	9.2	8.02	0.27	3.4	33.1	1.0	3.0
	第三家	0.797	0.043	5.4	9.20	0.25	2.8	43.6	0.89	2.0
	第四家	0.855	0.037	4.4	8.92	0.51	5.8	48.4	3.7	7.6
	第五家	0.758	0.073	9.7	7.94	0.19	2.4	44.4	0.86	1.9
	第六家	0.862	0.098	11	9.61	1.0	11	48.3	5.7	12
$\bar{x}$		0.849			8.78			43		
$S'$		0.11			0.66			5.9		
RSD' (%)		13			7.6			14		
重复性限 $r$		0.19			1.8			8.4		
再现性限 $R$		0.35			2.5			18		
MC-Hty R	第一家	0.781	0.079	10	6.47	0.31	4.8	39.7	1.0	2.4
	第二家	0.727	0.069	9.5	7.72	0.26	3.4	32.9	1.6	4.8
	第三家	0.817	0.043	5.3	9.09	0.32	3.5	37.1	0.36	1.0
	第四家	1.01	0.093	9.2	8.79	0.45	5.1	35.8	2.2	6.1
	第五家	0.800	0.046	5.8	8.76	0.16	1.8	37.8	0.44	1.2
	第六家	0.953	0.094	9.8	8.95	1.6	18	41.7	4.5	11
$\bar{x}$		0.847			8.30			37.5		
$S'$		0.11			1.0			3.1		
RSD' (%)		13			12			8.2		
重复性限 $r$		0.21			2.0			6.1		
再现性限 $R$		0.36			3.4			10		
MC-LR	第一家	0.819	0.057	6.9	6.67	0.47	7.0	30.3	1.5	4.9

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 1.00）			中浓度（加标 10.0）			高浓度（加标 45.0）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第二家	0.734	0.067	9.2	8.12	0.27	3.4	31.9	1.2	3.7
	第三家	0.788	0.056	7.1	8.55	0.27	3.1	38.1	0.57	1.5
	第四家	0.954	0.064	6.8	9.00	0.98	11	36.6	2.2	6.1
	第五家	0.780	0.058	7.5	7.08	0.31	4.4	33.8	1.2	3.5
	第六家	0.793	0.062	7.9	8.72	1.4	16	41.0	4.9	12
$\bar{x}$		0.811			8.02			35.3		
$S'$		0.075			0.94			4.0		
RSD' (%)		9.3			12			11		
重复性限 $r$		0.17			2.1			6.7		
再现性限 $R$		0.26			3.3			13		
MC-WR	第一家	0.865	0.055	6.3	7.54	0.60	7.9	34.6	4.9	14
	第二家	0.742	0.058	7.8	8.17	0.18	2.2	34.5	1.1	3.1
	第三家	0.777	0.051	6.6	9.36	0.19	2.1	39.4	1.3	3.2
	第四家	1.07	0.058	5.4	10.0	1.1	11	39.4	5.2	13
	第五家	0.959	0.086	8.9	8.85	0.53	6.0	41.2	3.0	7.4
	第六家	0.995	0.10	10	9.86	1.6	17	43.0	2.6	5.9
$\bar{x}$		0.902			8.97			38.7		
$S'$		0.13			0.98			3.5		
RSD' (%)		14			11			9.0		
重复性限 $r$		0.20			2.5			9.5		
再现性限 $R$		0.40			3.5			13		
MC-LA	第一家	0.774	0.085	11	8.30	1.4	17	38.0	4.0	10
	第二家	0.763	0.059	7.8	7.69	0.40	5.2	30.0	2.1	6.9
	第三家	0.681	0.035	5.1	8.37	0.12	1.5	48.6	2.2	4.5
	第四家	0.724	0.071	10	7.98	0.89	11	40.9	4.2	10
	第五家	0.738	0.044	6.0	7.61	0.17	2.2	40.1	0.84	2.1
	第六家	0.887	0.081	9.1	9.01	1.0	11	38.6	3.7	9.5
$\bar{x}$		0.761			8.16			39.4		
$S'$		0.070			0.52			6.0		
RSD' (%)		9.1			6.4			15		
重复性限 $r$		0.18			2.3			8.6		
再现性限 $R$		0.26			2.6			18		
MC-LY	第一家	0.867	0.061	7.0	7.97	1.1	14	35.8	6.9	19
	第二家	0.771	0.099	13	8.13	0.60	7.4	33.3	2.1	6.4
	第三家	0.868	0.063	7.3	10.1	0.24	2.4	43.2	0.44	1.0

目标化合物	实验室号	低浓度 (加标 1.00)			中浓度 (加标 10.0)			高浓度 (加标 45.0)		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第四家	0.711	0.056	7.8	8.80	0.83	9.4	36.8	2.9	7.9
	第五家	0.766	0.051	6.6	7.55	0.092	1.2	34.6	0.77	2.2
	第六家	0.960	0.10	11	9.02	1.1	12	42.5	2.6	6.1
$\bar{x}$		0.824			8.59			37.7		
$S'$		0.091			0.91			4.2		
RSD' (%)		11			11			11		
重复性限 $r$		0.21			2.2			9.4		
再现性限 $R$		0.32			3.2			15		
MC-LW	第一家	0.855	0.087	10	7.83	1.2	15	37.9	4.1	11
	第二家	0.727	0.048	6.5	8.26	0.35	4.2	32.7	0.87	2.6
	第三家	0.999	0.059	5.9	10.5	0.88	8.3	52.3	1.6	3.0
	第四家	0.963	0.11	11	8.65	0.54	6.2	40.4	2.0	4.9
	第五家	0.709	0.059	8.3	8.08	0.47	5.8	41.1	1.2	2.9
	第六家	0.785	0.064	8.2	8.91	0.79	8.8	44.4	1.4	3.1
$\bar{x}$		0.840			8.71			41.5		
$S'$		0.12			1.0			6.6		
RSD' (%)		14			11			16		
重复性限 $r$		0.21			2.1			6.0		
再现性限 $R$		0.39			3.3			19		
MC-LF	第一家	0.808	0.078	10	8.40	1.0	12	37.9	7.6	20
	第二家	0.746	0.066	8.9	7.34	0.48	6.5	35.6	1.1	3.1
	第三家	0.727	0.056	7.8	8.70	0.15	1.8	47.9	0.86	1.8
	第四家	0.980	0.11	11	8.72	1.3	15	39.8	2.0	5.0
	第五家	0.810	0.063	7.7	7.86	0.25	3.1	40.9	1.1	2.7
	第六家	0.875	0.073	8.4	8.59	0.79	9.2	41.4	3.1	7.5
$\bar{x}$		0.824			8.27			40.6		
$S'$		0.093			0.56			4.2		
RSD' (%)		11			6.7			10		
重复性限 $r$		0.21			2.2			9.9		
再现性限 $R$		0.32			2.5			15		

附表 84 方法精密度测试数据汇总表 (地表水样品)

单位:  $\mu\text{g/L}$

目标化	实验	低浓度 (加标 1.00)	中浓度 (加标 10.0)	高浓度 (加标 45.0)
-----	----	---------------	---------------	---------------



		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
MC-RR	第一家	0.815	0.057	7.0	7.11	0.25	3.6	33.9	2.8	8.3
	第二家	0.830	0.062	7.4	7.21	0.23	3.2	35.6	3.3	9.3
	第三家	1.02	0.042	4.2	10.9	0.28	2.6	50.3	3.4	6.7
	第四家	0.957	0.029	3.1	8.81	0.29	3.3	41.6	3.1	7.5
	第五家	0.856	0.02	2.7	8.61	0.51	5.9	40.3	2.3	5.7
	第六家	0.983	0.089	9.1	9.39	1.2	12	47.1	2.2	4.8
$\bar{x}$		0.909			8.67			41.5		
$S'$		0.086			1.4			6.4		
RSD' (%)		9.4			16			15		
重复性限 $r$		0.15			1.6			8.1		
再现性限 $R$		0.28			4.2			19		
MC-YR	第一家	0.695	0.11	15	7.75	0.58	7.5	36.3	2.3	6.3
	第二家	0.754	0.091	12	7.52	0.28	3.7	32.4	3.1	9.6
	第三家	0.878	0.12	14	9.47	0.19	2.0	43.1	3.4	7.8
	第四家	0.812	0.081	10	7.77	0.41	5.2	40.6	4.9	12
	第五家	0.645	0.05	7.5	7.28	0.26	3.6	39.7	3.4	8.6
	第六家	1.04	0.073	7.0	9.62	1.2	13	48.9	4.1	8.3
$\bar{x}$		0.804			8.24			40.2		
$S'$		0.14			1.0			5.7		
RSD' (%)		18			13			14		
重复性限 $r$		0.25			1.7			10		
再现性限 $R$		0.46			3.3			18		
MC-Hty R	第一家	0.846	0.15	18	8.44	0.30	3.6	38.2	0.93	2.4
	第二家	0.832	0.080	9.7	7.58	0.18	2.4	30.0	3.6	12
	第三家	0.777	0.06	8.3	8.61	0.16	1.9	37.0	0.73	2.0
	第四家	0.937	0.10	10	7.81	0.72	9.2	33.5	1.9	5.5
	第五家	0.815	0.014	1.7	8.74	0.20	2.3	36.9	0.28	0.76
	第六家	0.870	0.050	5.7	9.32	1.3	14	41.1	5.9	14
$\bar{x}$		0.846			8.42			36.1		
$S'$		0.054			0.64			3.9		
RSD' (%)		6.4			7.5			11		
重复性限 $r$		0.24			1.8			8.3		
再现性限 $R$		0.27			2.4			13		
MC-LR	第一家	0.718	0.049	6.8	6.89	0.56	8.1	30.0	2.9	10
	第二家	0.778	0.073	9.3	7.53	0.26	3.4	30.9	3.7	12
	第三家	0.763	0.12	16	8.66	0.19	2.2	38.1	1.1	3.0

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 1.00）			中浓度（加标 10.0）			高浓度（加标 45.0）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第四家	0.839	0.11	13	8.07	0.61	7.5	34.8	2.7	7.9
	第五家	0.579	0.05	8.4	6.34	0.64	10	32.9	1.3	3.8
	第六家	0.845	0.12	14	9.22	1.6	18	42.3	2.7	6.4
$\bar{x}$		0.754			7.78			34.9		
$S'$		0.098			1.1			4.6		
RSD' (%)		13			14			13		
重复性限 $r$		0.26			2.2			7.2		
再现性限 $R$		0.36			3.6			15		
MC-WR	第一家	0.838	0.12	14	7.63	1.4	19	36.4	7.0	19
	第二家	0.745	0.080	11	8.02	0.28	3.5	33.4	2.6	7.6
	第三家	0.758	0.055	7.2	8.46	0.75	8.9	40.3	1.6	4.0
	第四家	0.983	0.034	3.5	8.54	0.92	11	38.4	5.2	14
	第五家	0.897	0.13	14	6.74	0.64	9.5	38.5	2.4	6.3
	第六家	0.982	0.19	19	10.0	1.2	12	53.1	3.7	6.9
$\bar{x}$		0.867			8.24			40.0		
$S'$		0.10			1.1			6.8		
RSD' (%)		12			13			17		
重复性限 $r$		0.32			2.7			12		
再现性限 $R$		0.41			3.9			22		
MC-LA	第一家	0.746	0.075	10	8.29	1.1	14	31.7	5.6	18
	第二家	0.715	0.063	8.8	6.76	0.14	2.1	29.5	3.8	13
	第三家	0.932	0.042	4.5	10.0	0.47	4.7	44.2	2.7	6.0
	第四家	0.730	0.10	14	7.59	0.44	5.8	35.6	5.1	14
	第五家	0.702	0.03	4.9	7.47	0.19	2.5	37.5	2.8	7.4
	第六家	0.987	0.16	16	7.41	1.2	16	40.8	5.8	14
$\bar{x}$		0.802			7.92			36.6		
$S'$		0.12			1.1			5.5		
RSD' (%)		15			14			15		
重复性限 $r$		0.25			2.1			13		
再现性限 $R$		0.42			3.7			19		
MC-LY	第一家	0.759	0.10	13	8.30	0.94	11	35.3	5.0	14
	第二家	0.802	0.090	11	7.21	0.61	8.5	29.0	3.5	12
	第三家	0.908	0.079	8.7	9.83	0.21	2.2	40.0	3.0	7.4
	第四家	0.813	0.15	19	7.94	0.92	12	32.4	2.4	7.3
	第五家	0.704	0.04	5.4	7.31	0.27	3.7	33.3	0.86	2.6

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 1.00）			中浓度（加标 10.0）			高浓度（加标 45.0）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第六家	0.882	0.15	17	9.58	1.7	18	42.0	6.8	16
	$\bar{x}$	0.811			8.36			35.3		
	$S'$	0.076			1.1			4.9		
	RSD' (%)	9.3			13			14		
	重复性限 $r$	0.31			2.6			11		
	再现性限 $R$	0.35			3.9			17		
MC-LW	第一家	0.895	0.17	19	8.07	0.86	11	34.2	4.5	13
	第二家	0.752	0.099	13	7.29	0.46	6.3	28.4	3.5	12
	第三家	0.969	0.098	10	10.8	0.83	7.7	42.4	3.0	7.0
	第四家	0.937	0.12	13	7.68	1.0	13	34.2	3.0	8.8
	第五家	0.635	0.05	7.9	7.83	0.70	9.0	38.4	1.3	3.3
	第六家	0.850	0.073	8.6	9.72	1.7	18	39.8	4.1	10
	$\bar{x}$	0.840			8.56			36.2		
	$S'$	0.13			1.4			5.0		
	RSD' (%)	15			16			14		
	重复性限 $r$	0.31			2.8			9.5		
	再现性限 $R$	0.45			4.6			16		
MC-LF	第一家	0.896	0.10	12	8.37	1.1	13	37.7	6.7	18
	第二家	0.821	0.10	13	7.80	0.41	5.2	32.9	2.9	8.8
	第三家	0.910	0.063	6.9	9.54	0.32	3.4	47.6	2.9	6.2
	第四家	0.944	0.075	7.9	7.45	1.3	17	35.6	3.7	10
	第五家	0.718	0.03	4.6	7.91	0.57	7.3	38.2	2.6	6.9
	第六家	0.778	0.062	8.0	7.92	0.57	7.2	42.1	4.4	10
	$\bar{x}$	0.845			8.16			39.0		
	$S'$	0.087			0.74			5.2		
	RSD' (%)	10			9.0			13		
	重复性限 $r$	0.22			2.2			11		
	再现性限 $R$	0.31			2.9			18		

附表 85 方法精密度测试数据汇总表（地下水样品）

单位：μg/L

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 1.00）			中浓度（加标 10.0）			高浓度（加标 45.0）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
MC-RR	第一家	0.737	0.043	5.9	7.01	0.44	6.3	34.0	4.0	12

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 1.00）			中浓度（加标 10.0）			高浓度（加标 45.0）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第二家	0.727	0.079	11	7.58	0.69	9.1	35.0	3.3	9.3
	第三家	0.998	0.044	4.5	9.85	0.62	6.3	47.8	4.1	8.6
	第四家	0.968	0.041	4.2	8.62	0.48	5.5	39.9	4.0	10
	第五家	0.828	0.047	5.6	7.69	0.56	7.2	38.9	4.0	10
	第六家	0.867	0.075	8.6	9.35	0.93	9.9	47.5	5.3	11
$\bar{x}$		0.854			8.35			40.5		
$S'$		0.11			1.1			6.0		
RSD' (%)		13			13			15		
重复性限 $r$		0.16			1.8			12		
再现性限 $R$		0.35			3.5			20		
MC-YR	第一家	0.678	0.070	10	7.33	0.86	12	32.2	2.0	6.2
	第二家	0.749	0.048	6.4	7.78	0.65	8.4	31.1	3.4	11
	第三家	0.855	0.032	3.8	8.74	0.42	4.9	41.7	4.1	9.7
	第四家	0.838	0.090	11	8.16	0.81	10	38.4	4.0	10
	第五家	0.668	0.045	6.8	6.98	0.33	4.7	39.5	4.3	11
	第六家	0.850	0.11	13	9.84	1.6	16	42.4	7.5	18
$\bar{x}$		0.773			8.14			37.6		
$S'$		0.087			1.0			4.8		
RSD' (%)		11			13			13		
重复性限 $r$		0.20			2.5			13		
再现性限 $R$		0.30			3.7			18		
MC-Hty R	第一家	0.772	0.13	17	7.02	0.72	10	36.7	3.5	10
	第二家	0.726	0.027	3.8	7.68	0.90	12	35.3	3.7	11
	第三家	0.727	0.056	7.7	8.33	0.55	6.6	36.7	1.4	3.7
	第四家	0.933	0.081	8.6	7.50	0.44	5.9	30.2	2.3	7.6
	第五家	0.784	0.032	4.1	7.79	0.43	5.5	35.4	1.2	3.4
	第六家	0.948	0.098	10	8.16	0.71	8.7	40.8	6.2	15
$\bar{x}$		0.815			7.75			35.9		
$S'$		0.10			0.47			3.4		
RSD' (%)		12			6.1			9.6		
重复性限 $r$		0.23			1.8			9.8		
再现性限 $R$		0.35			2.1			13		
MC-LR	第一家	0.731	0.055	7.5	7.02	0.66	9.5	30.8	1.0	3.3
	第二家	0.782	0.053	6.8	7.50	0.60	8.0	33.1	3.1	9.5
	第三家	0.705	0.052	7.4	7.86	0.55	7.0	36.1	1.4	4.0

目标化 合物	实验 室号	低浓度 (加标 1.00)			中浓度 (加标 10.0)			高浓度 (加标 45.0)		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第四家	0.889	0.035	3.9	7.39	0.50	6.8	32.1	2.5	7.7
	第五家	0.584	0.069	12	5.90	0.66	11	33.0	1.4	4.3
	第六家	0.765	0.067	8.8	8.67	1.2	14	37.5	5.4	15
$\bar{x}$		0.743			7.39			33.8		
$S'$		0.10			0.92			2.5		
RSD' (%)		13			12			7.5		
重复性限 $r$		0.16			2.1			8.1		
再现性限 $R$		0.32			3.2			10		
MC-WR	第一家	0.729	0.099	14	7.15	1.0	14	34.1	5.2	15
	第二家	0.794	0.026	3.2	8.28	0.48	5.8	34.1	2.9	8.6
	第三家	0.740	0.013	1.7	7.89	0.090	1.1	40.3	1.5	3.6
	第四家	1.00	0.056	5.6	8.23	0.46	5.6	35.6	3.2	8.9
	第五家	0.874	0.13	15	6.49	0.28	4.3	37.9	1.4	3.7
	第六家	0.970	0.14	15	9.68	1.3	13	50.8	6.2	12
$\bar{x}$		0.851			7.95			38.8		
$S'$		0.12			1.1			6.3		
RSD' (%)		14			14			16		
重复性限 $r$		0.26			2.1			11		
再现性限 $R$		0.40			3.6			20		
MC-LA	第一家	0.724	0.14	20	7.21	1.3	18	34.5	5.8	17
	第二家	0.772	0.069	8.9	7.46	0.49	6.6	33.2	2.2	6.6
	第三家	0.903	0.036	4.0	9.17	0.61	6.7	47.0	5.3	11
	第四家	0.666	0.10	15	7.13	0.95	13	34.6	4.9	14
	第五家	0.707	0.032	4.5	7.03	0.49	6.9	35.8	4.4	12
	第六家	1.02	0.19	19	7.27	0.70	9.6	42.0	7.6	18
$\bar{x}$		0.798			7.55			37.8		
$S'$		0.13			0.81			5.5		
RSD' (%)		17			11			14		
重复性限 $r$		0.31			2.3			15		
再现性限 $R$		0.47			3.1			20		
MC-LY	第一家	0.817	0.098	12	8.48	1.3	15	39.9	2.0	5.1
	第二家	0.692	0.071	10	7.56	0.72	9.5	28.2	3.7	13
	第三家	0.893	0.031	3.5	9.69	0.56	5.8	38.4	3.8	10
	第四家	0.765	0.054	7.1	7.48	0.83	11	33.0	2.6	7.7
	第五家	0.680	0.024	3.5	6.67	0.55	8.2	32.4	1.9	5.9

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 1.00）			中浓度（加标 10.0）			高浓度（加标 45.0）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第六家	1.01	0.19	18	8.56	0.76	8.8	43.1	3.0	6.8
	$\bar{x}$	0.809			8.07			35.8		
	$S'$	0.13			1.1			5.6		
	RSD' (%)	16			13			16		
	重复性限 $r$	0.27			2.3			8.2		
	再现性限 $R$	0.43			3.6			17		
MC-LW	第一家	0.775	0.11	15	7.64	1.2	16	38.5	3.7	10
	第二家	0.800	0.057	7.2	7.28	0.56	7.7	29.2	3.6	12
	第三家	1.00	0.092	9.2	10.8	0.90	8.3	45.1	3.3	7.4
	第四家	0.832	0.16	19	8.03	0.97	12	35.6	1.9	5.3
	第五家	0.628	0.063	10	7.30	0.41	5.6	37.7	2.9	7.7
	第六家	0.888	0.15	16	8.81	0.74	8.5	46.0	3.2	6.9
	$\bar{x}$	0.821			8.31			38.7		
	$S'$	0.12			1.4			6.2		
	RSD' (%)	15			16			16		
	重复性限 $r$	0.31			2.3			8.8		
	再现性限 $R$	0.45			4.4			19		
MC-LF	第一家	0.738	0.10	14	7.82	0.91	12	35.0	4.9	14
	第二家	0.715	0.067	9.3	7.45	0.48	6.5	34.0	3.0	8.7
	第三家	0.863	0.028	3.2	8.82	0.59	6.7	45.0	4.7	10
	第四家	0.828	0.12	14	7.51	0.57	7.6	33.7	4.9	15
	第五家	0.720	0.043	5.9	7.09	0.58	8.2	37.0	4.3	12
	第六家	0.798	0.097	12	8.79	0.93	11	46.7	5.0	11
	$\bar{x}$	0.777			7.9			38.6		
	$S'$	0.062			0.73			5.8		
	RSD' (%)	8.0			9.2			15		
	重复性限 $r$	0.23			2.0			13		
	再现性限 $R$	0.27			2.7			20		

附表 86 方法精密度测试数据汇总表（海水样品）

单位：μg/L

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 1.00）			中浓度（加标 10.0）			高浓度（加标 45.0）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
MC-RR	第一家	0.701	0.074	11	6.68	0.25	3.8	32.7	3.0	9.2

目标化 合物	实验 室号	低浓度（加标 1.00）			中浓度（加标 10.0）			高浓度（加标 45.0）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第二家	0.769	0.094	12	8.36	0.76	9.1	36.9	2.7	7.3
	第三家	0.983	0.068	6.9	10.5	0.29	2.7	45.8	5.1	11
	第四家	0.954	0.046	4.8	8.52	0.65	7.6	41.2	3.3	8.0
	第五家	0.845	0.055	6.5	8.61	0.52	6.1	40.8	3.4	8.4
	第六家	0.837	0.12	14	9.89	1.3	13	43.3	8.0	19
$\bar{x}$		0.848			8.8			40.1		
$S'$		0.11			1.3			4.7		
RSD' (%)		13			15			12		
重复性限 $r$		0.22			2.0			13		
再现性限 $R$		0.36			4.2			18		
MC-YR	第一家	0.661	0.13	19	7.46	0.63	8.5	36.3	4.8	13
	第二家	0.797	0.060	7.5	8.06	0.43	5.4	32.6	2.5	7.7
	第三家	0.863	0.12	14	9.87	0.24	2.5	43.1	4.6	11
	第四家	0.874	0.090	10	7.32	0.86	12	39.2	6.0	15
	第五家	0.702	0.057	8.1	7.93	0.60	7.6	43.7	4.3	9.9
	第六家	0.898	0.12	13	8.19	1.1	13	35.6	5.8	16
$\bar{x}$		0.799			8.14			38.4		
$S'$		0.098			0.91			4.4		
RSD' (%)		12			11			11		
重复性限 $r$		0.28			1.9			13		
再现性限 $R$		0.37			3.1			17		
MC-Hty R	第一家	0.813	0.089	11	6.95	0.44	6.4	32.9	2.1	6.4
	第二家	0.777	0.037	4.8	8.07	0.33	4.1	33.5	1.6	4.7
	第三家	0.788	0.061	7.7	9.20	0.38	4.1	39.1	1.5	3.9
	第四家	0.930	0.12	13	7.74	1.0	13	28.9	2.2	7.7
	第五家	0.793	0.043	5.4	8.38	0.48	5.7	35.7	0.40	1.1
	第六家	0.900	0.11	12	8.55	1.3	15	46.0	4.8	10
$\bar{x}$		0.833			8.15			36.0		
$S'$		0.065			0.77			5.9		
RSD' (%)		7.8			9.4			16		
重复性限 $r$		0.23			2.1			7.0		
再现性限 $R$		0.28			2.9			18		
MC-LR	第一家	0.717	0.094	13	7.20	0.80	11	33.5	3.2	9.7
	第二家	0.825	0.054	6.5	7.93	0.43	5.5	33.0	2.1	6.3
	第三家	0.743	0.058	7.8	8.55	0.27	3.1	37.3	1.3	3.6

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 1.00）			中浓度（加标 10.0）			高浓度（加标 45.0）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第四家	0.945	0.12	12	7.28	0.68	9.3	34.3	3.6	11
	第五家	0.617	0.083	14	7.21	0.86	12	35.5	1.4	3.8
	第六家	0.970	0.088	9.1	8.71	1.2	13	49.0	4.7	9.6
$\bar{x}$		0.803			7.81			37.1		
$S'$		0.14			0.69			6.0		
RSD' (%)		17			8.9			16		
重复性限 $r$		0.24			2.1			8.4		
再现性限 $R$		0.44			2.8			19		
MC-WR	第一家	0.812	0.14	17	7.19	1.0	14	35.2	5.9	17
	第二家	0.801	0.050	6.3	8.47	0.33	3.9	36.8	2.3	6.4
	第三家	0.822	0.066	8.1	8.84	0.87	9.9	41.2	0.84	2.0
	第四家	1.05	0.074	7.0	8.39	0.61	7.3	37.0	3.8	10
	第五家	0.897	0.13	14	7.86	0.90	11	43.1	2.1	4.9
	第六家	0.900	0.17	19	9.92	1.8	18	42.9	3.2	7.6
$\bar{x}$		0.880			8.45			39.4		
$S'$		0.094			0.92			3.4		
RSD' (%)		11			11			8.8		
重复性限 $r$		0.32			2.9			9.5		
再现性限 $R$		0.39			3.7			13		
MC-LA	第一家	0.769	0.11	15	6.87	0.72	10	37.5	7.0	19
	第二家	0.794	0.038	4.8	7.82	0.27	3.4	33.1	2.3	7.0
	第三家	0.917	0.052	5.7	9.55	0.28	2.9	44.2	5.4	12
	第四家	0.784	0.13	16	7.39	0.74	10	33.1	5.5	17
	第五家	0.728	0.055	7.5	7.51	0.53	7.0	38.4	3.0	7.8
	第六家	1.06	0.14	13	9.01	0.77	8.5	46.6	6.5	14
$\bar{x}$		0.841			8.03			38.8		
$S'$		0.12			1.0			5.6		
RSD' (%)		15			13			14		
重复性限 $r$		0.27			1.6			15		
再现性限 $R$		0.43			3.3			21		
MC-LY	第一家	0.779	0.13	17	7.59	1.4	19	43.0	4.0	9.2
	第二家	0.763	0.071	9.3	7.90	0.24	3.0	32.2	4.1	13
	第三家	0.965	0.064	6.6	10.9	0.32	3.0	48.2	2.6	5.3
	第四家	0.868	0.13	15	7.99	0.95	12	36.0	3.4	9.4
	第五家	0.724	0.059	8.2	7.40	0.60	8.1	35.5	1.6	4.4



目标化合物	实验室号	低浓度（加标 1.00）			中浓度（加标 10.0）			高浓度（加标 45.0）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第六家	0.955	0.087	9.1	9.04	1.0	11	45.1	3.2	7.2
	$\bar{x}$	0.842			8.47			40.0		
	$S'$	0.10			1.3			6.3		
	RSD' (%)	12			16			16		
	重复性限 $r$	0.27			2.4			9.1		
	再现性限 $R$	0.38			4.3			20		
MC-LW	第一家	0.883	0.099	11	9.33	0.81	8.6	38.7	3.6	9.3
	第二家	0.803	0.063	7.9	7.80	0.68	8.8	33.6	2.6	7.6
	第三家	1.07	0.060	5.6	11.2	0.61	5.4	46.2	3.3	7.2
	第四家	0.932	0.15	17	7.87	0.64	8.2	40.3	7.2	18
	第五家	0.661	0.078	12	7.68	0.42	5.5	43.3	2.8	6.4
	第六家	0.923	0.12	13	9.50	1.2	13	43.2	6.2	14
	$\bar{x}$	0.879			8.89			40.9		
	$S'$	0.14			1.4			4.4		
	RSD' (%)	16			16			11		
	重复性限 $r$	0.28			2.2			13		
	再现性限 $R$	0.47			4.3			17		
MC-LF	第一家	0.720	0.11	15	8.16	0.90	11	37.3	5.6	15
	第二家	0.785	0.047	6.0	7.76	0.24	3.1	32.8	1.9	5.7
	第三家	0.917	0.10	11	9.91	0.24	2.4	48.3	5.9	12
	第四家	0.988	0.10	9.9	7.25	1.2	16	36.6	6.7	18
	第五家	0.746	0.061	8.2	7.75	0.61	7.9	41.2	3.5	8.5
	第六家	0.950	0.18	19	9.96	1.7	17	40.5	6.1	15
	$\bar{x}$	0.851			8.47			39.4		
	$S'$	0.11			1.2			5.3		
	RSD' (%)	13			14			13		
	重复性限 $r$	0.30			2.7			15		
	再现性限 $R$	0.42			4.1			20		

结论：6家实验室分别对加标浓度为1.00 μg/L、10.0 μg/L和45.0 μg/L的空白样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为4.4%~13%、1.2%~18%和1.0%~20%；实验室间相对标准偏差分别为9.1%~14%、6.4%~15%和8.2%~16%；重复性限分别为0.17 μg/L~0.21 μg/L、1.8 μg/L~2.5 μg/L和4.4 μg/L~9.9 μg/L；再现性限分别为0.26 μg/L~0.40 μg/L、2.5 μg/L~3.9 μg/L和10 μg/L~19 μg/L。

6家实验室分别对加标浓度为1.00 μg/L、10.0 μg/L和45.0 μg/L的地表水样品进行了6次

重复测定：实验室内相对标准偏差分别为1.7%~19%、1.9%~19%和0.76%~19%；实验室间相对标准偏差分别为6.4%~18%、7.5%~16%和11%~17%；重复性限分别为0.15 μg/L~0.32 μg/L、1.6 μg/L~2.8 μg/L和8.1 μg/L~13 μg/L；再现性限分别为0.27 μg/L~0.46 μg/L、2.4 μg/L~4.6 μg/L和13 μg/L~22 μg/L。

6家实验室分别对加标浓度为1.00 μg/L、10.0 μg/L和45.0 μg/L的地下水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为1.7%~20%、1.1%~18%和3.3%~18%；实验室间相对标准偏差分别为8.0%~17%、6.1%~16%和7.5%~16%；重复性限分别为0.16 μg/L~0.31 μg/L、1.8 μg/L~2.5 μg/L和12 μg/L~15 μg/L；再现性限分别为0.27 μg/L~0.47 μg/L、2.1 μg/L~4.4 μg/L和10 μg/L~20 μg/L。

6家实验室分别对加标浓度为1.00 μg/L、10.0 μg/L和45.0 μg/L的海水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为4.8%~19%、2.4%~19%和1.1%~19%；实验室间相对标准偏差分别为7.8%~17%、8.9%~16%和8.8%~16%；重复性限分别为0.22 μg/L~0.32 μg/L、1.6 μg/L~2.9 μg/L和7.0 μg/L~15 μg/L；再现性限分别为0.28 μg/L~0.47 μg/L、2.8 μg/L~4.3 μg/L和13 μg/L~21 μg/L。

### 2.2.3 方法正确度数据汇总

附表 87、表 88 为 6 家实验室方法验证结果的正确度测试数据汇总表，具体如下：

附表 87 方法正确度数据汇总表 单位：μg/L

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		空白样品			地表水		
		低浓度 (加标 1.00)	中浓度 (加标 10.0)	高浓度 (加标 45.0)	低浓度 (加标 1.00)	中浓度 (加标 10.0)	高浓度 (加标 45.0)
MC-RR	第一家	67.4	65.4	82.6	81.5	71.1	75.3
	第二家	75.8	71.4	87.3	83.0	72.1	79.1
	第三家	78.0	92.2	102	102	109	112
	第四家	96.6	88.6	94.9	95.7	88.1	92.5
	第五家	79.4	86.9	98.2	85.6	86.1	89.7
	第六家	92.3	97.1	104	98.3	93.9	105
$\bar{P}$ (%)		81.6	83.6	94.9	90.9	86.7	92.2
$S_{\bar{P}}$ (%)		10.9	12.4	8.5	8.6	14.0	14.1
$2S_{\bar{P}}$ (%)		21.8	24.8	16.9	17.2	28.1	28.3
MC-YR	第一家	105	90.0	85.8	69.5	77.5	80.8
	第二家	77.1	80.2	73.5	75.4	75.2	71.9
	第三家	79.7	92.0	96.9	87.8	94.7	95.8
	第四家	85.5	89.2	108	81.2	77.7	90.3
	第五家	75.8	79.4	98.6	64.5	72.8	88.2

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		空白样品			地表水		
		低浓度 (加标 1.00)	中浓度 (加标 10.0)	高浓度 (加标 45.0)	低浓度 (加标 1.00)	中浓度 (加标 10.0)	高浓度 (加标 45.0)
	第六家	86.2	96.1	107	104	96.2	109
	$\bar{P}$ (%)	84.9	87.8	94.9	80.4	82.4	89.3
	$S_p$ (%)	10.8	6.6	13.2	14.2	10.3	12.6
	$2S_p$ (%)	21.7	13.3	26.4	28.4	20.6	25.2
MC-HtyR	第一家	78.1	64.7	88.3	84.6	84.4	84.9
	第二家	72.7	77.2	73.2	83.2	75.8	66.7
	第三家	81.7	90.9	82.4	77.7	86.1	82.3
	第四家	101	87.9	79.5	93.7	78.1	74.5
	第五家	80.0	87.6	84.1	81.5	87.4	81.9
	第六家	95.3	89.5	92.7	87.0	93.2	91.4
	$\bar{P}$ (%)	84.7	83.0	83.3	84.6	84.2	80.3
	$S_p$ (%)	10.8	10.2	6.8	5.4	6.4	8.6
	$2S_p$ (%)	21.6	20.4	13.6	10.9	12.7	17.2
MC-LR	第一家	81.9	66.7	67.3	71.8	68.9	66.8
	第二家	73.4	81.2	70.8	77.8	75.3	68.7
	第三家	78.8	85.5	84.6	76.3	86.6	84.6
	第四家	95.4	90.0	81.3	83.9	80.7	77.4
	第五家	78.0	70.8	75.2	57.9	63.4	73.2
	第六家	79.3	87.2	91.0	84.5	92.2	94.0
	$\bar{P}$ (%)	81.1	80.2	78.4	75.4	77.8	77.4
	$S_p$ (%)	7.5	9.4	8.9	9.8	10.8	10.3
	$2S_p$ (%)	15.0	18.9	17.8	19.6	21.6	20.6
MC-WR	第一家	86.5	75.4	76.9	83.8	76.3	81.0
	第二家	74.2	81.7	76.7	74.5	80.2	74.3
	第三家	77.7	93.6	87.7	75.8	84.6	89.6
	第四家	107	100	87.6	98.3	85.4	85.4
	第五家	95.9	88.5	91.6	89.7	67.4	85.6
	第六家	99.5	98.6	95.5	98.2	100	118
	$\bar{P}$ (%)	90.2	89.7	86.0	86.7	82.4	89.0
	$S_p$ (%)	12.9	9.8	7.7	10.5	11.0	15.1
	$2S_p$ (%)	25.8	19.6	15.4	20.9	21.9	30.3
MC-LA	第一家	77.4	83.0	84.4	74.6	82.9	70.4
	第二家	76.3	76.9	66.7	71.5	67.6	65.5

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		空白样品			地表水		
		低浓度 (加标 1.00)	中浓度 (加标 10.0)	高浓度 (加标 45.0)	低浓度 (加标 1.00)	中浓度 (加标 10.0)	高浓度 (加标 45.0)
	第三家	68.1	83.7	108	93.2	100	98.2
	第四家	72.4	79.8	90.9	73.0	75.9	79.2
	第五家	73.8	76.1	89.1	70.2	74.7	83.4
	第六家	88.7	90.1	85.8	98.7	74.1	90.8
$\bar{P}$ (%)		76.1	81.6	87.5	80.2	79.2	81.2
$S_{\bar{P}}$ (%)		7.0	5.2	13.3	12.4	11.3	12.3
$2S_{\bar{P}}$ (%)		13.9	10.4	26.5	24.8	22.6	24.5
MC-LY	第一家	86.7	79.7	79.5	75.9	83.0	78.4
	第二家	77.1	81.3	73.9	80.2	72.1	64.5
	第三家	86.8	101	96.0	90.8	98.3	88.9
	第四家	71.1	88.0	81.7	81.3	79.4	72.0
	第五家	76.9	75.5	76.9	70.4	73.1	73.9
	第六家	96.0	90.2	94.5	88.2	95.8	93.3
$\bar{P}$ (%)		82.4	85.9	83.8	81.1	83.6	78.5
$S_{\bar{P}}$ (%)		9.0	9.1	9.3	7.6	11.2	10.8
$2S_{\bar{P}}$ (%)		18.1	18.1	18.5	15.1	22.4	21.6
MC-LW	第一家	85.5	78.3	84.2	89.5	80.7	76.0
	第二家	72.7	82.6	72.7	75.2	72.9	63.1
	第三家	100	105	116	96.9	108	94.2
	第四家	96.3	86.5	89.8	93.7	76.8	76.0
	第五家	70.9	80.8	91.2	63.5	78.3	85.3
	第六家	78.5	89.1	98.7	85.0	97.2	88.6
$\bar{P}$ (%)		84.0	87.1	92.1	84.0	85.7	80.5
$S_{\bar{P}}$ (%)		12.2	9.6	14.6	12.6	13.8	11.1
$2S_{\bar{P}}$ (%)		24.3	19.2	29.1	25.1	27.6	22.2
MC-LF	第一家	80.8	84.0	84.3	89.6	83.7	83.8
	第二家	74.6	73.4	79.0	82.1	78.0	73.2
	第三家	72.7	87.0	106	91.0	95.4	106
	第四家	98.0	87.2	88.5	94.4	74.5	79.0
	第五家	81.0	78.6	90.9	71.8	79.1	84.8
	第六家	87.5	85.9	92.0	77.8	79.2	93.5
$\bar{P}$ (%)		82.4	82.7	90.2	84.5	81.6	86.7
$S_{\bar{P}}$ (%)		9.3	5.6	9.2	8.7	7.4	11.5

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		空白样品			地表水		
		低浓度 (加标 1.00)	中浓度 (加标 10.0)	高浓度 (加标 45.0)	低浓度 (加标 1.00)	中浓度 (加标 10.0)	高浓度 (加标 45.0)
$2S_p$ (%)		18.5	11.1	18.5	17.4	14.7	23.0

附表 88 方法正确度数据汇总表

单位:  $\mu\text{g/L}$ 

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		地下水			海水		
		低浓度 (加标 1.00)	中浓度 (加标 10.0)	高浓度 (加标 45.0)	低浓度 (加标 1.00)	中浓度 (加标 10.0)	高浓度 (加标 45.0)
MC-RR	第一家	73.7	70.1	75.5	70.1	66.8	72.7
	第二家	72.7	75.8	77.7	76.9	83.6	82.1
	第三家	99.8	98.5	106	98.3	105	102
	第四家	96.8	86.2	88.7	95.4	85.2	91.6
	第五家	82.8	76.9	86.5	84.5	86.1	90.7
	第六家	86.7	93.5	106	83.7	98.9	96.3
$\bar{P}$ (%)		85.4	83.5	90.0	84.8	87.6	89.2
$S_p$ (%)		11.4	11.1	13.2	10.7	13.3	10.4
$2S_p$ (%)		22.7	22.2	26.5	21.5	26.6	20.8
MC-YR	第一家	67.8	73.3	71.6	66.1	74.6	80.7
	第二家	74.9	77.8	69.2	79.7	80.6	72.5
	第三家	85.5	87.4	92.6	86.3	98.7	95.8
	第四家	83.8	81.6	85.4	87.4	73.2	87.2
	第五家	66.8	69.8	87.7	70.2	79.3	97.1
	第六家	85.0	98.4	94.2	89.8	81.9	79.0
$\bar{P}$ (%)		77.3	81.4	83.5	79.9	81.4	85.4
$S_p$ (%)		8.7	10.4	10.7	9.8	9.1	9.8
$2S_p$ (%)		17.3	20.8	21.3	19.6	18.3	19.5
MC-HtyR	第一家	77.2	70.2	81.6	81.3	69.5	73.1
	第二家	72.6	76.8	78.4	77.7	80.7	74.5
	第三家	72.7	83.3	81.5	78.8	92.0	86.9
	第四家	93.3	75.0	67.1	93.0	77.4	64.2
	第五家	78.4	77.9	78.7	79.3	83.8	79.3
	第六家	94.8	81.6	90.7	90.0	85.5	102

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		地下水			海水		
		低浓度 (加标 1.00)	中浓度 (加标 10.0)	高浓度 (加标 45.0)	低浓度 (加标 1.00)	中浓度 (加标 10.0)	高浓度 (加标 45.0)
$\bar{P}$ (%)		81.5	77.5	79.7	83.3	81.5	80.0
$S_{\bar{P}}$ (%)		10.0	4.7	7.6	6.5	7.7	13.1
$2S_{\bar{P}}$ (%)		20.0	9.4	15.3	13.0	15.3	26.2
MC-LR	第一家	73.1	70.2	68.5	71.7	72.0	74.3
	第二家	78.2	75.0	73.5	82.5	79.3	73.3
	第三家	70.5	78.6	80.3	74.3	85.5	82.9
	第四家	88.9	73.9	71.3	94.5	72.8	76.2
	第五家	58.4	59.0	73.3	61.7	72.1	79.0
	第六家	76.5	86.7	83.3	97.0	87.1	109
$\bar{P}$ (%)		74.3	73.9	75.0	80.3	78.1	82.4
$S_{\bar{P}}$ (%)		10.0	9.2	5.6	13.7	6.9	13.4
$2S_{\bar{P}}$ (%)		20.0	18.4	11.3	27.4	13.9	26.8
MC-WR	第一家	72.9	71.5	75.8	81.2	71.9	78.3
	第二家	79.4	82.8	75.8	80.1	84.7	81.7
	第三家	74.0	78.9	89.5	82.2	88.4	91.6
	第四家	100	82.3	79.2	105	83.9	82.3
	第五家	87.4	64.9	84.3	89.7	78.6	95.8
	第六家	97.0	96.8	113	90.0	99.2	95.3
$\bar{P}$ (%)		85.1	79.5	86.3	88.0	84.5	87.5
$S_{\bar{P}}$ (%)		11.6	10.9	14.1	9.4	9.2	7.7
$2S_{\bar{P}}$ (%)		23.2	21.8	28.2	18.7	18.4	15.3
MC-LA	第一家	72.4	72.1	76.6	76.9	68.7	83.4
	第二家	77.2	74.6	73.8	79.4	78.2	73.5
	第三家	90.3	91.7	104	91.7	95.5	98.3
	第四家	66.6	71.3	76.9	78.4	73.9	73.5
	第五家	70.7	70.3	79.6	72.8	75.1	85.4
	第六家	102	72.7	93.4	106	90.1	104
$\bar{P}$ (%)		79.8	75.5	84.1	84.1	80.3	86.3
$S_{\bar{P}}$ (%)		13.5	8.1	12.1	12.4	10.3	12.5
$2S_{\bar{P}}$ (%)		26.9	16.2	24.3	24.7	20.7	25.0
MC-LY	第一家	81.7	84.8	88.6	77.9	75.9	95.5
	第二家	69.2	75.6	62.7	76.3	79.0	71.6
	第三家	89.3	96.9	85.4	96.5	109	107

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		地下水			海水		
		低浓度 (加标 1.00)	中浓度 (加标 10.0)	高浓度 (加标 45.0)	低浓度 (加标 1.00)	中浓度 (加标 10.0)	高浓度 (加标 45.0)
	第四家	76.5	74.8	73.3	86.8	79.9	79.9
	第五家	68.0	66.7	71.9	72.4	74.0	78.9
	第六家	101	85.6	95.8	95.5	90.4	100
	$\bar{P}$ (%)	80.9	80.7	79.6	84.2	84.7	88.8
	$S_p$ (%)	12.6	10.6	12.4	10.3	13.1	14.0
	$2S_p$ (%)	25.3	21.2	24.7	20.5	26.3	28.0
MC-LW	第一家	77.5	76.4	85.5	88.3	93.3	86.1
	第二家	80.0	72.8	65.0	80.3	78.0	74.6
	第三家	100	108	100	107	112	103
	第四家	83.2	80.3	79.2	93.2	78.7	89.6
	第五家	62.8	73.0	83.8	66.1	76.8	96.3
	第六家	88.8	88.1	102	92.3	95.0	95.9
	$\bar{P}$ (%)	82.0	83.1	85.9	87.9	89.0	90.9
	$S_p$ (%)	12.4	13.5	13.8	13.7	13.8	9.9
	$2S_p$ (%)	24.7	26.9	27.6	27.5	27.7	19.8
MC-LF	第一家	73.8	78.2	77.7	72.0	81.6	82.8
	第二家	71.5	74.5	75.5	78.5	77.6	72.9
	第三家	86.3	88.2	100	91.7	99.1	107
	第四家	82.8	75.1	74.9	98.8	72.5	81.3
	第五家	72.0	70.9	82.2	74.6	77.5	91.6
	第六家	79.8	87.9	104	95.0	99.6	90.1
	$\bar{P}$ (%)	77.7	79.1	85.7	85.1	84.7	87.7
	$S_p$ (%)	6.2	7.3	12.9	11.4	11.7	11.8
	$2S_p$ (%)	12.4	14.6	25.7	22.8	23.5	23.6

结论：6家实验室分别对加标浓度为 1.00  $\mu\text{g/L}$ 、10.0  $\mu\text{g/L}$  和 45.0  $\mu\text{g/L}$  的空白样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 67.4%~107%、64.7%~105%和 66.7%~116%，加标回收率最终值分别为  $(76.1 \pm 13.9)\%$ ~ $(90.1 \pm 25.5)\%$ 、 $(80.2 \pm 18.9)\%$ ~ $(89.7 \pm 19.6)\%$ 和  $(73.4 \pm 17.8)\%$ ~ $(94.9 \pm 26.4)\%$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 1.00  $\mu\text{g/L}$ 、10.0  $\mu\text{g/L}$  和 45.0  $\mu\text{g/L}$  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 57.9%~104%、63.4%~109%和 63.1%~118%，加标回收率最终值分别为  $(75.4 \pm 19.6)\%$ ~ $(90.9 \pm 17.2)\%$ 、 $(77.8 \pm 21.6)\%$ ~ $(86.7 \pm 28.1)$ 和  $(77.4 \pm 22.6)\%$ ~ $(92.2 \pm 29.8)\%$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 1.00  $\mu\text{g/L}$ 、10.0  $\mu\text{g/L}$  和 45.0  $\mu\text{g/L}$  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 58.4%~102%、59.0%~108%和 62.7%~113%，加标回收率最终值分别为 (74.3±20.0)%~(85.4±22.7)%、(73.9±18.4)%~(83.5±22.2)%和 (75.0±13.5)%~(90.0±28.3)%。

6 家实验室分别对加标浓度为 1.00 µg/L、10.0 µg/L 和 45.0 µg/L 的海水样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 61.7%~107%、66.8%~112%和 64.2%~109%，加标回收率最终值分别为 (79.9±19.6)%~(88.0±18.7)%、(78.1±13.9)%~(89.0±27.7)%和 (80.0±27.2)%~(90.9±19.3)%。

附表 89 校准控制指标数据汇总表

目标化合物	实验室编号	校准曲线相关系数	平均相对响应因子 相对标准偏差 (RSD /%)	中间点浓度测定偏差 (%)
MC-RR	第一家	0.9992	5.6	1.4
	第二家	0.9994	2.2	3.0
	第三家	0.9999	12	1.0
	第四家	0.998	6.4	9.2
	第五家	0.9994	5.5	3.0
	第六家	0.998	9.8	3.1
MC-YR	第一家	0.9996	7.3	3.3
	第二家	0.9992	1.2	0.3
	第三家	0.998	5.8	2.4
	第四家	0.9996	6.8	1.1
	第五家	0.998	4.3	0.2
	第六家	0.992	19	3.9
MC-HtyR	第一家	0.997	3.6	0.1
	第二家	0.997	4.7	16
	第三家	0.9992	7.0	1.4
	第四家	0.9996	2.6	3.7
	第五家	0.997	3.5	16
	第六家	0.994	16	0.1
MC-LR	第一家	0.9991	8.8	0.5
	第二家	0.9993	1.6	2.9
	第三家	0.998	8.4	0.9
	第四家	0.996	17	6.3
	第五家	0.9993	11	2.9
	第六家	0.9990	4.3	9.1
MC-WR	第一家	0.996	13	4.0
	第二家	0.996	11	4.3
	第三家	0.9990	24	3.9



目标化合物	实验室编号	校准曲线相关系数	平均相对响应因子 相对标准偏差 (RSD /%)	中间点浓度测定偏差 (%)
	第四家	0.992	23	8.8
	第五家	0.996	16	4.3
	第六家	0.995	8.4	3.6
MC-LA	第一家	0.997	17	4.5
	第二家	0.998	3.5	13
	第三家	0.9997	5.7	12
	第四家	0.998	4.6	4.8
	第五家	0.998	3.3	13
	第六家	0.993	12	2.3
MC-LY	第一家	0.9994	5.7	2.4
	第二家	0.998	21	9.2
	第三家	0.998	6.2	3.4
	第四家	0.998	6.5	5.2
	第五家	0.998	6.7	9.2
	第六家	0.991	20	5.4
MC-LW	第一家	0.996	5.4	13
	第二家	0.995	4.8	19
	第三家	0.992	11	12
	第四家	0.9992	7.6	0.2
	第五家	0.995	8.9	20
	第六家	0.998	8.9	7.4
MC-LF	第一家	0.998	11	2.4
	第二家	0.997	1.7	3.9
	第三家	0.9994	10	3.7
	第四家	0.998	5.2	5.2
	第五家	0.997	11	3.9
	第六家	0.995	10	7.1

结论：6家实验室校准曲线的相关系数均 $\geq 0.990$ ，平均相对响应因子相对标准偏差均 $\leq 30\%$ ，中间浓度点测定偏差均 $\leq 25\%$ 。

### 2.3 方法验证结论

编制组在统计6家直接进样法方法验证数据时，所有数据全部采用，未取舍。6家实验室验证结果如下：

#### (1) 检出限及测定下限

汇总了6家实验室方法验证直接进样法的检出限测试数据，可得各目标化合物检出限

为0.2~0.4 µg/L，测定下限为0.8~1.6µg/L，测定下限满足环境质量标准对微囊藻毒素的限值规定。

### (2) 精密度

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的空白样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为4.4%~13%、1.2%~18%和1.0%~20%；实验室间相对标准偏差分别为9.1%~14%、6.4%~15%和8.2%~16%；重复性限分别为0.17 µg/L~0.21 µg/L、1.8 µg/L~2.5 µg/L和4.4 µg/L~9.9 µg/L；再现性限分别为0.26 µg/L~0.40 µg/L、2.5 µg/L~3.9 µg/L和10 µg/L~19 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的地表水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为1.7%~19%、1.9%~19%和0.76%~19%；实验室间相对标准偏差分别为6.4%~18%、7.5%~16%和11%~17%；重复性限分别为0.15 µg/L~0.32 µg/L、1.6 µg/L~2.8 µg/L和8.1 µg/L~13 µg/L；再现性限分别为0.27 µg/L~0.46 µg/L、2.4 µg/L~4.6 µg/L和13 µg/L~22 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的地下水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为1.7%~20%、1.1%~18%和3.3%~18%；实验室间相对标准偏差分别为8.0%~17%、6.1%~16%和7.5%~16%；重复性限分别为0.16 µg/L~0.31 µg/L、1.8 µg/L~2.5 µg/L和12 µg/L~15 µg/L；再现性限分别为0.27 µg/L~0.47 µg/L、2.1 µg/L~4.4 µg/L和10 µg/L~20 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的海水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为4.8%~19%、2.4%~19%和1.1%~19%；实验室间相对标准偏差分别为7.8%~17%、8.9%~16%和8.8%~16%；重复性限分别为0.22 µg/L~0.32 µg/L、1.6 µg/L~2.9 µg/L和7.0 µg/L~15 µg/L；再现性限分别为0.28 µg/L~0.47 µg/L、2.8 µg/L~4.3 µg/L和13 µg/L~21 µg/L。

### (3) 正确度

6家实验室分别对加标浓度为1.00 µg/L、10.0 µg/L和45.0 µg/L的空白样品进行了6次重复测定：加标回收率范围分别为67.4%~107%、64.7%~105%和66.7%~116%，加标回收率最终值分别为(76.1±14)%~(90.1±26)%、(80.2±19)%~(89.7±20)%和(73.4±18)%~(94.9±26)%。

6家实验室分别对加标浓度为1.00 µg/L、10.0 µg/L和45.0 µg/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57.9%~104%、63.4%~109%和63.1%~118%，加标回收率最终值分别为(75.4±20)%~(90.9±17)%、(77.8±22)%~(86.7±28)%和(77.4±23)%~(92.2±30)%。

6家实验室分别对加标浓度为1.00 µg/L、10.0 µg/L和45.0 µg/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58.4%~102%、59.0%~108%和62.7%~113%，加标回收率最终值分别为(74.3±20)%~(85.4±23)%、(73.9±18)%~(83.5±22)%和(75.0±14)%~(90.0±28)%。

6家实验室分别对加标浓度为1.00 µg/L、10.0 µg/L和45.0 µg/L的海水样品进行了6次重复测定：加标回收率范围分别为61.7%~107%、66.8%~112%和64.2%~109%，加标回收率最终值分别为(79.9±20)%~(88.0±19)%、(78.1±14)%~(89.0±28)%和

$(80.0 \pm 27) \% \sim (90.9 \pm 19) \%$ 。

### 3 固相萃取法

#### 3.1 原始测试数据

##### 3.1.1 方法检出限和测定下限数据

##### 3.1.1.1 采用节球藻毒素为内标定量的方法检出限和测定下限数据

附表 90~附表 96 为 6 家验证实验室的检出限与测定下限的测试数据。

附表 90 检出限、测定下限测试数据表

验证单位：浙江省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 8 月 26 日

目标化 合物	测定结果 (μg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (μg/L)	标准偏差 $S_i$ (μg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (μg/L)	方法检 出限 (μg/L)	测定 下限 (μg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.042	0.044	0.046	0.043	0.050	0.048	0.048	0.046	0.0029	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-YR	ND	0.041	0.043	0.045	0.040	0.046	0.043	0.038	0.042	0.0028	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-HtyR	ND	0.042	0.044	0.043	0.041	0.047	0.039	0.045	0.043	0.0027	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-LR	ND	0.043	0.041	0.037	0.034	0.035	0.045	0.037	0.039	0.0042	3.143	0.013	0.02	0.08
MC-WR	ND	0.042	0.047	0.039	0.048	0.037	0.039	0.043	0.042	0.0041	3.143	0.013	0.02	0.08
MC-LA	ND	0.043	0.036	0.038	0.042	0.042	0.043	0.037	0.040	0.0032	3.143	0.010	0.02	0.08
MC-LY	ND	0.042	0.037	0.043	0.044	0.045	0.041	0.039	0.042	0.0028	3.143	0.009	0.01	0.04

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-LW	ND	0.035	0.042	0.040	0.035	0.041	0.039	0.033	0.038	0.0036	3.143	0.011	0.02	0.08
MC-LF	ND	0.043	0.044	0.041	0.047	0.049	0.043	0.039	0.044	0.0037	3.143	0.011	0.02	0.08
注：ND 为未检出。														

附表 91 检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.042	0.039	0.043	0.037	0.042	0.036	0.039	0.040	0.0028	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-YR	ND	0.045	0.046	0.040	0.042	0.040	0.039	0.043	0.042	0.0028	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-HtyR	ND	0.041	0.044	0.041	0.046	0.038	0.043	0.040	0.042	0.0026	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-LR	ND	0.042	0.047	0.044	0.044	0.038	0.040	0.043	0.042	0.0029	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-WR	ND	0.039	0.044	0.043	0.042	0.038	0.038	0.042	0.041	0.0026	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-LA	ND	0.042	0.042	0.036	0.041	0.042	0.037	0.043	0.040	0.0030	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-LY	ND	0.041	0.040	0.037	0.041	0.036	0.045	0.044	0.041	0.0033	3.143	0.010	0.02	0.08

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-LW	ND	0.036	0.039	0.036	0.032	0.042	0.039	0.035	0.037	0.0030	3.143	0.010	0.01	0.04
MC-LF	ND	0.034	0.038	0.040	0.042	0.041	0.035	0.038	0.038	0.0032	3.143	0.010	0.01	0.04
注：ND 为未检出。														

附表 92 检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.041	0.036	0.038	0.037	0.042	0.038	0.043	0.039	0.0028	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-YR	ND	0.042	0.038	0.038	0.037	0.043	0.042	0.044	0.041	0.0027	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-HtyR	ND	0.039	0.036	0.037	0.036	0.034	0.041	0.042	0.038	0.0028	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-LR	ND	0.040	0.036	0.034	0.037	0.040	0.038	0.042	0.038	0.0028	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-WR	ND	0.046	0.040	0.040	0.037	0.041	0.041	0.044	0.041	0.0028	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-LA	ND	0.039	0.034	0.035	0.036	0.040	0.039	0.041	0.038	0.0025	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-LY	ND	0.045	0.038	0.037	0.038	0.042	0.041	0.044	0.041	0.0032	3.143	0.010	0.02	0.08

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-LW	ND	0.038	0.033	0.034	0.034	0.038	0.039	0.039	0.036	0.0027	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-LF	ND	0.040	0.034	0.035	0.034	0.038	0.037	0.039	0.037	0.0025	3.143	0.008	0.01	0.04
注：ND 为未检出。														

附表 93 检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 青海省环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.045	0.041	0.041	0.047	0.044	0.042	0.039	0.043	0.0026	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-YR	ND	0.035	0.041	0.038	0.038	0.039	0.043	0.036	0.039	0.0029	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-HtyR	ND	0.036	0.036	0.035	0.036	0.043	0.044	0.035	0.038	0.0039	3.143	0.012	0.01	0.04
MC-LR	ND	0.039	0.040	0.041	0.041	0.044	0.045	0.043	0.042	0.0021	3.143	0.007	0.01	0.04
MC-WR	ND	0.038	0.045	0.038	0.036	0.042	0.047	0.038	0.041	0.0041	3.143	0.013	0.02	0.08
MC-LA	ND	0.028	0.030	0.030	0.027	0.032	0.028	0.026	0.029	0.0021	3.143	0.007	0.01	0.04
MC-LY	ND	0.033	0.031	0.038	0.035	0.033	0.030	0.036	0.034	0.0027	3.143	0.009	0.01	0.04

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-LW	ND	0.048	0.044	0.042	0.049	0.044	0.048	0.049	0.046	0.0030	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-LF	ND	0.040	0.035	0.039	0.037	0.042	0.045	0.046	0.040	0.0039	3.143	0.012	0.02	0.08
注：ND 为未检出。														

附表 94 检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.037	0.037	0.035	0.039	0.040	0.042	0.041	0.039	0.002	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-YR	ND	0.038	0.037	0.034	0.036	0.040	0.041	0.042	0.038	0.003	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-HtyR	ND	0.036	0.038	0.034	0.038	0.040	0.039	0.041	0.038	0.002	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-LR	ND	0.036	0.036	0.038	0.032	0.035	0.033	0.038	0.035	0.002	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-WR	ND	0.036	0.030	0.030	0.035	0.033	0.035	0.036	0.034	0.003	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-LA	ND	0.036	0.037	0.035	0.038	0.039	0.041	0.040	0.038	0.002	3.143	0.007	0.01	0.04
MC-LY	ND	0.037	0.037	0.034	0.039	0.041	0.041	0.036	0.038	0.002	3.143	0.008	0.01	0.04



目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-LW	ND	0.036	0.037	0.034	0.038	0.040	0.041	0.035	0.037	0.002	3.143	0.007	0.01	0.04
MC-LF	ND	0.037	0.038	0.035	0.038	0.042	0.041	0.039	0.039	0.002	3.143	0.008	0.01	0.04

注：ND 为未检出。

附表 95 检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.046	0.039	0.041	0.040	0.043	0.044	0.044	0.042	0.0025	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-YR	ND	0.039	0.039	0.042	0.044	0.038	0.044	0.038	0.041	0.0027	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-HtyR	ND	0.042	0.036	0.035	0.037	0.039	0.036	0.044	0.038	0.0034	3.143	0.011	0.02	0.08
MC-LR	ND	0.042	0.045	0.052	0.051	0.051	0.044	0.048	0.047	0.0041	3.143	0.013	0.02	0.08
MC-WR	ND	0.040	0.035	0.035	0.032	0.035	0.039	0.037	0.036	0.0028	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-LA	ND	0.050	0.049	0.043	0.046	0.049	0.043	0.046	0.047	0.0028	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-LY	ND	0.043	0.040	0.045	0.041	0.042	0.039	0.037	0.041	0.0027	3.143	0.009	0.01	0.04

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-LW	ND	0.047	0.039	0.040	0.044	0.039	0.046	0.039	0.042	0.0033	3.143	0.011	0.02	0.08
MC-LF	ND	0.051	0.049	0.057	0.055	0.047	0.060	0.048	0.052	0.0051	3.143	0.016	0.02	0.08
注：ND 为未检出。														

### 3.1.1.1 采用亮氨酸脑啡肽为内标定量的方法检出限和测定下限数据

附表 96~附表 101 为 6 家验证实验室的检出限与测定下限的测试数据。

附表 96 检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.038	0.040	0.040	0.039	0.047	0.046	0.041	0.042	0.0035	3.143	0.011	0.02	0.08
MC-YR	ND	0.035	0.038	0.039	0.036	0.044	0.043	0.036	0.039	0.0035	3.143	0.011	0.02	0.08
MC-HtyR	ND	0.041	0.039	0.038	0.039	0.043	0.036	0.041	0.040	0.0025	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-LR	ND	0.045	0.045	0.050	0.047	0.050	0.046	0.051	0.048	0.0028	3.143	0.009	0.01	0.04

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-WR	ND	0.034	0.041	0.033	0.041	0.042	0.039	0.037	0.038	0.0036	3.143	0.011	0.02	0.08
MC-LA	ND	0.030	0.033	0.032	0.039	0.037	0.038	0.035	0.035	0.0032	3.143	0.010	0.02	0.08
MC-LY	ND	0.035	0.033	0.034	0.036	0.038	0.031	0.033	0.034	0.0023	3.143	0.007	0.01	0.04
MC-LW	ND	0.037	0.046	0.043	0.039	0.038	0.044	0.037	0.041	0.0036	3.143	0.011	0.02	0.08
MC-LF	ND	0.050	0.048	0.053	0.046	0.053	0.047	0.054	0.050	0.0031	3.143	0.010	0.02	0.08
注：ND 为未检出。														

附表 97 检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.038	0.040	0.036	0.044	0.043	0.041	0.040	0.040	0.0028	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-YR	ND	0.046	0.048	0.040	0.044	0.050	0.043	0.045	0.045	0.0031	3.143	0.010	0.01	0.04
MC-HtyR	ND	0.044	0.046	0.042	0.047	0.040	0.039	0.043	0.043	0.0028	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-LR	ND	0.043	0.047	0.045	0.047	0.050	0.041	0.044	0.045	0.0029	3.143	0.009	0.01	0.04

目标化合 物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-WR	ND	0.047	0.043	0.045	0.048	0.051	0.042	0.048	0.046	0.0031	3.143	0.010	0.01	0.04
MC-LA	ND	0.057	0.054	0.057	0.062	0.053	0.055	0.063	0.057	0.0039	3.143	0.012	0.02	0.08
MC-LY	ND	0.047	0.052	0.043	0.045	0.051	0.047	0.050	0.048	0.0033	3.143	0.010	0.02	0.08
MC-LW	ND	0.037	0.040	0.038	0.043	0.043	0.045	0.041	0.041	0.0031	3.143	0.010	0.01	0.04
MC-LF	ND	0.058	0.063	0.065	0.057	0.066	0.057	0.065	0.061	0.0044	3.143	0.014	0.02	0.08
注：ND 为未检出。														

附表 98 检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.036	0.036	0.038	0.037	0.034	0.041	0.040	0.037	0.0024	3.143	0.007	0.01	0.04
MC-YR	ND	0.040	0.040	0.040	0.035	0.040	0.044	0.042	0.040	0.0028	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-HtyR	ND	0.038	0.038	0.038	0.042	0.037	0.039	0.040	0.039	0.0019	3.143	0.006	0.01	0.04
MC-LR	ND	0.037	0.037	0.042	0.038	0.037	0.036	0.041	0.038	0.0021	3.143	0.007	0.01	0.04

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-WR	ND	0.037	0.037	0.041	0.045	0.042	0.038	0.042	0.040	0.0029	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-LA	ND	0.039	0.039	0.036	0.037	0.037	0.042	0.039	0.038	0.0019	3.143	0.006	0.01	0.04
MC-LY	ND	0.039	0.039	0.035	0.034	0.042	0.039	0.042	0.039	0.0030	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-LW	ND	0.036	0.036	0.037	0.034	0.042	0.040	0.039	0.038	0.0024	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-LF	ND	0.033	0.033	0.041	0.035	0.034	0.039	0.038	0.036	0.0029	3.143	0.009	0.01	0.04
注：ND 为未检出。														

附表 99 检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 青海省环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.039	0.040	0.038	0.035	0.043	0.041	0.036	0.039	0.0029	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-YR	ND	0.034	0.040	0.043	0.037	0.038	0.042	0.045	0.040	0.0037	3.143	0.012	0.02	0.08
MC-HtyR	ND	0.030	0.035	0.033	0.032	0.040	0.038	0.034	0.035	0.0034	3.143	0.011	0.02	0.08
MC-LR	ND	0.037	0.038	0.041	0.044	0.035	0.047	0.045	0.041	0.0044	3.143	0.014	0.02	0.08

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-WR	ND	0.037	0.044	0.035	0.038	0.040	0.045	0.036	0.039	0.0040	3.143	0.012	0.02	0.08
MC-LA	ND	0.032	0.029	0.033	0.035	0.036	0.032	0.032	0.033	0.0023	3.143	0.007	0.02	0.08
MC-LY	ND	0.033	0.032	0.036	0.037	0.034	0.030	0.039	0.035	0.0031	3.143	0.010	0.01	0.04
MC-LW	ND	0.051	0.046	0.047	0.050	0.053	0.049	0.044	0.048	0.0031	3.143	0.010	0.01	0.04
MC-LF	ND	0.041	0.034	0.038	0.038	0.042	0.045	0.046	0.040	0.0042	3.143	0.013	0.02	0.08
注：ND 为未检出。														

附表 100 检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.036	0.037	0.036	0.038	0.041	0.042	0.042	0.039	0.003	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-YR	ND	0.036	0.040	0.034	0.036	0.037	0.039	0.040	0.038	0.002	3.143	0.007	0.01	0.04
MC-HtyR	ND	0.036	0.037	0.036	0.038	0.041	0.040	0.042	0.039	0.002	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-LR	ND	0.036	0.037	0.038	0.033	0.036	0.034	0.039	0.036	0.002	3.143	0.007	0.01	0.04

目标化合 物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-WR	ND	0.036	0.030	0.030	0.036	0.034	0.036	0.036	0.034	0.003	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-LA	ND	0.036	0.037	0.038	0.036	0.042	0.041	0.041	0.039	0.002	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-LY	ND	0.039	0.034	0.040	0.037	0.038	0.034	0.041	0.037	0.003	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-LW	ND	0.037	0.034	0.036	0.036	0.034	0.040	0.038	0.037	0.002	3.143	0.007	0.01	0.04
MC-LF	ND	0.036	0.037	0.038	0.034	0.041	0.041	0.040	0.038	0.002	3.143	0.008	0.01	0.04
注：ND 为未检出。														

附表 101 检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.047	0.044	0.039	0.045	0.041	0.042	0.042	0.043	0.0027	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-YR	ND	0.051	0.042	0.044	0.042	0.045	0.051	0.046	0.046	0.0039	3.143	0.012	0.02	0.08
MC-HtyR	ND	0.037	0.044	0.038	0.044	0.035	0.039	0.036	0.039	0.0036	3.143	0.011	0.01	0.04
MC-LR	ND	0.050	0.042	0.048	0.046	0.045	0.050	0.045	0.047	0.0029	3.143	0.009	0.01	0.04

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-WR	ND	0.046	0.041	0.040	0.036	0.039	0.040	0.044	0.041	0.0031	3.143	0.010	0.01	0.04
MC-LA	ND	0.045	0.044	0.038	0.039	0.044	0.041	0.042	0.042	0.0027	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-LY	ND	0.047	0.039	0.043	0.044	0.039	0.042	0.037	0.042	0.0035	3.143	0.011	0.01	0.04
MC-LW	ND	0.046	0.039	0.039	0.037	0.038	0.045	0.039	0.040	0.0037	3.143	0.012	0.02	0.08
MC-LF	ND	0.049	0.040	0.048	0.044	0.040	0.042	0.039	0.043	0.0041	3.143	0.013	0.02	0.08
注：ND 为未检出。														

### 3.1.1.3 采用环孢菌素-A, $^{13}C_2$ , $d_4$ 为内标定量的方法检出限和测定下限数据

附表 102~附表 107 为 6 家验证实验室的检出限与测定下限的测试数据。

附表 102 检出限、测定下限测试数据表

验证单位：浙江省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 8 月 26 日

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.038	0.040	0.042	0.043	0.046	0.045	0.044	0.043	0.0028	3.143	0.009	0.01	0.04



目标化合 物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-YR	ND	0.037	0.040	0.042	0.039	0.046	0.043	0.039	0.041	0.0029	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-HtyR	ND	0.046	0.044	0.042	0.039	0.048	0.040	0.046	0.043	0.0033	3.143	0.011	0.01	0.04
MC-LR	ND	0.035	0.036	0.033	0.032	0.038	0.033	0.036	0.035	0.0021	3.143	0.006	0.01	0.04
MC-WR	ND	0.034	0.040	0.031	0.042	0.033	0.035	0.038	0.036	0.0039	3.143	0.012	0.02	0.08
MC-LA	ND	0.039	0.037	0.035	0.044	0.045	0.043	0.039	0.040	0.0035	3.143	0.011	0.02	0.08
MC-LY	ND	0.031	0.032	0.038	0.040	0.041	0.036	0.037	0.036	0.0037	3.143	0.012	0.02	0.08
MC-LW	ND	0.038	0.034	0.030	0.033	0.035	0.029	0.031	0.033	0.0032	3.143	0.010	0.02	0.08
MC-LF	ND	0.046	0.042	0.044	0.045	0.051	0.047	0.049	0.046	0.0032	3.143	0.010	0.01	0.04

注：ND 为未检出。

附表 103 检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.037	0.042	0.042	0.038	0.045	0.037	0.043	0.040	0.0032	3.143	0.010	0.02	0.08

目标化合 物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-YR	ND	0.048	0.051	0.049	0.045	0.043	0.042	0.047	0.046	0.0030	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-HtyR	ND	0.046	0.048	0.045	0.050	0.042	0.051	0.045	0.047	0.0032	3.143	0.010	0.01	0.04
MC-LR	ND	0.045	0.050	0.048	0.048	0.042	0.043	0.051	0.047	0.0035	3.143	0.011	0.02	0.08
MC-WR	ND	0.041	0.048	0.046	0.045	0.041	0.047	0.040	0.044	0.0032	3.143	0.010	0.01	0.04
MC-LA	ND	0.044	0.045	0.038	0.044	0.045	0.039	0.048	0.043	0.0034	3.143	0.011	0.02	0.08
MC-LY	ND	0.043	0.043	0.039	0.044	0.039	0.049	0.048	0.043	0.0037	3.143	0.012	0.02	0.08
MC-LW	ND	0.039	0.042	0.039	0.035	0.045	0.042	0.038	0.040	0.0032	3.143	0.010	0.02	0.08
MC-LF	ND	0.036	0.041	0.043	0.045	0.044	0.037	0.041	0.041	0.0035	3.143	0.011	0.02	0.08

注：ND 为未检出。

附表 104 检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.036	0.037	0.037	0.033	0.039	0.033	0.038	0.036	0.0025	3.143	0.008	0.01	0.04

目标化合 物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-YR	ND	0.038	0.040	0.036	0.038	0.042	0.034	0.041	0.038	0.0030	3.143	0.010	0.01	0.04
MC-HtyR	ND	0.034	0.038	0.040	0.036	0.035	0.041	0.041	0.038	0.0027	3.143	0.008	0.02	0.08
MC-LR	ND	0.036	0.037	0.034	0.037	0.034	0.039	0.041	0.037	0.0026	3.143	0.008	0.02	0.08
MC-WR	ND	0.041	0.042	0.038	0.040	0.035	0.036	0.043	0.039	0.0029	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-LA	ND	0.035	0.041	0.037	0.037	0.040	0.040	0.034	0.038	0.0029	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-LY	ND	0.040	0.035	0.038	0.037	0.037	0.042	0.042	0.039	0.0027	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-LW	ND	0.034	0.035	0.040	0.034	0.038	0.040	0.039	0.037	0.0027	3.143	0.008	0.02	0.08
MC-LF	ND	0.036	0.040	0.035	0.034	0.038	0.036	0.039	0.037	0.0022	3.143	0.007	0.02	0.08

注：ND 为未检出。

附表 105 检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 青海省环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.039	0.043	0.036	0.040	0.041	0.037	0.038	0.039	0.0025	3.143	0.008	0.01	0.04

目标化合 物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-YR	ND	0.030	0.038	0.037	0.032	0.032	0.035	0.038	0.034	0.0033	3.143	0.010	0.02	0.08
MC-HtyR	ND	0.034	0.037	0.035	0.031	0.031	0.032	0.031	0.033	0.0024	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-LR	ND	0.037	0.044	0.034	0.038	0.043	0.034	0.037	0.038	0.0039	3.143	0.012	0.02	0.08
MC-WR	ND	0.040	0.043	0.043	0.034	0.037	0.035	0.038	0.038	0.0037	3.143	0.012	0.02	0.08
MC-LA	ND	0.039	0.029	0.034	0.033	0.034	0.031	0.037	0.034	0.0034	3.143	0.011	0.02	0.08
MC-LY	ND	0.031	0.035	0.029	0.033	0.029	0.031	0.033	0.032	0.0022	3.143	0.007	0.01	0.04
MC-LW	ND	0.046	0.049	0.041	0.045	0.048	0.042	0.042	0.045	0.0032	3.143	0.010	0.02	0.08
MC-LF	ND	0.035	0.037	0.031	0.032	0.035	0.037	0.039	0.035	0.0029	3.143	0.009	0.01	0.04

注：ND 为未检出。

附表 106 检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.041	0.039	0.037	0.038	0.033	0.037	0.035	0.037	0.0026	3.143	0.008	0.01	0.04

目标化合 物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-YR	ND	0.038	0.037	0.035	0.035	0.032	0.037	0.032	0.035	0.0024	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-HtyR	ND	0.039	0.034	0.033	0.035	0.034	0.038	0.040	0.036	0.0028	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-LR	ND	0.035	0.036	0.033	0.038	0.031	0.034	0.034	0.034	0.0022	3.143	0.007	0.01	0.04
MC-WR	ND	0.032	0.037	0.032	0.035	0.032	0.033	0.037	0.034	0.0023	3.143	0.007	0.01	0.04
MC-LA	ND	0.033	0.037	0.036	0.038	0.035	0.034	0.031	0.035	0.0024	3.143	0.007	0.01	0.04
MC-LY	ND	0.031	0.033	0.036	0.037	0.033	0.032	0.034	0.034	0.0021	3.143	0.007	0.01	0.04
MC-LW	ND	0.033	0.037	0.031	0.035	0.036	0.036	0.031	0.034	0.0025	3.143	0.007	0.01	0.04
MC-LF	ND	0.034	0.038	0.036	0.033	0.033	0.039	0.038	0.036	0.0025	3.143	0.007	0.01	0.04

注：ND 为未检出。

附表 107 检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-RR	ND	0.042	0.042	0.039	0.043	0.046	0.044	0.038	0.042	0.0026	3.143	0.008	0.01	0.04

目标化 合物	测定结果 (µg/L)								平均值 $\bar{x}_i$ (µg/L)	标准偏差 $S_i$ (µg/L)	$t$ 值	计算的方 法检出限 (µg/L)	方法检 出限 (µg/L)	测定 下限 (µg/L)
	空白	1	2	3	4	5	6	7						
MC-YR	ND	0.046	0.044	0.038	0.039	0.045	0.045	0.047	0.044	0.0034	3.143	0.011	0.02	0.08
MC-HtyR	ND	0.045	0.040	0.039	0.039	0.037	0.036	0.043	0.040	0.0031	3.143	0.010	0.01	0.04
MC-LR	ND	0.040	0.045	0.053	0.050	0.045	0.050	0.046	0.047	0.0044	3.143	0.014	0.02	0.08
MC-WR	ND	0.038	0.044	0.039	0.043	0.043	0.040	0.044	0.041	0.0027	3.143	0.009	0.01	0.04
MC-LA	ND	0.041	0.044	0.037	0.043	0.040	0.039	0.039	0.040	0.0026	3.143	0.008	0.01	0.04
MC-LY	ND	0.041	0.039	0.044	0.034	0.037	0.040	0.035	0.038	0.0035	3.143	0.011	0.02	0.08
MC-LW	ND	0.045	0.041	0.042	0.035	0.038	0.045	0.040	0.041	0.0037	3.143	0.012	0.02	0.08
MC-LF	ND	0.037	0.047	0.048	0.043	0.039	0.040	0.042	0.042	0.0042	3.143	0.013	0.02	0.08

注：ND 为未检出。

### 3.1.2 精密度与正确度

#### 3.1.2.1 采用节球藻为内标定量的精密度与正确度数据

6家验证实验室采用统一实际样品，样品类型包括空白样品、地表水、地下水和海水。由于实际样品均未检出，因此采取实际样品基体加标进行验证，空白样品、地下水、地表水和海水样品加标浓度均0.05 $\mu\text{g/L}$ 、0.25 $\mu\text{g/L}$ 和1.80 $\mu\text{g/L}$ 。按全程序每个样品平行测定6次，分别计算各浓度样品测定的平均值、标准偏差、相对标准偏差、加标回收率等参数，测定结果见附表108-附表179。

附表108 空白低浓度加标样品（0.05  $\mu\text{g/L}$ ）精密度和正确度验证数据

验证单位：浙江省生态环境监测中心

验证时间：2022年8月26日

目标化合物	实际样品测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.042	0.044	0.046	0.043	0.050	0.048	0.045	0.0031	6.8	90.9
MC-YR	ND	0.041	0.043	0.045	0.040	0.046	0.043	0.043	0.0023	5.5	85.7
MC-HtyR	ND	0.042	0.044	0.043	0.041	0.047	0.039	0.042	0.0028	6.5	84.8
MC-LR	ND	0.043	0.041	0.037	0.034	0.035	0.045	0.039	0.0045	11	78.4
MC-WR	ND	0.042	0.047	0.039	0.048	0.037	0.039	0.042	0.0045	11	83.5
MC-LA	ND	0.043	0.036	0.038	0.042	0.042	0.043	0.041	0.0032	7.8	81.5
MC-LY	ND	0.042	0.037	0.043	0.044	0.045	0.041	0.042	0.0028	6.6	84.2
MC-LW	ND	0.035	0.042	0.040	0.035	0.041	0.039	0.039	0.0031	8.1	77.6
MC-LF	ND	0.043	0.044	0.041	0.047	0.049	0.043	0.045	0.0032	7.2	89.3

附表109 空白中浓度加标样品（0.25  $\mu\text{g/L}$ ）精密度和正确度验证数据

验证单位：浙江省生态环境监测中心

验证时间：2022年8月26日

目标化合物	实际样品测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.267	0.257	0.268	0.251	0.240	0.247	0.255	0.011	4.3	102
MC-YR	ND	0.271	0.275	0.252	0.274	0.222	0.227	0.253	0.024	9.4	101
MC-HtyR	ND	0.197	0.186	0.189	0.179	0.160	0.172	0.180	0.013	7.3	72.2
MC-LR	ND	0.282	0.201	0.251	0.225	0.254	0.291	0.251	0.034	14	100
MC-WR	ND	0.199	0.247	0.268	0.261	0.301	0.258	0.256	0.033	13	102

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LA	ND	0.258	0.217	0.207	0.266	0.255	0.221	0.237	0.025	11	95.0
MC-LY	ND	0.200	0.183	0.201	0.203	0.243	0.227	0.210	0.022	10	83.8
MC-LW	ND	0.310	0.301	0.241	0.234	0.198	0.266	0.258	0.043	17	103
MC-LF	ND	0.267	0.211	0.305	0.239	0.174	0.243	0.240	0.045	19	96.0

附表 110 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.25	1.28	1.24	1.47	1.47	1.42	1.35	0.11	8.2	75.3
MC-YR	ND	1.44	1.53	1.48	1.57	1.56	1.33	1.48	0.087	5.9	82.4
MC-HtyR	ND	1.20	1.15	1.14	1.40	1.39	1.35	1.27	0.12	9.6	70.7
MC-LR	ND	1.54	1.66	1.49	1.82	2.05	1.36	1.65	0.25	15	91.8
MC-WR	ND	1.88	1.45	1.41	1.38	1.50	1.49	1.52	0.18	12	84.3
MC-LA	ND	1.63	1.85	1.37	1.51	1.97	1.44	1.63	0.24	15	90.5
MC-LY	ND	1.48	1.54	1.53	1.40	1.40	1.23	1.43	0.11	8.0	79.6
MC-LW	ND	1.49	1.86	1.13	1.22	1.58	1.44	1.45	0.26	18	80.8
MC-LF	ND	1.08	1.49	1.17	1.48	1.40	1.05	1.27	0.20	16	70.8

附表 111 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.048	0.045	0.046	0.045	0.046	0.043	0.046	0.0018	3.9	91.1
MC-YR	ND	0.054	0.035	0.046	0.044	0.039	0.045	0.044	0.0066	15	87.5
MC-HtyR	ND	0.048	0.043	0.047	0.050	0.044	0.037	0.045	0.0044	9.8	89.8
MC-LR	ND	0.033	0.030	0.032	0.037	0.036	0.041	0.035	0.0040	12	69.7
MC-WR	ND	0.036	0.040	0.039	0.043	0.049	0.045	0.042	0.0048	11	84.0



目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LA	ND	0.034	0.041	0.042	0.044	0.033	0.042	0.039	0.0045	11	78.7
MC-LY	ND	0.044	0.033	0.045	0.038	0.036	0.039	0.039	0.0048	12	78.3
MC-LW	ND	0.037	0.033	0.031	0.035	0.037	0.050	0.037	0.0067	18	74.5
MC-LF	ND	0.050	0.040	0.043	0.054	0.057	0.037	0.047	0.0080	17	93.4

附表 112 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.239	0.237	0.240	0.254	0.256	0.215	0.240	0.015	6.1	96.1
MC-YR	ND	0.210	0.267	0.218	0.248	0.227	0.248	0.236	0.022	9.1	94.5
MC-HtyR	ND	0.173	0.163	0.176	0.174	0.173	0.197	0.176	0.011	6.4	70.4
MC-LR	ND	0.194	0.201	0.211	0.226	0.259	0.211	0.217	0.023	11	86.8
MC-WR	ND	0.234	0.211	0.208	0.243	0.284	0.220	0.233	0.028	12	93.3
MC-LA	ND	0.192	0.240	0.161	0.182	0.204	0.207	0.197	0.027	13	79.0
MC-LY	ND	0.189	0.200	0.179	0.190	0.196	0.165	0.186	0.013	6.8	74.5
MC-LW	ND	0.249	0.217	0.234	0.277	0.308	0.231	0.253	0.034	14	101
MC-LF	ND	0.214	0.198	0.209	0.232	0.188	0.238	0.213	0.019	9.0	85.2

附表 113 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.21	1.34	1.27	1.43	1.53	1.46	1.37	0.12	8.8	76.3
MC-YR	ND	1.51	1.66	1.57	1.55	1.87	1.63	1.63	0.13	7.9	90.7
MC-HtyR	ND	2.22	1.19	1.18	1.36	1.44	1.41	1.47	0.39	26	81.4
MC-LR	ND	1.52	1.58	1.54	1.84	1.86	1.96	1.72	0.19	11	95.3

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-WR	ND	1.58	1.17	1.21	1.39	1.54	1.21	1.35	0.18	13	75.1
MC-LA	ND	1.36	1.14	1.28	1.35	1.94	1.61	1.45	0.29	20	80.5
MC-LY	ND	1.33	1.09	1.15	1.15	1.65	1.41	1.30	0.21	16	72.1
MC-LW	ND	2.14	1.34	1.43	2.06	1.81	1.65	1.74	0.33	19	96.5
MC-LF	ND	1.03	1.23	1.33	1.17	1.45	1.39	1.27	0.16	12	70.3

附表 114 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.047	0.047	0.038	0.049	0.049	0.042	0.045	0.0044	9.7	90.4
MC-YR	ND	0.045	0.036	0.049	0.053	0.041	0.047	0.045	0.0063	14	90.4
MC-HtyR	ND	0.043	0.048	0.036	0.045	0.042	0.047	0.043	0.0045	10	87.0
MC-LR	ND	0.044	0.040	0.041	0.043	0.034	0.054	0.043	0.0067	16	85.8
MC-WR	ND	0.043	0.061	0.048	0.048	0.044	0.050	0.049	0.0065	13	97.9
MC-LA	ND	0.039	0.036	0.031	0.041	0.035	0.043	0.038	0.0044	12	75.1
MC-LY	ND	0.039	0.045	0.033	0.044	0.044	0.049	0.042	0.0055	13	84.8
MC-LW	ND	0.042	0.032	0.039	0.046	0.043	0.053	0.042	0.0071	17	84.9
MC-LF	ND	0.051	0.044	0.031	0.056	0.051	0.042	0.046	0.0088	19	91.6

附表 115 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.244	0.236	0.227	0.254	0.269	0.248	0.247	0.014	5.9	98.6
MC-YR	ND	0.259	0.228	0.231	0.254	0.276	0.255	0.250	0.018	7.2	100
MC-HtyR	ND	0.177	0.164	0.158	0.178	0.203	0.155	0.173	0.018	10	69.0
MC-LR	ND	0.269	0.297	0.252	0.230	0.278	0.301	0.271	0.027	10	108

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-WR	ND	0.224	0.201	0.231	0.201	0.291	0.197	0.224	0.035	16	89.6
MC-LA	ND	0.254	0.255	0.194	0.222	0.293	0.215	0.239	0.035	15	95.6
MC-LY	ND	0.210	0.146	0.189	0.204	0.218	0.215	0.197	0.027	14	78.8
MC-LW	ND	0.217	0.261	0.185	0.306	0.269	0.247	0.248	0.042	17	99.0
MC-LF	ND	0.194	0.201	0.184	0.226	0.219	0.218	0.207	0.016	7.9	82.9

附表 116 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.23	1.23	1.27	1.51	1.46	1.47	1.36	0.13	9.8	75.7
MC-YR	ND	1.55	1.51	1.63	1.77	1.66	1.79	1.65	0.12	7.0	91.9
MC-HtyR	ND	1.35	1.37	1.41	1.83	1.80	1.72	1.58	0.23	14	87.7
MC-LR	ND	1.85	1.78	1.63	2.22	1.58	2.03	1.85	0.24	13	103
MC-WR	ND	1.56	1.21	1.38	1.98	1.48	1.49	1.52	0.26	17	84.3
MC-LA	ND	1.79	1.40	1.95	1.68	1.35	1.91	1.68	0.26	15	93.5
MC-LY	ND	1.58	1.96	1.75	1.25	1.72	1.73	1.67	0.24	14	92.6
MC-LW	ND	1.35	1.38	2.01	1.79	1.53	1.55	1.60	0.25	16	89.1
MC-LF	ND	1.03	1.30	1.11	1.57	1.73	1.46	1.36	0.27	20	75.8

附表 117 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.054	0.054	0.053	0.048	0.051	0.052	0.052	0.0021	4.0	104
MC-YR	ND	0.048	0.047	0.050	0.051	0.042	0.048	0.047	0.0030	6.4	94.9
MC-HtyR	ND	0.043	0.052	0.053	0.046	0.051	0.048	0.049	0.0039	7.9	97.4
MC-LR	ND	0.053	0.048	0.044	0.033	0.038	0.049	0.044	0.0073	16	88.6

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-WR	ND	0.045	0.046	0.047	0.049	0.056	0.053	0.049	0.0044	8.9	98.4
MC-LA	ND	0.054	0.039	0.042	0.035	0.036	0.039	0.041	0.0069	17	81.8
MC-LY	ND	0.042	0.047	0.036	0.037	0.049	0.045	0.043	0.0052	12	85.4
MC-LW	ND	0.041	0.031	0.046	0.032	0.032	0.040	0.037	0.0061	17	73.8
MC-LF	ND	0.054	0.043	0.056	0.043	0.054	0.053	0.050	0.0056	11	101

附表 118 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.287	0.274	0.273	0.275	0.280	0.284	0.279	0.0058	2.1	112
MC-YR	ND	0.313	0.256	0.246	0.250	0.304	0.282	0.275	0.029	10	110
MC-HtyR	ND	0.205	0.212	0.208	0.198	0.202	0.208	0.205	0.0050	2.4	82.2
MC-LR	ND	0.305	0.248	0.285	0.317	0.269	0.254	0.280	0.028	9.9	112
MC-WR	ND	0.270	0.231	0.229	0.253	0.275	0.253	0.252	0.019	7.6	101
MC-LA	ND	0.199	0.285	0.210	0.268	0.274	0.246	0.247	0.035	14	98.8
MC-LY	ND	0.182	0.172	0.199	0.193	0.192	0.186	0.187	0.0092	4.9	74.9
MC-LW	ND	0.229	0.276	0.311	0.267	0.306	0.289	0.280	0.030	11	112
MC-LF	ND	0.233	0.205	0.232	0.246	0.265	0.256	0.239	0.021	8.8	95.8

附表 119 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.58	1.56	1.52	1.52	1.54	1.29	1.50	0.11	7.1	83.5
MC-YR	ND	1.78	1.69	1.64	1.61	2.06	1.45	1.71	0.20	12	94.8
MC-HtyR	ND	1.45	1.47	1.44	1.48	1.51	1.14	1.41	0.14	9.6	78.6
MC-LR	ND	1.80	1.75	1.77	1.92	2.03	1.76	1.84	0.11	6.2	102

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-WR	ND	1.26	1.06	1.06	1.43	1.53	1.05	1.23	0.21	17	68.3
MC-LA	ND	1.59	1.27	1.56	1.62	1.64	1.27	1.49	0.17	12	82.8
MC-LY	ND	1.63	1.55	1.42	1.34	1.85	1.01	1.47	0.29	19	81.6
MC-LW	ND	1.40	1.29	1.56	1.68	1.19	1.35	1.41	0.18	13	78.4
MC-LF	ND	1.38	1.30	1.33	1.35	1.53	0.89	1.29	0.21	17	71.8

附表 120 空白低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.042	0.039	0.043	0.037	0.042	0.036	0.040	0.0031	7.7	79.5
MC-YR	ND	0.045	0.046	0.040	0.042	0.040	0.039	0.042	0.0030	7.2	84.2
MC-HtyR	ND	0.041	0.044	0.041	0.046	0.038	0.043	0.042	0.0028	6.5	84.1
MC-LR	ND	0.042	0.047	0.044	0.044	0.038	0.040	0.042	0.0032	7.4	84.8
MC-WR	ND	0.039	0.044	0.043	0.042	0.038	0.038	0.041	0.0029	7.0	81.2
MC-LA	ND	0.042	0.042	0.036	0.041	0.042	0.037	0.040	0.0029	7.3	79.7
MC-LY	ND	0.041	0.040	0.037	0.041	0.036	0.045	0.040	0.0031	7.7	79.8
MC-LW	ND	0.036	0.039	0.036	0.032	0.042	0.039	0.037	0.0032	8.7	74.6
MC-LF	ND	0.034	0.038	0.040	0.042	0.041	0.035	0.038	0.0035	9.0	76.5

附表 121 空白中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.186	0.185	0.197	0.216	0.218	0.198	0.200	0.014	7.0	80.0
MC-YR	ND	0.201	0.208	0.206	0.222	0.220	0.226	0.214	0.010	4.7	85.6
MC-HtyR	ND	0.195	0.193	0.192	0.210	0.225	0.202	0.203	0.013	6.4	81.2
MC-LR	ND	0.211	0.196	0.189	0.211	0.223	0.217	0.208	0.013	6.2	83.1

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-WR	ND	0.199	0.204	0.204	0.225	0.235	0.225	0.215	0.015	6.9	86.2
MC-LA	ND	0.231	0.242	0.243	0.262	0.275	0.264	0.253	0.017	6.5	101
MC-LY	ND	0.207	0.191	0.210	0.217	0.234	0.228	0.215	0.016	7.2	85.8
MC-LW	ND	0.167	0.186	0.190	0.208	0.216	0.196	0.194	0.017	8.9	77.6
MC-LF	ND	0.228	0.230	0.230	0.250	0.261	0.264	0.244	0.017	6.8	97.5

附表 122 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.00	1.01	0.969	1.16	1.14	1.12	1.07	0.083	7.8	59.2
MC-YR	ND	0.966	0.969	0.993	1.16	1.15	1.15	1.06	0.10	9.1	59.1
MC-HtyR	ND	1.00	1.00	0.972	1.16	1.14	1.13	1.07	0.085	8.0	59.3
MC-LR	ND	0.970	0.969	0.963	1.15	1.07	1.11	1.04	0.081	7.8	57.7
MC-WR	ND	1.00	0.987	0.973	1.14	1.13	1.12	1.06	0.079	7.4	58.9
MC-LA	ND	1.24	1.25	1.24	1.44	1.44	1.49	1.35	0.12	8.8	75.0
MC-LY	ND	1.05	1.00	0.964	1.18	0.971	1.09	1.04	0.083	7.9	57.9
MC-LW	ND	0.968	0.939	0.938	1.20	1.11	1.15	1.05	0.12	11	58.4
MC-LF	ND	1.15	1.19	1.14	1.31	1.33	1.35	1.25	0.098	7.9	69.2

附表 123 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.042	0.040	0.038	0.040	0.042	0.041	0.040	0.0015	3.8	80.7
MC-YR	ND	0.047	0.047	0.047	0.047	0.047	0.046	0.047	0.00059	1.3	93.5
MC-HtyR	ND	0.046	0.043	0.044	0.047	0.046	0.046	0.045	0.0016	3.4	90.6
MC-LR	ND	0.048	0.048	0.044	0.048	0.045	0.047	0.047	0.0017	3.6	93.3

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-WR	ND	0.049	0.047	0.048	0.046	0.049	0.049	0.048	0.0014	2.9	96.1
MC-LA	ND	0.059	0.059	0.059	0.056	0.060	0.059	0.059	0.0014	2.4	117
MC-LY	ND	0.056	0.051	0.052	0.058	0.056	0.056	0.055	0.0025	4.5	110
MC-LW	ND	0.043	0.042	0.038	0.042	0.041	0.043	0.041	0.0016	3.7	82.9
MC-LF	ND	0.064	0.063	0.047	0.056	0.051	0.065	0.058	0.0074	13	116

附表 124 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.205	0.203	0.198	0.202	0.197	0.213	0.203	0.0057	2.8	81.1
MC-YR	ND	0.214	0.216	0.205	0.221	0.207	0.223	0.214	0.0072	3.4	85.7
MC-HtyR	ND	0.202	0.207	0.201	0.208	0.213	0.214	0.207	0.0054	2.6	83.0
MC-LR	ND	0.206	0.210	0.200	0.219	0.202	0.220	0.210	0.0085	4.1	83.8
MC-WR	ND	0.211	0.208	0.205	0.210	0.213	0.222	0.211	0.0059	2.8	84.5
MC-LA	ND	0.228	0.227	0.222	0.246	0.234	0.241	0.233	0.0089	3.8	93.3
MC-LY	ND	0.226	0.230	0.193	0.238	0.226	0.256	0.228	0.021	9.1	91.3
MC-LW	ND	0.200	0.199	0.183	0.205	0.183	0.207	0.196	0.011	5.5	78.5
MC-LF	ND	0.228	0.222	0.216	0.229	0.220	0.231	0.224	0.0060	2.7	89.8

附表 125 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.11	1.18	1.15	1.07	0.983	1.00	1.08	0.080	7.4	60.2
MC-YR	ND	1.15	1.18	1.16	1.06	1.05	1.08	1.11	0.059	5.3	61.9
MC-HtyR	ND	1.09	1.14	1.11	1.05	1.01	1.04	1.07	0.048	4.5	59.7
MC-LR	ND	1.10	1.16	1.10	1.04	1.02	1.04	1.08	0.052	4.9	59.8

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-WR	ND	1.13	1.13	1.17	1.06	1.02	1.05	1.09	0.057	5.2	60.8
MC-LA	ND	1.33	1.35	1.31	1.21	1.21	1.19	1.27	0.072	5.7	70.3
MC-LY	ND	1.21	1.33	1.17	1.07	0.995	1.07	1.14	0.12	10	63.4
MC-LW	ND	1.16	1.18	1.19	1.02	1.03	1.04	1.10	0.081	7.4	61.3
MC-LF	ND	1.21	1.24	1.20	1.14	1.10	1.10	1.17	0.061	5.3	64.8

附表 126 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.040	0.041	0.040	0.044	0.044	0.041	0.042	0.0015	3.7	83.3
MC-YR	ND	0.044	0.045	0.048	0.048	0.051	0.051	0.048	0.0028	5.9	95.6
MC-HtyR	ND	0.046	0.046	0.047	0.048	0.050	0.050	0.048	0.0018	3.8	95.7
MC-LR	ND	0.046	0.047	0.048	0.049	0.050	0.051	0.048	0.0018	3.8	96.9
MC-WR	ND	0.047	0.050	0.047	0.052	0.050	0.054	0.050	0.0025	4.9	99.9
MC-LA	ND	0.060	0.059	0.058	0.062	0.064	0.065	0.061	0.0028	4.6	123
MC-LY	ND	0.053	0.050	0.054	0.052	0.055	0.054	0.053	0.0018	3.5	106
MC-LW	ND	0.038	0.043	0.042	0.045	0.045	0.047	0.043	0.0032	7.5	86.5
MC-LF	ND	0.046	0.050	0.041	0.055	0.054	0.045	0.049	0.0055	11	97.1

附表 127 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.212	0.195	0.209	0.202	0.209	0.194	0.204	0.0076	3.7	81.5
MC-YR	ND	0.219	0.221	0.233	0.216	0.220	0.209	0.220	0.0080	3.6	87.9
MC-HtyR	ND	0.219	0.206	0.220	0.202	0.205	0.203	0.209	0.0083	4.0	83.7
MC-LR	ND	0.225	0.216	0.226	0.211	0.211	0.201	0.215	0.010	4.4	86.0



目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-WR	ND	0.218	0.211	0.221	0.199	0.202	0.203	0.209	0.0089	4.3	83.7
MC-LA	ND	0.255	0.247	0.247	0.234	0.226	0.221	0.238	0.013	5.5	95.3
MC-LY	ND	0.235	0.233	0.243	0.241	0.237	0.229	0.236	0.0051	2.2	94.5
MC-LW	ND	0.213	0.209	0.215	0.205	0.182	0.169	0.199	0.019	9.5	79.5
MC-LF	ND	0.241	0.231	0.242	0.234	0.227	0.216	0.232	0.010	4.2	92.6

附表 128 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.05	1.05	1.04	1.16	1.19	1.15	1.11	0.070	6.3	61.4
MC-YR	ND	1.10	1.12	1.06	1.24	1.22	1.25	1.17	0.082	7.1	64.8
MC-HtyR	ND	1.05	1.05	1.10	1.22	1.24	1.24	1.15	0.093	8.1	63.8
MC-LR	ND	1.05	1.09	1.04	1.17	1.23	1.16	1.12	0.075	6.7	62.4
MC-WR	ND	1.02	1.08	1.06	1.16	1.21	1.14	1.11	0.073	6.5	61.9
MC-LA	ND	1.21	1.22	1.21	1.38	1.39	1.32	1.29	0.085	6.6	71.6
MC-LY	ND	1.15	1.24	1.16	1.34	1.34	1.25	1.25	0.084	6.8	69.3
MC-LW	ND	1.02	1.09	1.03	1.23	1.24	1.25	1.14	0.11	9.4	63.5
MC-LF	ND	1.12	1.12	1.14	1.25	1.24	1.23	1.18	0.063	5.4	65.7

附表 129 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.037	0.040	0.042	0.043	0.043	0.041	0.041	0.0024	5.8	81.8
MC-YR	ND	0.043	0.048	0.045	0.052	0.049	0.049	0.048	0.0032	6.6	95.5
MC-HtyR	ND	0.045	0.046	0.046	0.049	0.049	0.049	0.047	0.0019	4.1	94.4
MC-LR	ND	0.044	0.049	0.045	0.050	0.050	0.049	0.048	0.0025	5.2	95.9

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-WR	ND	0.046	0.048	0.048	0.052	0.052	0.051	0.050	0.0028	5.6	99.2
MC-LA	ND	0.058	0.062	0.060	0.065	0.062	0.063	0.062	0.0024	3.9	124
MC-LY	ND	0.043	0.052	0.057	0.053	0.058	0.056	0.053	0.0054	10	106
MC-LW	ND	0.042	0.044	0.042	0.045	0.045	0.043	0.043	0.0013	2.9	86.9
MC-LF	ND	0.047	0.041	0.050	0.044	0.052	0.047	0.047	0.0039	8.3	93.9

附表 130 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.234	0.222	0.233	0.213	0.195	0.202	0.217	0.016	7.4	86.6
MC-YR	ND	0.259	0.234	0.250	0.224	0.217	0.226	0.235	0.016	6.9	94.1
MC-HtyR	ND	0.240	0.229	0.239	0.219	0.208	0.221	0.226	0.012	5.5	90.4
MC-LR	ND	0.243	0.239	0.242	0.216	0.210	0.217	0.228	0.015	6.6	91.1
MC-WR	ND	0.254	0.254	0.243	0.232	0.210	0.224	0.236	0.018	7.4	94.4
MC-LA	ND	0.273	0.266	0.269	0.252	0.242	0.248	0.258	0.013	4.9	103
MC-LY	ND	0.269	0.226	0.264	0.233	0.222	0.242	0.243	0.020	8.1	97.1
MC-LW	ND	0.239	0.218	0.234	0.210	0.193	0.217	0.218	0.017	7.6	87.3
MC-LF	ND	0.272	0.259	0.265	0.244	0.240	0.238	0.253	0.014	5.7	101

附表 131 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.18	1.15	1.15	1.19	1.23	1.23	1.19	0.035	2.9	66.1
MC-YR	ND	1.21	1.18	1.18	1.21	1.23	1.28	1.22	0.037	3.1	67.5
MC-HtyR	ND	1.18	1.16	1.10	1.22	1.21	1.22	1.18	0.046	3.9	65.6
MC-LR	ND	1.20	1.17	1.12	1.16	1.20	1.21	1.18	0.033	2.8	65.4

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-WR	ND	1.13	1.18	1.17	1.19	1.21	1.25	1.19	0.039	3.3	65.9
MC-LA	ND	1.35	1.33	1.36	1.40	1.44	1.41	1.38	0.044	3.2	76.8
MC-LY	ND	1.21	1.27	1.28	1.27	1.24	1.29	1.26	0.032	2.5	70.1
MC-LW	ND	1.22	1.20	1.16	1.17	1.25	1.27	1.21	0.044	3.7	67.3
MC-LF	ND	1.25	1.23	1.26	1.27	1.27	1.34	1.27	0.037	2.9	70.5

附表 132 空白低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.041	0.036	0.038	0.037	0.042	0.038	0.038	0.0024	6.3	76.9
MC-YR	ND	0.042	0.038	0.038	0.037	0.043	0.042	0.040	0.0025	6.3	80.1
MC-HtyR	ND	0.039	0.036	0.037	0.036	0.034	0.041	0.037	0.0023	6.3	74.5
MC-LR	ND	0.040	0.036	0.034	0.037	0.040	0.038	0.037	0.0022	5.9	74.7
MC-WR	ND	0.046	0.040	0.040	0.037	0.041	0.041	0.041	0.0027	6.7	81.7
MC-LA	ND	0.039	0.034	0.035	0.036	0.040	0.039	0.037	0.0023	6.3	74.6
MC-LY	ND	0.045	0.038	0.037	0.038	0.042	0.041	0.040	0.0031	7.7	79.8
MC-LW	ND	0.038	0.033	0.034	0.034	0.038	0.039	0.036	0.0027	7.6	71.9
MC-LF	ND	0.040	0.034	0.035	0.034	0.038	0.037	0.036	0.0025	6.8	72.8

附表 133 空白中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.244	0.236	0.239	0.227	0.226	0.231	0.234	0.0073	3.1	93.5
MC-YR	ND	0.249	0.237	0.249	0.225	0.228	0.219	0.235	0.012	5.3	93.8
MC-HtyR	ND	0.230	0.223	0.227	0.210	0.210	0.202	0.217	0.011	5.1	86.8
MC-LR	ND	0.234	0.226	0.229	0.206	0.209	0.202	0.218	0.014	6.3	87.0

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-WR	ND	0.250	0.247	0.250	0.231	0.230	0.233	0.240	0.010	4.1	96.1
MC-LA	ND	0.238	0.231	0.246	0.232	0.229	0.229	0.234	0.0065	2.8	93.6
MC-LY	ND	0.251	0.252	0.251	0.227	0.227	0.229	0.239	0.013	5.4	95.8
MC-LW	ND	0.235	0.241	0.239	0.218	0.218	0.223	0.229	0.011	4.7	91.6
MC-LF	ND	0.236	0.228	0.234	0.212	0.214	0.211	0.223	0.012	5.2	89.0

附表 134 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.48	1.42	1.42	1.75	1.77	1.73	1.60	0.17	11	88.6
MC-YR	ND	1.34	1.32	1.35	1.56	1.51	1.55	1.44	0.11	7.9	79.8
MC-HtyR	ND	1.28	1.24	1.25	1.54	1.47	1.49	1.38	0.13	9.7	76.5
MC-LR	ND	1.30	1.28	1.30	1.54	1.49	1.52	1.40	0.12	8.6	78.0
MC-WR	ND	1.33	1.31	1.32	1.43	1.40	1.41	1.37	0.051	3.7	76.0
MC-LA	ND	1.61	1.60	1.64	1.68	1.68	1.70	1.65	0.041	2.5	91.8
MC-LY	ND	1.42	1.39	1.41	1.64	1.61	1.61	1.51	0.12	7.8	84.0
MC-LW	ND	1.36	1.31	1.36	1.41	1.39	1.43	1.37	0.040	2.9	76.4
MC-LF	ND	1.45	1.44	1.48	1.74	1.71	1.73	1.59	0.15	9.2	88.5

附表 135 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.038	0.039	0.039	0.039	0.041	0.039	0.039	0.00082	2.1	78.7
MC-YR	ND	0.042	0.044	0.046	0.041	0.045	0.044	0.044	0.0019	4.4	87.3
MC-HtyR	ND	0.039	0.038	0.040	0.040	0.043	0.043	0.040	0.0020	4.9	80.8
MC-LR	ND	0.038	0.037	0.038	0.041	0.036	0.040	0.038	0.0018	4.7	76.6

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-WR	ND	0.042	0.043	0.044	0.043	0.043	0.044	0.043	0.00085	2.0	86.1
MC-LA	ND	0.040	0.039	0.039	0.039	0.039	0.037	0.039	0.0012	3.1	77.5
MC-LY	ND	0.048	0.053	0.050	0.047	0.050	0.054	0.050	0.0028	5.5	100
MC-LW	ND	0.046	0.047	0.045	0.048	0.048	0.049	0.047	0.0015	3.1	94.5
MC-LF	ND	0.040	0.041	0.038	0.038	0.039	0.040	0.039	0.0011	2.9	78.4

附表 136 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.195	0.201	0.219	0.235	0.236	0.226	0.219	0.017	7.9	87.6
MC-YR	ND	0.228	0.226	0.232	0.259	0.251	0.256	0.242	0.015	6.3	96.7
MC-HtyR	ND	0.207	0.204	0.220	0.241	0.239	0.244	0.226	0.018	8.0	90.4
MC-LR	ND	0.203	0.207	0.212	0.238	0.232	0.238	0.222	0.016	7.3	88.6
MC-WR	ND	0.227	0.232	0.239	0.261	0.259	0.262	0.247	0.016	6.4	98.6
MC-LA	ND	0.200	0.201	0.211	0.238	0.231	0.237	0.220	0.018	8.0	87.9
MC-LY	ND	0.266	0.272	0.278	0.308	0.305	0.296	0.288	0.018	6.2	115
MC-LW	ND	0.268	0.274	0.181	0.201	0.195	0.218	0.223	0.039	18	89.2
MC-LF	ND	0.213	0.212	0.217	0.241	0.234	0.242	0.227	0.014	6.1	90.6

附表 137 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.40	1.54	1.55	1.33	1.36	1.64	1.47	0.12	8.4	81.6
MC-YR	ND	1.46	1.65	1.65	1.57	1.55	1.72	1.60	0.092	5.8	88.8
MC-HtyR	ND	1.41	1.60	1.58	1.26	1.25	1.66	1.46	0.18	12	81.3
MC-LR	ND	1.34	1.55	1.53	1.47	1.46	1.61	1.49	0.092	6.2	83.0

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-WR	ND	1.48	1.63	1.62	1.37	1.36	1.68	1.52	0.14	9.2	84.6
MC-LA	ND	1.54	1.74	1.78	1.72	1.68	1.95	1.73	0.13	7.6	96.3
MC-LY	ND	1.73	2.04	2.03	1.60	1.57	2.08	1.84	0.24	13	102
MC-LW	ND	1.75	2.06	2.09	2.00	1.95	2.13	2.00	0.14	6.9	111
MC-LF	ND	1.56	1.81	1.80	1.49	1.47	1.95	1.68	0.20	12	93.3

附表 138 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.038	0.050	0.050	0.049	0.047	0.058	0.049	0.0065	13	97.4
MC-YR	ND	0.033	0.051	0.050	0.055	0.040	0.054	0.047	0.0089	19	94.2
MC-HtyR	ND	0.032	0.046	0.044	0.049	0.041	0.052	0.044	0.0071	16	87.9
MC-LR	ND	0.031	0.041	0.046	0.042	0.035	0.048	0.040	0.0066	16	80.7
MC-WR	ND	0.031	0.048	0.045	0.048	0.038	0.050	0.043	0.0075	17	86.4
MC-LA	ND	0.033	0.049	0.044	0.049	0.041	0.050	0.044	0.0066	15	88.5
MC-LY	ND	0.045	0.054	0.042	0.048	0.049	0.038	0.046	0.0056	12	92.2
MC-LW	ND	0.038	0.066	0.061	0.071	0.053	0.071	0.060	0.013	22	120
MC-LF	ND	0.042	0.057	0.055	0.055	0.050	0.059	0.053	0.0062	12	106

附表 139 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.272	0.231	0.221	0.252	0.239	0.231	0.241	0.018	7.6	96.3
MC-YR	ND	0.268	0.232	0.228	0.256	0.253	0.249	0.248	0.015	6.1	99.1
MC-HtyR	ND	0.245	0.200	0.203	0.230	0.236	0.235	0.225	0.019	8.3	90.0
MC-LR	ND	0.229	0.198	0.206	0.229	0.231	0.229	0.220	0.014	6.5	88.1

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-WR	ND	0.265	0.218	0.216	0.246	0.253	0.250	0.241	0.020	8.3	96.5
MC-LA	ND	0.265	0.244	0.241	0.254	0.242	0.234	0.247	0.011	4.5	98.8
MC-LY	ND	0.348	0.243	0.249	0.279	0.287	0.286	0.282	0.038	13	113
MC-LW	ND	0.383	0.234	0.239	0.275	0.280	0.277	0.281	0.054	19	113
MC-LF	ND	0.312	0.216	0.222	0.241	0.244	0.230	0.244	0.035	14	97.7

附表 140 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.25	1.25	1.35	1.61	1.58	1.56	1.43	0.17	12	79.5
MC-YR	ND	1.47	1.46	1.53	1.61	1.63	1.58	1.55	0.073	4.7	85.9
MC-HtyR	ND	1.21	1.20	1.21	1.57	1.56	1.54	1.38	0.19	14	76.8
MC-LR	ND	1.43	1.41	1.45	1.57	1.56	1.53	1.49	0.068	4.6	82.9
MC-WR	ND	1.32	1.31	1.32	1.57	1.63	1.56	1.45	0.15	10	80.6
MC-LA	ND	1.58	1.56	1.72	1.83	1.85	1.84	1.73	0.13	7.8	96.1
MC-LY	ND	1.46	1.44	1.48	1.92	1.93	1.90	1.69	0.25	15	93.8
MC-LW	ND	1.79	1.75	1.79	1.92	1.95	1.87	1.85	0.080	4.3	103
MC-LF	ND	1.34	1.36	1.41	1.79	1.81	1.72	1.57	0.22	14	87.4

附表 141 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.041	0.043	0.041	0.040	0.041	0.042	0.041	0.0010	2.5	82.7
MC-YR	ND	0.048	0.046	0.046	0.050	0.044	0.053	0.048	0.0031	6.5	95.6
MC-HtyR	ND	0.047	0.043	0.045	0.043	0.041	0.044	0.044	0.0019	4.2	88.0

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	0.042	0.043	0.040	0.040	0.041	0.041	0.041	0.0011	2.7	82.6
MC-WR	ND	0.044	0.046	0.046	0.045	0.047	0.049	0.046	0.0016	3.6	92.1
MC-LA	ND	0.044	0.044	0.042	0.042	0.041	0.043	0.043	0.0012	2.9	85.2
MC-LY	ND	0.056	0.055	0.059	0.054	0.056	0.055	0.056	0.0018	3.2	112
MC-LW	ND	0.055	0.056	0.055	0.056	0.057	0.057	0.056	0.0010	1.7	112
MC-LF	ND	0.044	0.044	0.044	0.041	0.041	0.043	0.043	0.0015	3.4	86.1

附表 142 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.247	0.243	0.251	0.214	0.222	0.242	0.236	0.015	6.4	94.6
MC-YR	ND	0.275	0.275	0.284	0.244	0.238	0.246	0.260	0.020	7.6	104
MC-HtyR	ND	0.255	0.262	0.265	0.221	0.219	0.224	0.241	0.022	9.0	96.4
MC-LR	ND	0.246	0.240	0.252	0.204	0.211	0.215	0.228	0.020	8.9	91.3
MC-WR	ND	0.273	0.277	0.282	0.228	0.236	0.248	0.257	0.023	8.9	103
MC-LA	ND	0.247	0.252	0.261	0.218	0.222	0.232	0.239	0.017	7.2	95.5
MC-LY	ND	0.187	0.233	0.244	0.189	0.249	0.202	0.217	0.028	13	86.9
MC-LW	ND	0.250	0.215	0.206	0.185	0.198	0.255	0.218	0.028	13	87.2
MC-LF	ND	0.258	0.263	0.273	0.228	0.233	0.240	0.249	0.018	7.2	99.7

附表 143 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.80	1.79	1.82	1.69	1.76	1.82	1.78	0.048	2.7	98.8
MC-YR	ND	1.75	1.76	1.73	1.71	1.77	1.74	1.74	0.021	1.2	96.9
MC-HtyR	ND	1.72	1.69	1.70	1.62	1.69	1.62	1.67	0.043	2.6	93.0



目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	1.64	1.60	1.60	1.60	1.64	1.58	1.61	0.024	1.5	89.5
MC-WR	ND	1.61	1.60	1.57	1.65	1.70	1.65	1.63	0.046	2.8	90.6
MC-LA	ND	1.71	1.74	1.74	2.00	2.06	2.13	1.90	0.19	10	105
MC-LY	ND	2.14	2.12	2.12	2.13	2.18	2.09	2.13	0.028	1.3	118
MC-LW	ND	1.52	1.98	2.01	1.69	1.73	1.65	1.76	0.19	11	98.0
MC-LF	ND	1.58	1.63	1.62	1.74	1.62	1.58	1.63	0.058	3.6	90.5

附表 144 空白低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.045	0.041	0.041	0.047	0.044	0.042	0.043	0.0024	5.5	86.4
MC-YR	ND	0.035	0.041	0.038	0.038	0.039	0.043	0.039	0.0029	7.5	78.2
MC-HtyR	ND	0.036	0.036	0.035	0.036	0.043	0.044	0.038	0.0041	11	76.8
MC-LR	ND	0.039	0.040	0.041	0.041	0.044	0.045	0.042	0.0022	5.2	83.2
MC-WR	ND	0.038	0.045	0.038	0.036	0.042	0.047	0.041	0.0043	10	81.9
MC-LA	ND	0.028	0.030	0.030	0.027	0.032	0.028	0.029	0.0018	6.3	58.3
MC-LY	ND	0.033	0.031	0.038	0.035	0.033	0.030	0.033	0.0027	8.1	66.4
MC-LW	ND	0.048	0.044	0.042	0.049	0.044	0.048	0.046	0.0030	6.7	91.6
MC-LF	ND	0.040	0.035	0.039	0.037	0.042	0.045	0.040	0.0034	8.6	79.1

附表 145 空白中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.236	0.228	0.237	0.204	0.207	0.209	0.220	0.015	7.0	88.1
MC-YR	ND	0.216	0.241	0.216	0.249	0.195	0.204	0.220	0.021	9.5	88.1
MC-HtyR	ND	0.234	0.239	0.211	0.158	0.181	0.169	0.199	0.034	17	79.6

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	0.192	0.216	0.213	0.236	0.201	0.183	0.207	0.019	9.1	82.6
MC-WR	ND	0.246	0.233	0.222	0.184	0.193	0.239	0.219	0.025	12	87.8
MC-LA	ND	0.207	0.159	0.210	0.143	0.141	0.167	0.171	0.031	18	68.4
MC-LY	ND	0.172	0.214	0.203	0.157	0.176	0.187	0.185	0.021	11	73.8
MC-LW	ND	0.195	0.214	0.207	0.180	0.170	0.198	0.194	0.016	8.4	77.6
MC-LF	ND	0.180	0.180	0.199	0.195	0.166	0.173	0.182	0.012	6.8	72.9

附表 146 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.47	1.45	1.49	1.78	1.73	1.73	1.61	0.15	9.4	89.4
MC-YR	ND	1.47	1.58	1.53	1.72	1.73	1.87	1.65	0.15	9.0	91.7
MC-HtyR	ND	1.41	1.22	1.11	1.49	1.55	1.55	1.39	0.18	13	77.1
MC-LR	ND	1.52	1.39	1.36	1.65	1.69	1.74	1.56	0.16	10	86.6
MC-WR	ND	1.41	1.22	1.31	1.64	1.50	1.53	1.43	0.16	11	79.7
MC-LA	ND	1.26	1.48	1.22	1.14	1.20	1.25	1.26	0.12	9.3	69.8
MC-LY	ND	1.60	1.26	1.33	1.53	1.43	1.83	1.50	0.20	14	83.2
MC-LW	ND	1.33	1.22	1.28	1.34	1.35	1.34	1.31	0.051	3.9	72.8
MC-LF	ND	1.38	1.38	1.41	1.45	1.58	1.50	1.45	0.08	5.4	80.6

附表 147 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.038	0.040	0.040	0.040	0.040	0.041	0.040	0.0010	2.4	79.7
MC-YR	ND	0.037	0.042	0.044	0.035	0.044	0.039	0.040	0.0041	10	80.5
MC-HtyR	ND	0.035	0.033	0.039	0.035	0.037	0.037	0.036	0.0020	5.6	71.7

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	0.038	0.041	0.037	0.041	0.037	0.039	0.039	0.0018	4.7	77.9
MC-WR	ND	0.034	0.038	0.040	0.034	0.035	0.039	0.037	0.0027	7.5	73.4
MC-LA	ND	0.032	0.031	0.028	0.029	0.023	0.029	0.029	0.0032	11	57.4
MC-LY	ND	0.036	0.028	0.035	0.035	0.037	0.035	0.034	0.0032	9.3	68.6
MC-LW	ND	0.049	0.048	0.050	0.047	0.046	0.049	0.048	0.0015	3.0	96.6
MC-LF	ND	0.038	0.037	0.038	0.040	0.038	0.042	0.039	0.0017	4.3	77.5

附表 148 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.204	0.203	0.203	0.207	0.206	0.206	0.205	0.0015	0.75	82.0
MC-YR	ND	0.188	0.189	0.179	0.182	0.187	0.225	0.192	0.017	8.7	76.6
MC-HtyR	ND	0.173	0.199	0.212	0.161	0.196	0.206	0.191	0.020	10	76.5
MC-LR	ND	0.192	0.203	0.181	0.183	0.199	0.183	0.190	0.0092	4.9	76.1
MC-WR	ND	0.204	0.182	0.197	0.193	0.195	0.211	0.197	0.010	5.0	78.9
MC-LA	ND	0.138	0.139	0.145	0.185	0.164	0.174	0.157	0.020	13	63.0
MC-LY	ND	0.166	0.188	0.164	0.193	0.203	0.162	0.179	0.018	9.8	71.7
MC-LW	ND	0.165	0.157	0.169	0.174	0.197	0.172	0.172	0.013	7.8	68.9
MC-LF	ND	0.201	0.142	0.161	0.223	0.168	0.155	0.175	0.031	18	69.9

附表 149 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.40	1.44	1.59	1.67	1.62	1.61	1.56	0.11	7.0	86.5
MC-YR	ND	1.47	1.48	1.93	1.99	1.36	1.67	1.65	0.26	16	91.6
MC-HtyR	ND	1.31	1.23	1.54	1.47	1.48	1.54	1.43	0.13	9.0	79.4

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	1.42	1.41	1.53	1.59	1.39	1.52	1.48	0.082	5.6	82.0
MC-WR	ND	1.68	1.56	1.38	1.56	1.63	1.66	1.58	0.11	6.8	87.7
MC-LA	ND	1.25	1.35	1.57	1.35	1.49	1.58	1.43	0.14	9.5	79.5
MC-LY	ND	1.22	1.40	1.60	1.33	1.49	1.43	1.41	0.13	9.2	78.4
MC-LW	ND	1.23	1.17	1.68	1.38	1.52	1.46	1.41	0.19	13	78.2
MC-LF	ND	1.27	1.23	1.15	1.26	1.58	1.76	1.37	0.24	17	76.3

附表 150 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.040	0.041	0.040	0.042	0.043	0.043	0.041	0.0012	3.0	82.6
MC-YR	ND	0.030	0.047	0.042	0.045	0.036	0.043	0.041	0.0064	16	81.3
MC-HtyR	ND	0.035	0.037	0.040	0.037	0.038	0.039	0.038	0.0018	4.8	75.4
MC-LR	ND	0.035	0.039	0.042	0.037	0.040	0.040	0.039	0.0026	6.8	77.6
MC-WR	ND	0.035	0.039	0.044	0.039	0.039	0.040	0.039	0.0028	7.1	78.6
MC-LA	ND	0.028	0.027	0.032	0.029	0.031	0.026	0.029	0.0023	8.2	57.3
MC-LY	ND	0.035	0.031	0.037	0.037	0.040	0.038	0.036	0.0030	8.3	72.6
MC-LW	ND	0.049	0.050	0.044	0.053	0.053	0.052	0.050	0.0035	6.9	101
MC-LF	ND	0.044	0.041	0.035	0.042	0.045	0.034	0.040	0.0047	12	80.6

附表 151 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.206	0.202	0.199	0.225	0.235	0.226	0.215	0.015	7.0	86.2
MC-YR	ND	0.197	0.214	0.201	0.210	0.226	0.195	0.207	0.012	5.7	82.9
MC-HtyR	ND	0.183	0.202	0.162	0.201	0.195	0.215	0.193	0.018	9.5	77.2

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	0.212	0.176	0.201	0.199	0.229	0.225	0.207	0.020	9.5	82.8
MC-WR	ND	0.199	0.173	0.170	0.241	0.265	0.248	0.216	0.041	19	86.3
MC-LA	ND	0.121	0.179	0.135	0.200	0.165	0.177	0.163	0.030	18	65.1
MC-LY	ND	0.149	0.152	0.168	0.196	0.231	0.169	0.177	0.031	18	71.0
MC-LW	ND	0.196	0.167	0.182	0.222	0.219	0.179	0.194	0.022	11	77.6
MC-LF	ND	0.149	0.166	0.188	0.187	0.205	0.230	0.188	0.028	15	75.0

附表 152 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.38	1.28	1.37	1.67	1.62	1.61	1.49	0.16	11	82.6
MC-YR	ND	1.56	1.52	1.35	1.66	1.41	1.47	1.50	0.11	7.5	83.1
MC-HtyR	ND	1.45	1.02	1.40	1.57	1.73	1.35	1.42	0.24	17	78.8
MC-LR	ND	1.52	1.26	1.28	1.90	1.41	1.34	1.45	0.24	16	80.7
MC-WR	ND	1.59	1.11	1.13	1.68	1.42	1.78	1.45	0.28	19	80.7
MC-LA	ND	1.15	1.22	1.23	1.39	1.41	1.35	1.29	0.10	8	71.7
MC-LY	ND	1.13	0.97	1.01	1.64	1.71	1.46	1.32	0.32	25	73.3
MC-LW	ND	1.26	1.05	1.17	1.57	1.40	1.43	1.32	0.19	14	73.1
MC-LF	ND	1.20	0.97	1.32	1.67	1.41	1.43	1.33	0.24	18	74.1

附表 153 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.044	0.042	0.044	0.043	0.042	0.041	0.043	0.0010	2.3	85.4
MC-YR	ND	0.044	0.038	0.040	0.042	0.043	0.035	0.040	0.0034	8.5	80.7
MC-HtyR	ND	0.041	0.042	0.046	0.041	0.047	0.037	0.042	0.0039	9.1	84.3

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	0.047	0.041	0.046	0.045	0.043	0.040	0.044	0.0028	6.4	87.1
MC-WR	ND	0.032	0.044	0.045	0.051	0.050	0.042	0.044	0.0067	15	88.0
MC-LA	ND	0.030	0.027	0.034	0.031	0.031	0.028	0.030	0.0025	8.3	60.2
MC-LY	ND	0.043	0.035	0.047	0.040	0.040	0.040	0.041	0.0038	9.4	81.9
MC-LW	ND	0.054	0.047	0.052	0.055	0.051	0.047	0.051	0.0035	6.9	102
MC-LF	ND	0.041	0.035	0.042	0.043	0.042	0.043	0.041	0.0030	7.3	81.9

附表 154 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.193	0.225	0.235	0.197	0.237	0.222	0.218	0.019	8.6	87.2
MC-YR	ND	0.160	0.228	0.251	0.208	0.229	0.254	0.222	0.034	16	88.7
MC-HtyR	ND	0.161	0.212	0.206	0.169	0.179	0.204	0.189	0.021	11	75.4
MC-LR	ND	0.192	0.244	0.223	0.207	0.206	0.233	0.218	0.020	9.0	87.0
MC-WR	ND	0.183	0.232	0.273	0.191	0.250	0.213	0.224	0.035	16	89.4
MC-LA	ND	0.146	0.168	0.161	0.149	0.192	0.187	0.167	0.019	11	66.8
MC-LY	ND	0.183	0.176	0.195	0.179	0.223	0.209	0.194	0.019	9.6	77.7
MC-LW	ND	0.192	0.210	0.189	0.152	0.197	0.167	0.185	0.021	11	73.8
MC-LF	ND	0.182	0.192	0.193	0.155	0.202	0.167	0.182	0.018	9.7	72.7

附表 155 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.63	1.62	1.59	1.59	1.69	1.64	1.63	0.035	2.2	90.3
MC-YR	ND	1.40	1.66	1.57	1.92	1.71	1.55	1.63	0.18	11	90.8
MC-HtyR	ND	1.47	1.48	1.45	1.56	1.69	1.77	1.57	0.13	8.4	87.4

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	1.42	1.50	1.37	1.67	1.53	1.53	1.50	0.10	7.0	83.5
MC-WR	ND	1.52	1.73	1.47	1.37	1.46	1.70	1.54	0.14	9.3	85.7
MC-LA	ND	1.39	1.37	1.26	1.49	1.61	1.24	1.39	0.14	10	77.5
MC-LY	ND	1.59	1.39	1.60	1.65	1.82	1.23	1.55	0.20	13	85.9
MC-LW	ND	1.41	1.28	1.39	1.28	1.44	1.51	1.39	0.091	6.6	77.0
MC-LF	ND	1.37	1.70	1.56	1.39	1.33	1.42	1.46	0.14	9.6	81.2

附表 156 空白低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.037	0.037	0.035	0.039	0.040	0.042	0.038	0.0024	6.3	76.8
MC-YR	ND	0.038	0.037	0.034	0.036	0.040	0.041	0.038	0.0026	6.8	75.4
MC-HtyR	ND	0.036	0.038	0.034	0.038	0.040	0.039	0.037	0.0021	5.7	74.8
MC-LR	ND	0.036	0.036	0.038	0.032	0.035	0.033	0.035	0.0023	6.5	69.7
MC-WR	ND	0.036	0.030	0.030	0.035	0.033	0.035	0.033	0.0028	8.4	66.3
MC-LA	ND	0.036	0.037	0.035	0.038	0.039	0.041	0.038	0.0022	5.9	75.2
MC-LY	ND	0.037	0.037	0.034	0.039	0.041	0.041	0.038	0.0026	6.8	76.2
MC-LW	ND	0.036	0.037	0.034	0.038	0.040	0.041	0.038	0.0024	6.4	75.4
MC-LF	ND	0.037	0.038	0.035	0.038	0.042	0.041	0.038	0.0027	6.9	76.9

附表 157 空白中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.214	0.222	0.220	0.196	0.200	0.197	0.208	0.012	5.7	83.3
MC-YR	ND	0.225	0.218	0.218	0.186	0.189	0.185	0.203	0.019	9.2	81.4
MC-HtyR	ND	0.218	0.223	0.221	0.200	0.203	0.204	0.211	0.010	4.8	84.6

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	0.228	0.226	0.217	0.203	0.187	0.186	0.208	0.019	9.2	83.1
MC-WR	ND	0.216	0.211	0.203	0.186	0.188	0.180	0.197	0.015	7.5	78.9
MC-LA	ND	0.221	0.213	0.209	0.194	0.195	0.195	0.205	0.011	5.6	81.9
MC-LY	ND	0.259	0.253	0.249	0.222	0.223	0.221	0.238	0.017	7.4	95.2
MC-LW	ND	0.247	0.240	0.226	0.199	0.200	0.192	0.217	0.023	11	86.9
MC-LF	ND	0.234	0.236	0.234	0.207	0.211	0.203	0.221	0.015	7.0	88.3

附表 158 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.28	1.26	1.28	1.56	1.57	1.58	1.42	0.16	11	78.9
MC-YR	ND	1.50	1.52	1.51	1.80	1.79	1.83	1.66	0.16	9.8	92.2
MC-HtyR	ND	1.24	1.23	1.24	1.45	1.46	1.48	1.35	0.12	9.2	75.0
MC-LR	ND	1.45	1.48	1.47	1.72	1.75	1.76	1.60	0.15	9.5	89.2
MC-WR	ND	1.48	1.51	1.51	1.63	1.60	1.72	1.57	0.091	5.8	87.5
MC-LA	ND	1.35	1.35	1.36	1.37	1.39	1.39	1.37	0.018	1.3	76.1
MC-LY	ND	1.40	1.41	1.42	1.63	1.66	1.70	1.54	0.14	9.1	85.4
MC-LW	ND	1.37	1.37	1.42	1.45	1.49	1.49	1.43	0.055	3.9	79.5
MC-LF	ND	1.42	1.40	1.45	1.67	1.67	1.69	1.55	0.14	9.1	86.0

附表 159 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.033	0.035	0.035	0.036	0.035	0.036	0.035	0.0012	3.3	69.9
MC-YR	ND	0.038	0.033	0.039	0.032	0.041	0.034	0.036	0.0038	11	72.3
MC-HtyR	ND	0.031	0.032	0.034	0.035	0.034	0.033	0.033	0.0015	4.6	66.4



目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	0.042	0.036	0.045	0.038	0.042	0.037	0.040	0.0036	9.1	80.1
MC-WR	ND	0.031	0.030	0.035	0.027	0.035	0.028	0.031	0.0034	11	61.8
MC-LA	ND	0.038	0.036	0.039	0.035	0.040	0.036	0.037	0.0019	5.2	75.0
MC-LY	ND	0.051	0.045	0.053	0.044	0.055	0.047	0.049	0.0044	8.9	98.3
MC-LW	ND	0.033	0.031	0.035	0.028	0.035	0.028	0.032	0.0033	10	63.2
MC-LF	ND	0.036	0.034	0.040	0.034	0.039	0.034	0.036	0.0028	7.8	72.9

附表 160 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.190	0.194	0.195	0.213	0.209	0.217	0.203	0.011	5.5	81.2
MC-YR	ND	0.166	0.123	0.156	0.144	0.180	0.134	0.150	0.021	14	60.1
MC-HtyR	ND	0.199	0.197	0.197	0.219	0.220	0.219	0.208	0.012	5.8	83.3
MC-LR	ND	0.170	0.139	0.175	0.152	0.194	0.156	0.164	0.019	12	65.8
MC-WR	ND	0.137	0.143	0.129	0.160	0.140	0.161	0.145	0.013	8.9	58.1
MC-LA	ND	0.187	0.157	0.182	0.182	0.203	0.183	0.182	0.015	8.1	73.0
MC-LY	ND	0.203	0.165	0.198	0.171	0.216	0.169	0.187	0.021	11	74.8
MC-LW	ND	0.168	0.130	0.168	0.147	0.178	0.141	0.155	0.019	12	62.1
MC-LF	ND	0.190	0.158	0.187	0.181	0.201	0.175	0.182	0.015	8.2	72.7

附表 161 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 加标精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.21	1.28	1.27	1.53	1.47	1.49	1.37	0.14	9.9	76.3
MC-YR	ND	1.33	1.12	1.35	1.21	1.50	1.26	1.29	0.13	10	71.9
MC-HtyR	ND	1.10	1.13	1.14	1.48	1.45	1.44	1.29	0.18	14	71.7

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	1.39	1.16	1.40	1.28	1.50	1.28	1.33	0.12	8.9	74.1
MC-WR	ND	0.912	0.722	1.00	1.02	1.09	0.972	0.952	0.13	13	52.9
MC-LA	ND	1.34	1.24	1.32	1.37	1.46	1.31	1.34	0.071	5.3	74.5
MC-LY	ND	1.09	0.939	1.06	1.32	1.31	1.21	1.15	0.15	13	64.1
MC-LW	ND	1.24	1.11	1.27	1.16	1.18	1.10	1.18	0.067	5.7	65.4
MC-LF	ND	1.16	1.07	1.13	1.37	1.33	1.33	1.23	0.13	10	68.4

附表 162 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.028	0.032	0.036	0.039	0.039	0.038	0.035	0.0046	13	70.5
MC-YR	ND	0.030	0.036	0.037	0.043	0.040	0.041	0.038	0.0046	12	75.7
MC-HtyR	ND	0.027	0.033	0.036	0.038	0.038	0.038	0.035	0.0045	13	70.1
MC-LR	ND	0.034	0.038	0.038	0.048	0.043	0.040	0.040	0.0048	12	80.5
MC-WR	ND	0.024	0.031	0.034	0.038	0.033	0.034	0.032	0.0046	14	64.5
MC-LA	ND	0.034	0.041	0.039	0.045	0.041	0.046	0.041	0.0046	11	81.6
MC-LY	ND	0.047	0.055	0.052	0.062	0.052	0.058	0.055	0.0054	9.9	109
MC-LW	ND	0.026	0.039	0.034	0.047	0.037	0.043	0.038	0.0070	18	75.5
MC-LF	ND	0.036	0.042	0.039	0.049	0.039	0.046	0.042	0.0048	12	83.2

附表 163 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.194	0.195	0.196	0.218	0.219	0.221	0.207	0.013	6.4	82.8
MC-YR	ND	0.150	0.157	0.130	0.189	0.162	0.185	0.162	0.022	14	64.9
MC-HtyR	ND	0.203	0.217	0.217	0.233	0.230	0.229	0.221	0.011	5.1	88.6

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	0.164	0.172	0.153	0.197	0.180	0.198	0.177	0.018	10	70.9
MC-WR	ND	0.117	0.125	0.106	0.146	0.130	0.152	0.129	0.018	14	51.8
MC-LA	ND	0.176	0.196	0.180	0.224	0.194	0.217	0.198	0.019	9.8	79.1
MC-LY	ND	0.179	0.225	0.190	0.242	0.192	0.231	0.210	0.026	12	84.0
MC-LW	ND	0.139	0.173	0.140	0.207	0.143	0.200	0.167	0.031	18	66.8
MC-LF	ND	0.172	0.205	0.184	0.223	0.185	0.227	0.199	0.023	11	79.7

附表 164 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.25	1.28	1.28	1.36	1.51	1.47	1.36	0.11	8.1	75.4
MC-YR	ND	1.23	1.42	1.21	1.03	1.29	1.50	1.28	0.16	13	71.0
MC-HtyR	ND	1.15	1.20	1.19	1.37	1.55	1.49	1.32	0.17	13	73.6
MC-LR	ND	1.31	1.46	1.24	1.24	1.34	1.53	1.35	0.12	8.7	75.2
MC-WR	ND	0.841	1.02	0.793	0.924	0.918	1.20	0.949	0.14	15	52.7
MC-LA	ND	1.23	1.50	1.32	1.39	1.35	1.55	1.39	0.12	8.4	77.2
MC-LY	ND	0.933	1.22	0.973	1.40	1.27	1.53	1.22	0.23	19	67.8
MC-LW	ND	1.14	1.47	1.05	1.10	1.10	1.44	1.22	0.19	15	67.7
MC-LF	ND	0.976	1.34	1.06	1.44	1.29	1.53	1.27	0.21	17	70.7

附表 165 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.038	0.039	0.039	0.037	0.038	0.038	0.038	0.00058	1.5	76.4
MC-YR	ND	0.033	0.036	0.028	0.033	0.033	0.036	0.033	0.0030	9.1	66.5
MC-HtyR	ND	0.036	0.036	0.036	0.035	0.035	0.035	0.036	0.00060	1.7	71.2

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	0.035	0.041	0.036	0.036	0.033	0.037	0.036	0.0028	7.6	72.5
MC-WR	ND	0.029	0.030	0.029	0.029	0.028	0.028	0.029	0.0010	3.4	57.8
MC-LA	ND	0.039	0.037	0.037	0.034	0.035	0.033	0.036	0.0022	6.2	71.7
MC-LY	ND	0.047	0.045	0.045	0.042	0.045	0.042	0.044	0.0020	4.6	88.7
MC-LW	ND	0.031	0.027	0.029	0.027	0.029	0.025	0.028	0.0022	7.9	55.9
MC-LF	ND	0.037	0.032	0.034	0.030	0.034	0.028	0.033	0.0030	9.3	65.1

附表 166 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.220	0.224	0.225	0.198	0.197	0.199	0.211	0.014	6.5	84.2
MC-YR	ND	0.149	0.184	0.182	0.161	0.213	0.208	0.183	0.025	14	73.2
MC-HtyR	ND	0.221	0.223	0.227	0.194	0.196	0.199	0.210	0.015	7.2	84.1
MC-LR	ND	0.150	0.157	0.154	0.131	0.136	0.123	0.142	0.014	9.6	56.8
MC-WR	ND	0.207	0.203	0.218	0.180	0.169	0.183	0.193	0.019	9.6	77.4
MC-LA	ND	0.177	0.161	0.181	0.135	0.157	0.137	0.158	0.019	12	63.2
MC-LY	ND	0.165	0.147	0.177	0.131	0.156	0.123	0.150	0.021	14	59.9
MC-LW	ND	0.144	0.132	0.142	0.141	0.119	0.182	0.143	0.021	15	57.4
MC-LF	ND	0.169	0.178	0.172	0.166	0.152	0.159	0.166	0.0093	5.6	66.4

附表 167 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.64	1.62	1.68	1.52	1.58	1.54	1.60	0.063	4.0	88.8
MC-YR	ND	1.24	1.31	0.993	1.22	1.05	1.44	1.21	0.16	14	67.1
MC-HtyR	ND	1.54	1.55	1.56	1.49	1.52	1.54	1.53	0.025	1.6	85.2

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	1.25	1.33	1.15	1.34	1.19	1.44	1.28	0.11	8.4	71.3
MC-WR	ND	0.802	0.940	0.726	1.01	0.837	1.10	0.903	0.14	16	50.1
MC-LA	ND	1.14	1.14	1.06	1.30	1.24	1.43	1.22	0.13	11	67.6
MC-LY	ND	1.14	1.10	1.02	1.14	1.05	1.38	1.14	0.13	11	63.3
MC-LW	ND	1.00	0.787	0.745	0.977	0.793	1.15	0.909	0.16	17	50.5
MC-LF	ND	1.36	1.13	1.08	1.27	1.13	1.36	1.22	0.12	10	67.8

附表 168 空白低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.046	0.039	0.041	0.040	0.043	0.044	0.042	0.0026	6.3	84.0
MC-YR	ND	0.039	0.039	0.042	0.044	0.038	0.044	0.041	0.0026	6.3	82.5
MC-HtyR	ND	0.042	0.036	0.035	0.037	0.039	0.036	0.038	0.0028	7.4	75.1
MC-LR	ND	0.042	0.045	0.052	0.051	0.051	0.044	0.047	0.0045	9.5	94.8
MC-WR	ND	0.040	0.035	0.035	0.032	0.035	0.039	0.036	0.0030	8.4	71.9
MC-LA	ND	0.050	0.049	0.043	0.046	0.049	0.043	0.047	0.0031	6.7	93.1
MC-LY	ND	0.043	0.040	0.045	0.041	0.042	0.039	0.042	0.0022	5.3	83.5
MC-LW	ND	0.047	0.039	0.040	0.044	0.039	0.046	0.042	0.0034	8.1	85.0
MC-LF	ND	0.051	0.049	0.057	0.055	0.047	0.060	0.053	0.0051	9.7	106

附表 169 空白中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.222	0.210	0.212	0.191	0.196	0.191	0.203	0.013	6.3	81.4
MC-YR	ND	0.239	0.259	0.262	0.241	0.239	0.243	0.247	0.011	4.3	98.9
MC-HtyR	ND	0.234	0.220	0.240	0.241	0.208	0.229	0.229	0.013	5.6	91.4

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	0.267	0.240	0.218	0.237	0.254	0.212	0.238	0.021	8.8	95.2
MC-WR	ND	0.286	0.246	0.253	0.246	0.254	0.204	0.248	0.026	11	99.2
MC-LA	ND	0.212	0.193	0.194	0.170	0.195	0.223	0.198	0.018	9.2	79.1
MC-LY	ND	0.245	0.276	0.226	0.229	0.185	0.189	0.225	0.035	15	90.0
MC-LW	ND	0.207	0.156	0.170	0.180	0.161	0.161	0.173	0.019	11	69.0
MC-LF	ND	0.247	0.208	0.212	0.210	0.255	0.222	0.226	0.020	9.1	90.2

附表 170 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.76	1.48	1.69	1.60	1.51	1.49	1.59	0.12	7.4	88.2
MC-YR	ND	1.69	1.60	1.49	1.43	1.50	1.48	1.53	0.094	6.1	85.1
MC-HtyR	ND	1.49	1.63	1.55	1.49	1.71	1.60	1.58	0.085	5.4	87.6
MC-LR	ND	1.59	1.66	1.58	1.53	1.49	1.48	1.55	0.067	4.3	86.3
MC-WR	ND	1.64	1.65	1.72	1.58	1.60	1.50	1.61	0.074	4.6	89.6
MC-LA	ND	1.47	1.35	1.37	1.60	1.54	1.80	1.52	0.17	11	84.5
MC-LY	ND	1.57	1.51	1.45	1.47	1.54	1.98	1.59	0.20	12	88.1
MC-LW	ND	1.51	1.58	1.47	1.59	1.45	1.51	1.52	0.055	3.6	84.5
MC-LF	ND	1.71	1.66	1.78	1.66	1.94	1.77	1.75	0.11	6.1	97.5

附表 171 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.043	0.044	0.044	0.046	0.049	0.048	0.046	0.0026	5.7	91.3
MC-YR	ND	0.040	0.039	0.046	0.044	0.053	0.048	0.045	0.0052	11	90.4
MC-HtyR	ND	0.041	0.037	0.036	0.040	0.054	0.048	0.043	0.0070	17	85.2

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	0.047	0.057	0.048	0.053	0.057	0.060	0.054	0.0053	9.8	107
MC-WR	ND	0.053	0.037	0.035	0.043	0.037	0.039	0.040	0.0065	16	80.7
MC-LA	ND	0.044	0.039	0.042	0.043	0.040	0.042	0.042	0.0019	4.6	83.6
MC-LY	ND	0.045	0.052	0.048	0.050	0.054	0.053	0.051	0.0035	7.0	101
MC-LW	ND	0.041	0.040	0.034	0.034	0.040	0.036	0.037	0.0031	8.4	74.7
MC-LF	ND	0.044	0.041	0.042	0.049	0.053	0.054	0.047	0.0056	12	94.5

附表 172 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.220	0.215	0.225	0.240	0.222	0.239	0.227	0.010	4.5	90.8
MC-YR	ND	0.260	0.274	0.254	0.281	0.260	0.287	0.269	0.013	4.9	108
MC-HtyR	ND	0.234	0.238	0.244	0.266	0.263	0.270	0.253	0.016	6.2	101
MC-LR	ND	0.278	0.232	0.258	0.249	0.232	0.296	0.258	0.026	10	103
MC-WR	ND	0.238	0.248	0.270	0.324	0.298	0.302	0.280	0.033	12	112
MC-LA	ND	0.160	0.219	0.149	0.187	0.193	0.175	0.180	0.025	14	72.1
MC-LY	ND	0.175	0.174	0.207	0.154	0.195	0.216	0.187	0.023	13	74.7
MC-LW	ND	0.188	0.173	0.142	0.156	0.186	0.152	0.166	0.019	11	66.5
MC-LF	ND	0.137	0.156	0.185	0.225	0.138	0.160	0.167	0.034	20	66.8

附表 173 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.63	1.61	1.50	1.71	1.64	1.66	1.63	0.071	4.4	90.3
MC-YR	ND	1.46	1.88	1.47	2.04	1.77	1.73	1.72	0.23	13	95.8
MC-HtyR	ND	1.46	1.60	1.44	1.70	1.64	1.72	1.59	0.12	7.6	88.4

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	1.49	1.30	1.31	1.84	1.47	1.67	1.51	0.21	14	84.1
MC-WR	ND	1.60	1.55	1.66	2.01	1.65	1.78	1.71	0.17	9.8	94.9
MC-LA	ND	1.64	1.72	1.40	2.03	1.31	1.61	1.62	0.25	16	89.9
MC-LY	ND	1.91	1.41	1.92	1.60	1.92	1.73	1.75	0.21	12	97.1
MC-LW	ND	1.47	1.86	1.49	1.61	1.48	1.63	1.59	0.15	9.2	88.5
MC-LF	ND	1.70	1.59	1.64	1.59	1.86	1.87	1.71	0.13	7.4	94.9

附表 174 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.037	0.040	0.038	0.042	0.043	0.040	0.040	0.0022	5.5	79.9
MC-YR	ND	0.033	0.031	0.040	0.037	0.039	0.039	0.037	0.0036	9.9	73.1
MC-HtyR	ND	0.037	0.038	0.036	0.036	0.037	0.039	0.037	0.0015	4.0	74.1
MC-LR	ND	0.039	0.039	0.048	0.047	0.046	0.043	0.044	0.0039	9.0	87.2
MC-WR	ND	0.031	0.037	0.039	0.031	0.039	0.035	0.035	0.0039	11	70.6
MC-LA	ND	0.032	0.047	0.037	0.043	0.039	0.040	0.039	0.0052	13	78.9
MC-LY	ND	0.050	0.053	0.058	0.057	0.068	0.053	0.057	0.0064	11	113
MC-LW	ND	0.037	0.041	0.038	0.041	0.039	0.040	0.039	0.0017	4.2	78.7
MC-LF	ND	0.056	0.053	0.055	0.056	0.060	0.062	0.057	0.0032	5.6	114

附表 175 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.196	0.207	0.196	0.222	0.209	0.202	0.205	0.010	4.8	82.1
MC-YR	ND	0.236	0.261	0.210	0.264	0.225	0.234	0.238	0.021	8.8	95.4
MC-HtyR	ND	0.244	0.220	0.231	0.218	0.230	0.221	0.227	0.010	4.3	91.0



目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	0.223	0.250	0.215	0.214	0.202	0.213	0.220	0.016	7.4	87.8
MC-WR	ND	0.212	0.273	0.200	0.235	0.187	0.281	0.231	0.039	17	92.5
MC-LA	ND	0.148	0.218	0.155	0.169	0.149	0.200	0.173	0.029	17	69.2
MC-LY	ND	0.153	0.184	0.210	0.227	0.219	0.220	0.202	0.028	14	80.8
MC-LW	ND	0.182	0.179	0.179	0.171	0.180	0.195	0.181	0.0078	4.3	72.4
MC-LF	ND	0.227	0.190	0.197	0.181	0.174	0.171	0.190	0.020	11	76.1

附表 176 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.68	1.50	1.66	1.48	1.47	1.66	1.57	0.10	6.6	87.5
MC-YR	ND	1.47	1.45	1.46	1.59	1.54	1.54	1.51	0.055	3.6	83.8
MC-HtyR	ND	1.51	1.53	1.45	1.57	1.48	1.49	1.51	0.041	2.7	83.6
MC-LR	ND	1.58	1.49	1.57	1.49	1.45	1.56	1.52	0.055	3.6	84.6
MC-WR	ND	1.66	1.47	1.51	1.48	1.58	1.77	1.58	0.12	7.3	87.7
MC-LA	ND	1.49	1.46	1.70	1.75	1.56	1.58	1.59	0.11	7.0	88.4
MC-LY	ND	1.57	1.45	1.57	1.64	1.71	1.78	1.62	0.12	7.2	90.1
MC-LW	ND	1.58	1.55	1.52	1.66	1.46	1.68	1.57	0.082	5.2	87.4
MC-LF	ND	1.64	1.70	1.43	1.46	1.48	1.47	1.53	0.11	7.2	84.9

附表 177 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.048	0.047	0.048	0.046	0.047	0.046	0.047	0.0010	2.1	94.1
MC-YR	ND	0.048	0.059	0.047	0.043	0.042	0.044	0.047	0.0064	14	94.0
MC-HtyR	ND	0.052	0.045	0.046	0.043	0.042	0.040	0.045	0.0045	10	89.2

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	0.055	0.054	0.052	0.054	0.055	0.056	0.054	0.0014	2.5	109
MC-WR	ND	0.043	0.042	0.037	0.044	0.045	0.045	0.043	0.0030	7.1	85.5
MC-LA	ND	0.049	0.041	0.043	0.048	0.045	0.042	0.045	0.0032	7.2	89.1
MC-LY	ND	0.044	0.047	0.052	0.053	0.049	0.055	0.050	0.0040	8.1	100
MC-LW	ND	0.034	0.037	0.034	0.029	0.036	0.035	0.034	0.0028	8.4	67.6
MC-LF	ND	0.059	0.067	0.069	0.051	0.051	0.058	0.059	0.0078	13	118

附表 178 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.245	0.242	0.219	0.213	0.227	0.229	0.229	0.012	5.4	91.8
MC-YR	ND	0.298	0.266	0.267	0.276	0.292	0.278	0.280	0.014	5.0	111
MC-HtyR	ND	0.239	0.277	0.228	0.226	0.245	0.239	0.242	0.021	8.6	95.8
MC-LR	ND	0.275	0.262	0.257	0.261	0.275	0.263	0.266	0.011	4.2	105
MC-WR	ND	0.281	0.212	0.274	0.238	0.269	0.253	0.255	0.026	10	101
MC-LA	ND	0.165	0.198	0.209	0.142	0.195	0.180	0.182	0.025	14	71.9
MC-LY	ND	0.241	0.257	0.213	0.150	0.176	0.205	0.207	0.040	20	81.9
MC-LW	ND	0.211	0.166	0.176	0.172	0.140	0.175	0.173	0.024	14	70.1
MC-LF	ND	0.217	0.184	0.229	0.180	0.156	0.190	0.193	0.028	15	75.9

附表 179 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.65	1.79	1.61	1.82	1.83	1.77	1.75	0.093	5.3	97.0
MC-YR	ND	1.63	1.94	1.83	1.60	1.40	1.45	1.64	0.21	13	91.2
MC-HtyR	ND	1.71	1.80	1.42	1.50	1.53	1.63	1.60	0.14	8.8	88.8

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-LR	ND	1.63	1.83	1.55	1.49	1.33	1.57	1.57	0.16	10	87.0
MC-WR	ND	1.52	1.51	1.42	1.71	1.72	1.63	1.58	0.12	7.6	87.9
MC-LA	ND	1.43	1.47	1.49	1.57	1.57	1.51	1.51	0.054	3.6	83.9
MC-LY	ND	1.51	1.71	1.59	1.46	1.44	1.44	1.53	0.11	7.0	84.8
MC-LW	ND	1.20	1.55	1.46	1.53	1.41	1.35	1.42	0.13	9.2	78.7
MC-LF	ND	0.988	1.61	1.90	1.37	1.37	1.57	1.47	0.30	21	81.6

### 3.1.2.1 采用亮氨酸脑啡肽为内标定量的精密度与正确度数据

6家验证实验室采用统一实际样品，样品类型包括空白样品、地表水、地下水和海水。由于实际样品均未检出，因此采取实际样品基体加标进行验证，空白样品、地下水、地表水和海水样品加标浓度均  $0.05\mu\text{g/L}$ 、 $0.25\mu\text{g/L}$  和  $1.80\mu\text{g/L}$ 。按全程序每个样品平行测定6次，分别计算各浓度样品测定的平均值、标准偏差、相对标准偏差、加标回收率等参数，测定结果见附表180-附表251。

附表180 空白低浓度加标样品 ( $0.05\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位：浙江省生态环境监测中心

验证时间：2022年8月26日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.038	0.040	0.040	0.039	0.047	0.046	0.042	0.0038	9.1	83.5
MC-YR	ND	0.035	0.038	0.039	0.036	0.044	0.043	0.039	0.0036	9.1	78.5
MC-HtyR	ND	0.041	0.039	0.038	0.039	0.043	0.036	0.039	0.0026	6.7	78.8
MC-LR	ND	0.045	0.045	0.050	0.047	0.050	0.046	0.047	0.0025	5.4	94.0
MC-WR	ND	0.034	0.041	0.033	0.041	0.042	0.039	0.038	0.0039	10	76.7
MC-LA	ND	0.030	0.033	0.032	0.039	0.037	0.038	0.035	0.0036	10	69.5
MC-LY	ND	0.035	0.033	0.034	0.036	0.038	0.031	0.034	0.0024	7.1	68.8
MC-LW	ND	0.037	0.046	0.043	0.039	0.038	0.044	0.041	0.0036	8.7	82.2
MC-LF	ND	0.050	0.048	0.053	0.046	0.053	0.047	0.050	0.0028	5.7	99.0

附表181 空白中浓度加标样品 ( $0.25\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位：浙江省生态环境监测中心

验证时间：2022年8月26日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.216	0.212	0.208	0.189	0.194	0.196	0.203	0.011	5.4	81.0
MC-YR	ND	0.217	0.224	0.194	0.204	0.178	0.178	0.199	0.019	9.7	79.7
MC-HtyR	ND	0.252	0.250	0.245	0.213	0.214	0.211	0.231	0.020	8.7	92.4
MC-LR	ND	0.288	0.213	0.249	0.216	0.260	0.291	0.253	0.034	13	101
MC-WR	ND	0.278	0.232	0.239	0.224	0.278	0.234	0.248	0.024	9.8	99.0
MC-LA	ND	0.225	0.193	0.174	0.215	0.221	0.189	0.203	0.021	10	81.1
MC-LY	ND	0.214	0.198	0.206	0.201	0.260	0.238	0.219	0.024	11	87.7
MC-LW	ND	0.235	0.232	0.176	0.165	0.151	0.198	0.193	0.035	18	77.1
MC-LF	ND	0.232	0.186	0.255	0.193	0.150	0.207	0.204	0.037	18	81.5

附表 182 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 浙江省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.32	1.37	1.37	1.59	1.64	1.60	1.48	0.14	9.8	82.2
MC-YR	ND	1.13	1.21	1.21	1.26	1.29	1.12	1.20	0.069	5.7	66.8
MC-HtyR	ND	1.50	1.50	1.49	1.73	1.75	1.73	1.62	0.13	8.2	89.8
MC-LR	ND	1.62	1.76	1.62	1.95	2.26	1.52	1.79	0.28	15	99.4
MC-WR	ND	1.75	1.37	1.36	1.31	1.47	1.48	1.46	0.16	11	81.0
MC-LA	ND	1.87	2.15	1.64	1.78	2.38	1.75	1.93	0.28	14	107
MC-LY	ND	1.52	1.60	1.63	1.48	1.52	1.35	1.52	0.10	6.7	84.2
MC-LW	ND	1.31	1.66	1.04	1.11	1.47	1.36	1.32	0.23	17	73.5
MC-LF	ND	1.33	1.86	1.50	1.87	1.82	1.38	1.63	0.25	16	90.3

附表 183 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 浙江省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.040	0.037	0.037	0.038	0.038	0.038	0.0011	2.9	75.8	
MC-YR	ND	0.044	0.029	0.036	0.036	0.033	0.037	0.036	0.0052	14	71.5
MC-HtyR	ND	0.039	0.036	0.036	0.037	0.038	0.037	0.037	0.0010	2.8	74.5
MC-LR	ND	0.044	0.040	0.040	0.048	0.047	0.048	0.044	0.0034	7.8	88.8
MC-WR	ND	0.028	0.031	0.028	0.034	0.040	0.039	0.033	0.0051	16	66.2
MC-LA	ND	0.029	0.034	0.034	0.037	0.028	0.036	0.033	0.0037	11	66.4
MC-LY	ND	0.042	0.029	0.041	0.036	0.033	0.041	0.037	0.0052	14	73.5
MC-LW	ND	0.038	0.033	0.048	0.028	0.037	0.046	0.038	0.0076	20	76.8
MC-LF	ND	0.041	0.032	0.033	0.044	0.046	0.032	0.038	0.0064	17	75.8

附表 184 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.179	0.182	0.181	0.191	0.190	0.187	0.185	0.0051	2.8	74.0
MC-YR	ND	0.155	0.203	0.163	0.184	0.167	0.159	0.172	0.018	11	68.7
MC-HtyR	ND	0.200	0.202	0.211	0.215	0.216	0.214	0.210	0.0069	3.3	83.8
MC-LR	ND	0.186	0.199	0.204	0.217	0.244	0.229	0.213	0.021	9.9	85.2
MC-WR	ND	0.198	0.184	0.178	0.207	0.241	0.218	0.204	0.023	11	81.8
MC-LA	ND	0.153	0.198	0.130	0.147	0.163	0.192	0.164	0.027	16	65.5
MC-LY	ND	0.185	0.202	0.177	0.187	0.191	0.191	0.189	0.0083	4.4	75.6
MC-LW	ND	0.174	0.157	0.165	0.194	0.214	0.184	0.181	0.021	11	72.5
MC-LF	ND	0.171	0.163	0.168	0.186	0.149	0.167	0.167	0.012	7.2	66.9

附表 185 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.33	1.36	1.36	1.55	1.54	1.49	1.44	0.10	6.9	79.8
MC-YR	ND	1.23	1.26	1.24	1.25	1.40	1.23	1.27	0.065	5.1	70.4
MC-HtyR	ND	1.41	1.37	1.40	1.65	1.66	1.57	1.51	0.13	8.7	83.9
MC-LR	ND	1.64	1.59	1.62	1.97	1.85	1.98	1.78	0.18	10	98.7
MC-WR	ND	1.22	1.40	1.13	1.77	1.82	1.46	1.47	0.28	19	81.5
MC-LA	ND	1.62	1.26	1.49	1.58	2.12	1.79	1.64	0.29	18	91.2
MC-LY	ND	1.42	1.08	1.19	1.21	1.61	1.40	1.32	0.19	15	73.2
MC-LW	ND	1.46	1.14	1.27	1.40	1.51	1.40	1.36	0.14	10	75.8
MC-LF	ND	1.32	1.10	1.24	1.47	1.70	1.66	1.42	0.24	17	78.6

附表 186 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 浙江省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.038	0.038	0.031	0.041	0.040	0.040	0.038	0.0036	9.6	75.6
MC-YR	ND	0.036	0.029	0.025	0.043	0.034	0.037	0.034	0.0062	18	68.1
MC-HtyR	ND	0.037	0.038	0.030	0.038	0.038	0.039	0.037	0.0033	8.9	73.4
MC-LR	ND	0.046	0.050	0.030	0.053	0.044	0.053	0.046	0.0085	19	91.9
MC-WR	ND	0.033	0.050	0.039	0.039	0.034	0.038	0.039	0.0059	15	77.4
MC-LA	ND	0.032	0.031	0.037	0.035	0.030	0.035	0.033	0.0029	8.6	66.4
MC-LY	ND	0.035	0.042	0.029	0.042	0.041	0.044	0.039	0.0059	15	77.4
MC-LW	ND	0.040	0.032	0.032	0.045	0.037	0.049	0.039	0.0070	18	78.4
MC-LF	ND	0.040	0.035	0.035	0.045	0.041	0.032	0.038	0.0048	13	76.0

附表 187 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 浙江省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.185	0.183	0.183	0.204	0.206	0.199	0.193	0.011	5.7	77.3
MC-YR	ND	0.194	0.175	0.183	0.202	0.209	0.208	0.195	0.014	7.0	78.1
MC-HtyR	ND	0.197	0.206	0.184	0.180	0.235	0.223	0.204	0.022	10.6	81.8
MC-LR	ND	0.258	0.290	0.257	0.236	0.269	0.309	0.270	0.026	9.7	108
MC-WR	ND	0.193	0.176	0.210	0.183	0.255	0.186	0.201	0.029	14	80.2
MC-LA	ND	0.207	0.212	0.168	0.192	0.241	0.191	0.202	0.025	12	80.7
MC-LY	ND	0.210	0.147	0.199	0.216	0.220	0.240	0.205	0.032	15	82.1
MC-LW	ND	0.154	0.189	0.140	0.230	0.193	0.189	0.182	0.032	17	73.0
MC-LF	ND	0.157	0.166	0.158	0.194	0.179	0.196	0.175	0.017	9.9	70.1

附表 188 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 浙江省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.31	1.31	1.31	1.54	1.59	1.56	1.44	0.14	9.5	79.8
MC-YR	ND	1.23	1.20	1.25	1.34	1.34	1.41	1.29	0.081	6.2	71.9
MC-HtyR	ND	1.25	1.24	1.27	1.63	1.61	1.62	1.44	0.20	14	79.8
MC-LR	ND	1.95	1.89	1.67	2.24	1.70	2.12	1.93	0.23	12	107
MC-WR	ND	1.46	1.14	1.25	1.78	1.41	1.38	1.41	0.22	16	78.1
MC-LA	ND	2.07	1.63	2.19	1.86	1.58	2.19	1.92	0.27	14	107
MC-LY	ND	1.18	1.46	1.26	1.24	1.81	1.78	1.45	0.28	19	80.8
MC-LW	ND	1.21	1.23	1.73	1.52	1.04	1.36	1.35	0.25	18	75.0
MC-LF	ND	1.28	1.62	1.34	1.87	1.64	1.81	1.59	0.24	15	88.4

附表 189 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 浙江省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.041	0.042	0.041	0.046	0.047	0.041	0.043	0.0029	6.6	85.9
MC-YR	ND	0.033	0.037	0.037	0.049	0.039	0.038	0.039	0.0052	13	77.4
MC-HtyR	ND	0.040	0.041	0.039	0.043	0.046	0.040	0.041	0.0025	5.9	83.0
MC-LR	ND	0.051	0.055	0.050	0.051	0.054	0.056	0.053	0.0023	4.4	106
MC-WR	ND	0.032	0.034	0.034	0.047	0.051	0.041	0.040	0.0079	20	79.9
MC-LA	ND	0.040	0.032	0.033	0.036	0.034	0.031	0.034	0.0032	9.2	68.6
MC-LY	ND	0.039	0.042	0.030	0.040	0.051	0.041	0.041	0.0067	17	81.1
MC-LW	ND	0.048	0.047	0.041	0.037	0.038	0.038	0.041	0.0051	12	82.7
MC-LF	ND	0.041	0.033	0.042	0.040	0.048	0.041	0.041	0.0049	12	82.1

附表 190 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 浙江省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.206	0.210	0.204	0.200	0.203	0.206	0.205	0.0031	1.5	82.0
MC-YR	ND	0.222	0.194	0.182	0.181	0.217	0.202	0.200	0.017	8.7	79.9
MC-HtyR	ND	0.247	0.249	0.233	0.231	0.237	0.246	0.241	0.0078	3.2	96.3
MC-LR	ND	0.276	0.241	0.269	0.290	0.247	0.234	0.260	0.022	8.5	104
MC-WR	ND	0.221	0.201	0.195	0.210	0.228	0.209	0.211	0.012	5.8	84.3
MC-LA	ND	0.154	0.234	0.168	0.210	0.213	0.192	0.195	0.030	15	78.1
MC-LY	ND	0.172	0.173	0.195	0.185	0.183	0.177	0.181	0.0087	4.8	72.4
MC-LW	ND	0.154	0.198	0.217	0.182	0.207	0.196	0.192	0.022	11	76.9
MC-LF	ND	0.179	0.168	0.186	0.192	0.206	0.199	0.188	0.014	7.3	75.4

附表 191 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 浙江省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				



目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.66	1.59	1.60	1.54	1.56	1.27	1.54	0.14	9.0	85.3
MC-YR	ND	1.39	1.28	1.29	1.21	1.55	1.06	1.29	0.17	13	71.9
MC-HtyR	ND	1.79	1.70	1.70	1.67	1.76	1.30	1.65	0.18	11	91.8
MC-LR	ND	1.87	1.76	1.84	1.92	2.03	1.71	1.86	0.12	6.3	103
MC-WR	ND	1.55	1.26	1.31	1.70	1.82	1.21	1.48	0.25	17	82.0
MC-LA	ND	1.81	1.40	1.79	1.77	1.80	1.35	1.65	0.22	13	91.9
MC-LY	ND	1.66	1.53	1.46	1.32	1.82	1.15	1.49	0.24	16	82.8
MC-LW	ND	1.23	1.09	1.37	1.41	1.01	1.11	1.20	0.16	14	66.8
MC-LF	ND	1.69	1.54	1.63	1.59	1.80	1.02	1.55	0.28	18	85.9

附表 192 空白低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.038	0.040	0.036	0.044	0.043	0.041	0.040	0.0030	7.5	80.7
MC-YR	ND	0.046	0.048	0.040	0.044	0.050	0.043	0.045	0.0034	7.6	90.4
MC-HtyR	ND	0.044	0.046	0.042	0.047	0.040	0.039	0.043	0.0030	7.0	85.9
MC-LR	ND	0.043	0.047	0.045	0.047	0.050	0.041	0.046	0.0032	7.0	91.0
MC-WR	ND	0.047	0.043	0.045	0.048	0.051	0.042	0.046	0.0033	7.2	92.3
MC-LA	ND	0.057	0.054	0.057	0.062	0.053	0.055	0.056	0.0033	5.9	112
MC-LY	ND	0.047	0.052	0.043	0.045	0.051	0.047	0.047	0.0035	7.5	94.6
MC-LW	ND	0.037	0.040	0.038	0.043	0.043	0.045	0.041	0.0033	8.2	81.5
MC-LF	ND	0.058	0.063	0.065	0.057	0.066	0.057	0.061	0.0045	7.4	122

附表 193 空白中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.193	0.188	0.202	0.225	0.225	0.210	0.207	0.016	7.5	82.9
MC-YR	ND	0.208	0.211	0.211	0.231	0.228	0.239	0.221	0.013	5.9	88.5
MC-HtyR	ND	0.202	0.196	0.196	0.219	0.233	0.214	0.210	0.015	6.9	84.0
MC-LR	ND	0.218	0.199	0.193	0.219	0.230	0.229	0.215	0.015	7.2	86.0
MC-WR	ND	0.206	0.207	0.209	0.234	0.243	0.238	0.223	0.017	7.7	89.1
MC-LA	ND	0.238	0.244	0.248	0.271	0.283	0.278	0.260	0.019	7.3	104
MC-LY	ND	0.214	0.194	0.215	0.226	0.242	0.241	0.222	0.018	8.2	88.8
MC-LW	ND	0.174	0.189	0.195	0.217	0.224	0.208	0.201	0.019	9.3	80.4
MC-LF	ND	0.233	0.231	0.234	0.258	0.267	0.276	0.250	0.020	7.9	99.9

附表 194 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.06	1.07	1.00	1.19	1.20	1.18	1.12	0.082	7.4	62.0
MC-YR	ND	1.02	1.03	1.03	1.19	1.20	1.22	1.11	0.097	8.7	61.9
MC-HtyR	ND	1.05	1.07	1.01	1.19	1.19	1.19	1.12	0.085	7.6	62.1
MC-LR	ND	1.02	1.03	1.00	1.17	1.12	1.17	1.09	0.079	7.3	60.4
MC-WR	ND	1.06	1.05	1.01	1.17	1.18	1.19	1.11	0.079	7.1	61.7
MC-LA	ND	1.31	1.33	1.28	1.47	1.50	1.58	1.41	0.12	8.6	78.5
MC-LY	ND	1.10	1.06	1.00	1.21	1.02	1.15	1.09	0.080	7.3	60.6
MC-LW	ND	1.02	1.00	0.973	1.23	1.16	1.22	1.10	0.12	11	61.2
MC-LF	ND	1.20	1.25	1.17	1.33	1.39	1.42	1.29	0.10	7.8	71.9

附表 195 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.042	0.042	0.039	0.040	0.042	0.042	0.041	0.0013	3.2	82.2
MC-YR	ND	0.047	0.049	0.048	0.042	0.047	0.047	0.047	0.0023	5.0	93.1
MC-HtyR	ND	0.046	0.045	0.044	0.047	0.046	0.047	0.046	0.0013	2.8	91.7
MC-LR	ND	0.047	0.049	0.045	0.049	0.045	0.048	0.047	0.0018	3.9	94.5
MC-WR	ND	0.049	0.048	0.049	0.046	0.049	0.050	0.049	0.0012	2.6	97.1
MC-LA	ND	0.048	0.050	0.044	0.046	0.045	0.049	0.047	0.0026	5.5	94.2
MC-LY	ND	0.056	0.053	0.053	0.058	0.056	0.057	0.055	0.0019	3.5	111
MC-LW	ND	0.043	0.044	0.039	0.042	0.041	0.043	0.042	0.0016	3.8	84.3
MC-LF	ND	0.063	0.065	0.053	0.056	0.051	0.051	0.056	0.0062	11	113

附表 196 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.200	0.206	0.194	0.198	0.195	0.202	0.199	0.0045	2.3	79.7
MC-YR	ND	0.209	0.218	0.201	0.216	0.205	0.212	0.210	0.0066	3.1	84.1
MC-HtyR	ND	0.197	0.210	0.197	0.204	0.211	0.204	0.204	0.0058	2.9	81.5
MC-LR	ND	0.201	0.213	0.196	0.215	0.200	0.209	0.206	0.0075	3.7	82.3
MC-WR	ND	0.205	0.210	0.201	0.205	0.211	0.212	0.207	0.0041	2.0	83.0
MC-LA	ND	0.223	0.229	0.218	0.240	0.231	0.230	0.228	0.0076	3.3	91.3
MC-LY	ND	0.220	0.233	0.189	0.232	0.224	0.244	0.224	0.019	8.4	89.5
MC-LW	ND	0.196	0.202	0.180	0.201	0.181	0.197	0.193	0.010	5.1	77.1
MC-LF	ND	0.221	0.223	0.211	0.223	0.216	0.220	0.219	0.0046	2.1	87.7

附表 197 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.11	1.21	1.17	1.06	0.985	1.01	1.09	0.088	8.1	60.6
MC-YR	ND	1.14	1.21	1.18	1.05	1.05	1.09	1.12	0.069	6.2	62.3
MC-HtyR	ND	1.08	1.17	1.13	1.04	1.01	1.05	1.08	0.058	5.4	60.1
MC-LR	ND	1.09	1.19	1.11	1.03	1.02	1.06	1.08	0.062	5.8	60.2
MC-WR	ND	1.13	1.16	1.19	1.05	1.02	1.07	1.10	0.065	5.9	61.3
MC-LA	ND	1.32	1.38	1.33	1.19	1.21	1.21	1.27	0.081	6.4	70.7
MC-LY	ND	1.20	1.36	1.19	1.06	1.00	1.09	1.15	0.13	11	63.9
MC-LW	ND	1.15	1.21	1.21	1.01	1.04	1.06	1.11	0.091	8.2	61.8
MC-LF	ND	1.20	1.27	1.21	1.12	1.10	1.11	1.17	0.069	5.9	64.8

附表 198 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.040	0.042	0.042	0.045	0.046	0.043	0.043	0.0024	5.5	85.8
MC-YR	ND	0.043	0.046	0.049	0.050	0.053	0.052	0.049	0.0037	7.5	97.7
MC-HtyR	ND	0.045	0.047	0.048	0.049	0.053	0.051	0.049	0.0027	5.5	97.7
MC-LR	ND	0.046	0.047	0.049	0.050	0.052	0.052	0.049	0.0026	5.3	99.0
MC-WR	ND	0.047	0.050	0.048	0.053	0.052	0.055	0.051	0.0031	6.0	102
MC-LA	ND	0.044	0.049	0.044	0.053	0.041	0.046	0.046	0.0045	9.6	92.6
MC-LY	ND	0.052	0.050	0.055	0.054	0.057	0.055	0.054	0.0025	4.7	108
MC-LW	ND	0.037	0.044	0.043	0.047	0.047	0.048	0.044	0.0040	9.0	88.8
MC-LF	ND	0.045	0.045	0.052	0.041	0.046	0.051	0.047	0.0039	8.5	93.4

附表 199 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.207	0.195	0.207	0.196	0.210	0.200	0.202	0.0064	3.2	81.0
MC-YR	ND	0.214	0.220	0.230	0.209	0.220	0.215	0.218	0.0071	3.3	87.3
MC-HtyR	ND	0.215	0.205	0.217	0.196	0.206	0.208	0.208	0.0075	3.6	83.1
MC-LR	ND	0.221	0.215	0.222	0.205	0.212	0.206	0.214	0.0072	3.4	85.4
MC-WR	ND	0.213	0.211	0.218	0.193	0.203	0.209	0.208	0.0087	4.2	83.1
MC-LA	ND	0.249	0.245	0.243	0.227	0.226	0.227	0.236	0.011	4.5	94.4
MC-LY	ND	0.229	0.232	0.239	0.233	0.237	0.235	0.234	0.0036	1.5	93.8
MC-LW	ND	0.209	0.208	0.212	0.199	0.183	0.174	0.197	0.016	7.9	79.0
MC-LF	ND	0.234	0.229	0.237	0.225	0.226	0.219	0.228	0.0063	2.8	91.4

附表 200 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.09	1.02	1.03	1.17	1.20	1.15	1.11	0.075	6.8	61.7
MC-YR	ND	1.04	1.09	1.05	1.26	1.23	1.25	1.15	0.10	8.8	64.0
MC-HtyR	ND	1.10	1.02	1.09	1.24	1.24	1.24	1.15	0.10	8.3	64.1
MC-LR	ND	1.09	1.06	1.04	1.18	1.23	1.16	1.13	0.077	6.8	62.6
MC-WR	ND	1.07	1.05	1.05	1.18	1.22	1.14	1.12	0.073	6.5	62.1
MC-LA	ND	1.26	1.19	1.20	1.40	1.39	1.32	1.29	0.091	7.1	71.8
MC-LY	ND	1.11	1.21	1.15	1.36	1.35	1.25	1.24	0.10	8.4	68.7
MC-LW	ND	1.07	1.06	1.02	1.25	1.24	1.24	1.15	0.11	9.4	63.8
MC-LF	ND	1.16	1.08	1.12	1.26	1.23	1.22	1.18	0.070	6.0	65.5

附表 201 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.039	0.041	0.043	0.045	0.043	0.042	0.042	0.0020	4.8	84.1
MC-YR	ND	0.045	0.049	0.046	0.053	0.048	0.050	0.049	0.0031	6.3	97.4
MC-HtyR	ND	0.046	0.047	0.047	0.050	0.049	0.050	0.048	0.0017	3.6	96.3
MC-LR	ND	0.046	0.050	0.046	0.051	0.050	0.050	0.049	0.0022	4.5	97.8
MC-WR	ND	0.047	0.049	0.048	0.053	0.052	0.053	0.050	0.0025	5.0	101
MC-LA	ND	0.045	0.047	0.041	0.051	0.046	0.044	0.046	0.0035	7.6	91.4
MC-LY	ND	0.045	0.053	0.057	0.054	0.058	0.057	0.054	0.0049	9.1	108
MC-LW	ND	0.044	0.045	0.043	0.046	0.045	0.044	0.045	0.0011	2.5	89.0
MC-LF	ND	0.044	0.047	0.050	0.045	0.052	0.043	0.047	0.0037	7.9	93.5

附表 202 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.225	0.221	0.229	0.214	0.203	0.199	0.215	0.012	5.7	86.2
MC-YR	ND	0.249	0.233	0.246	0.226	0.225	0.223	0.234	0.011	4.8	93.5
MC-HtyR	ND	0.230	0.228	0.236	0.221	0.216	0.218	0.225	0.0079	3.5	89.9
MC-LR	ND	0.233	0.237	0.239	0.217	0.217	0.214	0.226	0.011	5.0	90.5
MC-WR	ND	0.244	0.253	0.240	0.233	0.218	0.220	0.235	0.014	5.8	93.9
MC-LA	ND	0.262	0.264	0.264	0.252	0.250	0.244	0.256	0.0085	3.3	103
MC-LY	ND	0.258	0.224	0.260	0.234	0.231	0.239	0.241	0.015	6.2	96.4
MC-LW	ND	0.230	0.217	0.230	0.211	0.200	0.214	0.217	0.011	5.3	86.8
MC-LF	ND	0.160	0.206	0.210	0.244	0.196	0.183	0.200	0.028	14	79.9

附表 203 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.16	1.13	1.16	1.24	1.21	1.23	1.19	0.047	4.0	66.0
MC-YR	ND	1.18	1.15	1.19	1.26	1.21	1.28	1.21	0.051	4.2	67.3
MC-HtyR	ND	1.15	1.13	1.11	1.27	1.18	1.22	1.18	0.061	5.1	65.5
MC-LR	ND	1.17	1.14	1.13	1.21	1.18	1.22	1.17	0.035	3.0	65.2
MC-WR	ND	1.10	1.15	1.18	1.24	1.19	1.25	1.18	0.056	4.7	65.8
MC-LA	ND	1.32	1.29	1.37	1.45	1.42	1.41	1.38	0.062	4.5	76.5
MC-LY	ND	1.18	1.24	1.29	1.33	1.22	1.30	1.26	0.056	4.4	69.9
MC-LW	ND	1.20	1.17	1.17	1.22	1.23	1.27	1.21	0.040	3.3	67.1
MC-LF	ND	1.21	1.19	1.26	1.31	1.24	1.33	1.26	0.056	4.4	69.8

附表 204 空白低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.036	0.036	0.038	0.037	0.034	0.041	0.037	0.0023	6.2	73.9
MC-YR	ND	0.038	0.040	0.040	0.035	0.040	0.044	0.039	0.0030	7.6	78.9
MC-HtyR	ND	0.035	0.038	0.038	0.042	0.037	0.039	0.038	0.0026	6.8	76.3
MC-LR	ND	0.035	0.037	0.042	0.038	0.037	0.036	0.038	0.0022	6.0	75.2
MC-WR	ND	0.040	0.037	0.041	0.045	0.042	0.038	0.040	0.0027	6.6	80.8
MC-LA	ND	0.034	0.039	0.036	0.037	0.037	0.042	0.037	0.0027	7.3	74.8
MC-LY	ND	0.040	0.039	0.035	0.034	0.042	0.039	0.038	0.0028	7.4	76.3
MC-LW	ND	0.036	0.036	0.037	0.034	0.042	0.040	0.037	0.0026	6.9	74.9
MC-LF	ND	0.035	0.033	0.041	0.035	0.034	0.039	0.036	0.0028	7.9	72.4

附表 205 空白中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.238	0.236	0.235	0.223	0.225	0.231	0.231	0.0062	2.7	92.5
MC-YR	ND	0.247	0.242	0.249	0.226	0.232	0.224	0.237	0.011	4.6	94.7
MC-HtyR	ND	0.228	0.227	0.228	0.210	0.213	0.206	0.219	0.010	4.5	87.5
MC-LR	ND	0.231	0.230	0.229	0.205	0.211	0.206	0.219	0.013	5.8	87.4
MC-WR	ND	0.245	0.249	0.248	0.229	0.231	0.235	0.240	0.0090	3.8	95.8
MC-LA	ND	0.231	0.231	0.241	0.228	0.228	0.230	0.231	0.0050	2.2	92.6
MC-LY	ND	0.248	0.256	0.250	0.226	0.229	0.233	0.240	0.012	5.2	96.2
MC-LW	ND	0.247	0.261	0.254	0.231	0.234	0.241	0.245	0.012	4.7	97.8
MC-LF	ND	0.232	0.231	0.232	0.211	0.215	0.213	0.222	0.010	4.7	89.0

附表 206 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.48	1.46	1.43	1.76	1.82	1.77	1.62	0.18	11	90.1
MC-YR	ND	1.36	1.39	1.39	1.60	1.58	1.62	1.49	0.12	8.2	82.8
MC-HtyR	ND	1.30	1.30	1.29	1.57	1.54	1.55	1.43	0.14	9.9	79.2
MC-LR	ND	1.32	1.34	1.34	1.57	1.55	1.58	1.45	0.13	8.9	80.6
MC-WR	ND	1.34	1.36	1.35	1.45	1.44	1.46	1.40	0.056	4.0	77.8
MC-LA	ND	1.61	1.64	1.66	1.69	1.73	1.74	1.68	0.050	3.0	93.2
MC-LY	ND	1.43	1.45	1.45	1.67	1.67	1.68	1.56	0.13	8.1	86.7
MC-LW	ND	1.46	1.46	1.49	1.53	1.54	1.58	1.51	0.047	3.1	83.7
MC-LF	ND	1.46	1.50	1.52	1.77	1.77	1.79	1.64	0.16	9.6	90.8

附表 207 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				



目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.036	0.037	0.037	0.037	0.038	0.037	0.037	0.00057	1.6	73.9
MC-YR	ND	0.041	0.042	0.044	0.039	0.043	0.042	0.042	0.0015	3.7	83.7
MC-HtyR	ND	0.038	0.036	0.038	0.039	0.040	0.041	0.039	0.0017	4.5	77.2
MC-LR	ND	0.036	0.036	0.036	0.039	0.034	0.038	0.037	0.0018	5.0	73.1
MC-WR	ND	0.040	0.041	0.041	0.041	0.040	0.041	0.041	0.00058	1.4	81.5
MC-LA	ND	0.038	0.037	0.037	0.037	0.036	0.034	0.036	0.0013	3.6	72.8
MC-LY	ND	0.046	0.050	0.047	0.045	0.047	0.051	0.048	0.0025	5.1	95.8
MC-LW	ND	0.047	0.048	0.045	0.049	0.049	0.050	0.048	0.0015	3.0	95.8
MC-LF	ND	0.038	0.039	0.036	0.036	0.036	0.038	0.037	0.0012	3.3	74.4

附表 208 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.188	0.192	0.204	0.219	0.221	0.212	0.206	0.014	6.9	82.4
MC-YR	ND	0.223	0.220	0.220	0.247	0.240	0.245	0.232	0.013	5.5	92.9
MC-HtyR	ND	0.202	0.198	0.208	0.229	0.228	0.233	0.217	0.016	7.2	86.6
MC-LR	ND	0.198	0.200	0.200	0.226	0.221	0.227	0.212	0.014	6.5	84.8
MC-WR	ND	0.220	0.223	0.224	0.245	0.245	0.248	0.234	0.013	5.6	93.6
MC-LA	ND	0.192	0.192	0.196	0.222	0.216	0.222	0.207	0.015	7.2	82.7
MC-LY	ND	0.260	0.263	0.263	0.292	0.290	0.282	0.275	0.015	5.3	110
MC-LW	ND	0.178	0.231	0.233	0.252	0.244	0.207	0.224	0.027	12	89.7
MC-LF	ND	0.207	0.204	0.204	0.227	0.222	0.229	0.216	0.012	5.3	86.2

附表 209 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.32	1.47	1.48	1.24	1.29	1.53	1.39	0.12	8.7	77.2
MC-YR	ND	1.41	1.61	1.61	1.49	1.50	1.64	1.54	0.091	5.9	85.7
MC-HtyR	ND	1.36	1.56	1.54	1.20	1.21	1.58	1.41	0.18	13	78.3
MC-LR	ND	1.29	1.50	1.49	1.39	1.40	1.53	1.43	0.091	6.3	79.7
MC-WR	ND	1.41	1.58	1.56	1.29	1.30	1.58	1.45	0.14	9.6	80.6
MC-LA	ND	1.45	1.66	1.70	1.60	1.59	1.82	1.64	0.12	7.4	91.0
MC-LY	ND	1.66	1.98	1.97	1.51	1.51	1.97	1.77	0.23	13	98.3
MC-LW	ND	1.78	2.13	2.15	2.02	2.00	2.15	2.04	0.14	7.0	113
MC-LF	ND	1.49	1.75	1.74	1.40	1.41	1.84	1.61	0.19	12	89.2

附表 210 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.047	0.045	0.047	0.046	0.049	0.053	0.048	0.0028	5.9	95.1
MC-YR	ND	0.041	0.047	0.047	0.052	0.042	0.050	0.047	0.0044	9.4	93.3
MC-HtyR	ND	0.040	0.042	0.042	0.047	0.043	0.048	0.044	0.0030	6.9	87.1
MC-LR	ND	0.038	0.037	0.043	0.040	0.036	0.044	0.040	0.0032	7.9	79.8
MC-WR	ND	0.038	0.044	0.042	0.045	0.039	0.045	0.042	0.0031	7.3	84.6
MC-LA	ND	0.041	0.044	0.041	0.046	0.042	0.045	0.043	0.0022	5.0	86.2
MC-LY	ND	0.046	0.043	0.039	0.041	0.041	0.037	0.041	0.0031	7.4	82.8
MC-LW	ND	0.050	0.050	0.051	0.047	0.059	0.054	0.052	0.0040	7.8	104
MC-LF	ND	0.052	0.052	0.051	0.052	0.052	0.054	0.052	0.00076	1.5	104

附表 211 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.245	0.228	0.222	0.243	0.225	0.220	0.230	0.011	4.7	92.2
MC-YR	ND	0.246	0.234	0.233	0.253	0.243	0.243	0.242	0.0074	3.0	96.9
MC-HtyR	ND	0.225	0.202	0.208	0.226	0.227	0.228	0.219	0.012	5.3	87.7
MC-LR	ND	0.210	0.199	0.210	0.225	0.221	0.222	0.214	0.010	4.6	85.7
MC-WR	ND	0.241	0.217	0.219	0.239	0.240	0.241	0.233	0.012	5.0	93.1
MC-LA	ND	0.239	0.241	0.242	0.246	0.228	0.223	0.237	0.0089	3.8	94.6
MC-LY	ND	0.319	0.243	0.254	0.273	0.274	0.278	0.274	0.026	9.4	109
MC-LW	ND	0.273	0.249	0.259	0.287	0.284	0.286	0.273	0.016	5.7	109
MC-LF	ND	0.284	0.216	0.225	0.236	0.232	0.222	0.236	0.025	10	94.4

附表 212 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.20	1.23	1.28	1.56	1.50	1.52	1.38	0.16	12	76.8
MC-YR	ND	1.45	1.46	1.49	1.59	1.59	1.57	1.52	0.067	4.4	84.6
MC-HtyR	ND	1.19	1.19	1.18	1.54	1.52	1.53	1.36	0.19	14	75.5
MC-LR	ND	1.41	1.40	1.41	1.54	1.51	1.51	1.46	0.064	4.4	81.3
MC-WR	ND	1.29	1.29	1.27	1.52	1.57	1.54	1.41	0.14	10	78.5
MC-LA	ND	1.52	1.52	1.64	1.77	1.76	1.80	1.67	0.13	7.5	92.7
MC-LY	ND	1.43	1.44	1.43	1.88	1.87	1.88	1.66	0.24	15	92.0
MC-LW	ND	1.86	1.85	1.84	2.00	2.00	1.97	1.92	0.078	4.1	107
MC-LF	ND	1.31	1.35	1.36	1.75	1.74	1.70	1.53	0.22	14	85.2

附表 213 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.039	0.040	0.038	0.035	0.036	0.036	0.037	0.0019	5.0	74.6
MC-YR	ND	0.047	0.044	0.044	0.044	0.040	0.046	0.044	0.0025	5.7	88.0
MC-HtyR	ND	0.045	0.041	0.042	0.038	0.037	0.039	0.040	0.0029	7.1	80.9
MC-LR	ND	0.040	0.041	0.038	0.035	0.037	0.036	0.038	0.0021	5.6	75.7
MC-WR	ND	0.042	0.043	0.043	0.039	0.042	0.042	0.042	0.0015	3.6	83.7
MC-LA	ND	0.042	0.041	0.038	0.036	0.037	0.037	0.038	0.0022	5.8	76.8
MC-LY	ND	0.053	0.052	0.056	0.048	0.051	0.049	0.051	0.0030	5.9	103
MC-LW	ND	0.056	0.056	0.055	0.053	0.054	0.053	0.055	0.0014	2.6	109
MC-LF	ND	0.042	0.042	0.041	0.036	0.037	0.038	0.039	0.0025	6.5	78.5

附表 214 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.230	0.224	0.231	0.203	0.205	0.220	0.219	0.012	5.5	87.6
MC-YR	ND	0.212	0.209	0.216	0.237	0.225	0.228	0.221	0.011	4.9	88.5
MC-HtyR	ND	0.242	0.246	0.249	0.214	0.207	0.207	0.228	0.020	8.8	91.0
MC-LR	ND	0.232	0.225	0.236	0.198	0.199	0.199	0.215	0.018	8.5	86.0
MC-WR	ND	0.256	0.258	0.261	0.219	0.220	0.227	0.240	0.020	8.4	96.1
MC-LA	ND	0.230	0.232	0.240	0.207	0.206	0.211	0.221	0.015	6.7	88.5
MC-LY	ND	0.319	0.262	0.272	0.280	0.281	0.279	0.282	0.020	6.9	113
MC-LW	ND	0.202	0.154	0.203	0.243	0.198	0.194	0.199	0.028	14	79.6
MC-LF	ND	0.243	0.195	0.154	0.220	0.218	0.220	0.208	0.031	15	83.3

附表 215 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.68	1.67	1.73	1.60	1.63	1.74	1.67	0.055	3.3	93.0
MC-YR	ND	1.67	1.67	1.69	1.66	1.68	1.70	1.68	0.014	0.82	93.1
MC-HtyR	ND	1.64	1.61	1.65	1.56	1.59	1.58	1.60	0.034	2.1	89.1
MC-LR	ND	1.56	1.52	1.55	1.54	1.54	1.54	1.54	0.013	0.88	85.6
MC-WR	ND	1.52	1.50	1.51	1.58	1.58	1.60	1.55	0.042	2.7	86.0
MC-LA	ND	1.60	1.62	1.65	1.90	1.91	2.04	1.79	0.19	10	99.2
MC-LY	ND	2.03	2.01	2.05	2.05	2.05	2.03	2.04	0.017	0.85	113
MC-LW	ND	1.61	1.64	1.26	1.39	1.43	1.52	1.48	0.14	9.7	82.0
MC-LF	ND	1.92	1.94	1.95	1.95	1.99	2.01	1.96	0.032	1.7	109

附表 216 空白低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.039	0.040	0.038	0.035	0.043	0.041	0.039	0.0028	7.3	78.3
MC-YR	ND	0.034	0.040	0.043	0.037	0.038	0.042	0.039	0.0033	8.4	78.2
MC-HtyR	ND	0.030	0.035	0.033	0.032	0.040	0.038	0.035	0.0037	11	69.3
MC-LR	ND	0.037	0.038	0.041	0.044	0.035	0.047	0.040	0.0044	11	80.3
MC-WR	ND	0.037	0.044	0.035	0.038	0.040	0.045	0.040	0.0040	10	79.9
MC-LA	ND	0.032	0.029	0.033	0.035	0.036	0.032	0.033	0.0025	7.5	65.6
MC-LY	ND	0.033	0.032	0.036	0.037	0.034	0.030	0.034	0.0026	7.8	67.7
MC-LW	ND	0.051	0.046	0.047	0.050	0.053	0.049	0.049	0.0025	5.0	98.5
MC-LF	ND	0.041	0.034	0.038	0.038	0.042	0.045	0.040	0.0038	9.7	79.1

附表 217 空白中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.225	0.225	0.230	0.202	0.196	0.214	0.215	0.014	6.3	86.1
MC-YR	ND	0.205	0.238	0.208	0.247	0.184	0.208	0.215	0.023	11	85.9
MC-HtyR	ND	0.248	0.265	0.227	0.169	0.188	0.188	0.214	0.038	18	85.6
MC-LR	ND	0.187	0.221	0.213	0.244	0.196	0.192	0.209	0.022	10	83.6
MC-WR	ND	0.244	0.241	0.224	0.189	0.190	0.256	0.224	0.029	13	89.5
MC-LA	ND	0.199	0.159	0.205	0.144	0.135	0.173	0.169	0.028	17	67.7
MC-LY	ND	0.161	0.209	0.194	0.153	0.164	0.189	0.179	0.022	12	71.4
MC-LW	ND	0.173	0.196	0.186	0.168	0.152	0.188	0.177	0.016	9.1	70.9
MC-LF	ND	0.167	0.174	0.188	0.189	0.154	0.172	0.174	0.013	7.5	69.6

附表 218 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.29	1.32	1.29	1.49	1.53	1.56	1.41	0.13	8.9	78.5
MC-YR	ND	1.29	1.43	1.32	1.44	1.52	1.67	1.45	0.14	9.7	80.3
MC-HtyR	ND	1.45	1.32	1.14	1.47	1.61	1.64	1.44	0.19	13	80.0
MC-LR	ND	1.56	1.49	1.38	1.63	1.76	1.84	1.61	0.17	11	89.5
MC-WR	ND	1.35	1.22	1.23	1.50	1.45	1.51	1.38	0.13	9.6	76.5
MC-LA	ND	1.32	1.61	1.26	1.15	1.27	1.36	1.33	0.15	12	73.7
MC-LY	ND	1.62	1.33	1.33	1.50	1.47	1.92	1.53	0.22	15	84.9
MC-LW	ND	1.34	1.28	1.27	1.31	1.38	1.40	1.33	0.054	4.1	73.8
MC-LF	ND	1.52	1.58	1.53	1.54	1.77	1.72	1.61	0.11	6.6	89.4

附表 219 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.038	0.039	0.039	0.040	0.039	0.039	0.039	0.00073	1.9	77.6
MC-YR	ND	0.036	0.041	0.043	0.035	0.044	0.037	0.039	0.0039	9.9	78.5
MC-HtyR	ND	0.035	0.032	0.038	0.035	0.036	0.034	0.035	0.0019	5.4	70.1
MC-LR	ND	0.040	0.043	0.039	0.045	0.039	0.040	0.041	0.0023	5.6	81.7
MC-WR	ND	0.034	0.037	0.039	0.034	0.034	0.037	0.036	0.0022	6.2	71.4
MC-LA	ND	0.036	0.035	0.032	0.034	0.027	0.032	0.033	0.0032	9.7	65.4
MC-LY	ND	0.037	0.029	0.035	0.036	0.037	0.034	0.035	0.0031	9.0	69.4
MC-LW	ND	0.050	0.049	0.051	0.048	0.047	0.049	0.049	0.0012	2.4	97.8
MC-LF	ND	0.039	0.038	0.038	0.041	0.039	0.041	0.039	0.0013	3.4	78.7

附表 220 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.200	0.203	0.202	0.206	0.203	0.209	0.204	0.0031	1.5	81.5
MC-YR	ND	0.183	0.188	0.177	0.180	0.183	0.227	0.190	0.019	9.9	75.8
MC-HtyR	ND	0.184	0.221	0.235	0.174	0.212	0.231	0.210	0.025	12	83.8
MC-LR	ND	0.193	0.210	0.185	0.188	0.202	0.190	0.195	0.010	5.0	77.9
MC-WR	ND	0.208	0.189	0.204	0.200	0.200	0.223	0.204	0.011	5.5	81.5
MC-LA	ND	0.137	0.141	0.146	0.187	0.164	0.179	0.159	0.021	13	63.7
MC-LY	ND	0.160	0.186	0.160	0.191	0.198	0.161	0.176	0.017	9.9	70.5
MC-LW	ND	0.152	0.148	0.157	0.162	0.181	0.163	0.161	0.012	7.2	64.3
MC-LF	ND	0.192	0.138	0.156	0.217	0.162	0.153	0.170	0.029	17	67.9

附表 221 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.28	1.25	1.28	1.44	1.43	1.44	1.35	0.091	6.7	75.2
MC-YR	ND	1.29	1.30	1.32	1.72	1.67	1.22	1.42	0.22	15	78.9
MC-HtyR	ND	1.40	1.36	1.30	1.64	1.48	1.55	1.46	0.12	8.6	80.9
MC-LR	ND	1.35	1.47	1.48	1.63	1.60	1.45	1.50	0.10	6.8	83.2
MC-WR	ND	1.30	1.61	1.51	1.37	1.45	1.57	1.47	0.12	8.0	81.6
MC-LA	ND	1.42	1.33	1.44	1.71	1.38	1.59	1.48	0.14	9.6	82.0
MC-LY	ND	1.39	1.25	1.44	1.68	1.32	1.53	1.44	0.15	11	79.7
MC-LW	ND	1.11	1.26	1.20	1.75	1.36	1.56	1.37	0.24	18	76.3
MC-LF	ND	1.51	1.41	1.38	1.31	1.36	1.77	1.46	0.17	12	80.9

附表 222 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.040	0.040	0.043	0.042	0.042	0.043	0.042	0.0015	3.6	83.3
MC-YR	ND	0.046	0.042	0.047	0.035	0.042	0.044	0.043	0.0042	9.8	85.7
MC-HtyR	ND	0.036	0.040	0.039	0.037	0.038	0.043	0.039	0.0025	6.5	77.8
MC-LR	ND	0.041	0.044	0.042	0.042	0.043	0.042	0.042	0.0013	3.2	84.7
MC-WR	ND	0.038	0.044	0.040	0.038	0.039	0.042	0.040	0.0021	5.3	80.5
MC-LA	ND	0.031	0.036	0.035	0.035	0.030	0.041	0.035	0.0037	11	69.6
MC-LY	ND	0.033	0.038	0.040	0.040	0.039	0.032	0.037	0.0038	10	73.8
MC-LW	ND	0.050	0.045	0.055	0.054	0.053	0.048	0.051	0.0038	7.4	102
MC-LF	ND	0.042	0.036	0.045	0.046	0.035	0.044	0.041	0.0045	11	82.7

附表 223 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				



目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.200	0.201	0.221	0.218	0.223	0.221	0.214	0.011	4.9	85.6
MC-YR	ND	0.211	0.203	0.206	0.209	0.191	0.198	0.203	0.0075	3.7	81.1
MC-HtyR	ND	0.221	0.177	0.218	0.198	0.235	0.225	0.213	0.021	9.9	85.0
MC-LR	ND	0.178	0.210	0.201	0.220	0.231	0.237	0.213	0.021	10	85.2
MC-WR	ND	0.177	0.177	0.247	0.257	0.256	0.202	0.219	0.038	17	87.8
MC-LA	ND	0.180	0.139	0.198	0.154	0.177	0.177	0.171	0.021	12	68.4
MC-LY	ND	0.148	0.168	0.191	0.213	0.164	0.194	0.180	0.024	13	71.9
MC-LW	ND	0.156	0.172	0.202	0.188	0.165	0.171	0.176	0.017	9.5	70.3
MC-LF	ND	0.161	0.185	0.180	0.186	0.221	0.186	0.186	0.019	10	74.6

附表 224 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 青海省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.18	1.24	1.43	1.42	1.46	1.48	1.37	0.13	9.3	76.0
MC-YR	ND	1.39	1.22	1.42	1.24	1.35	1.52	1.36	0.11	8.4	75.4
MC-HtyR	ND	1.12	1.47	1.58	1.77	1.45	1.65	1.51	0.22	15	83.7
MC-LR	ND	1.36	1.36	1.90	1.46	1.44	1.56	1.51	0.21	14	84.1
MC-WR	ND	1.12	1.12	1.56	1.36	1.76	1.75	1.45	0.29	20	80.3
MC-LA	ND	1.33	1.32	1.43	1.48	1.47	1.70	1.46	0.14	9.4	80.9
MC-LY	ND	1.03	1.05	1.63	1.73	1.54	1.59	1.43	0.31	22	79.4
MC-LW	ND	1.11	1.21	1.56	1.42	1.51	1.42	1.37	0.18	13	76.1
MC-LF	ND	1.12	1.48	1.81	1.56	1.64	1.83	1.57	0.26	17	87.5

附表 225 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 青海省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.042	0.043	0.042	0.041	0.042	0.041	0.042	0.00094	2.2	83.7
MC-YR	ND	0.042	0.039	0.038	0.040	0.043	0.034	0.039	0.0032	8.0	79.0
MC-HtyR	ND	0.040	0.043	0.043	0.039	0.047	0.036	0.041	0.0036	8.7	82.7
MC-LR	ND	0.048	0.045	0.047	0.046	0.045	0.043	0.046	0.0020	4.3	91.7
MC-WR	ND	0.031	0.045	0.043	0.049	0.049	0.042	0.043	0.0065	15	86.3
MC-LA	ND	0.034	0.033	0.037	0.034	0.036	0.032	0.034	0.0017	5.1	68.6
MC-LY	ND	0.043	0.038	0.046	0.040	0.041	0.041	0.041	0.0029	6.9	82.9
MC-LW	ND	0.054	0.049	0.052	0.055	0.052	0.048	0.052	0.0028	5.4	104
MC-LF	ND	0.041	0.037	0.042	0.043	0.043	0.044	0.042	0.0024	5.9	83.3

附表 226 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.225	0.225	0.225	0.199	0.221	0.227	0.220	0.011	4.9	88.1
MC-YR	ND	0.194	0.235	0.221	0.164	0.223	0.242	0.213	0.029	14	85.3
MC-HtyR	ND	0.220	0.272	0.221	0.181	0.231	0.219	0.224	0.029	13	89.6
MC-LR	ND	0.259	0.204	0.205	0.204	0.251	0.224	0.224	0.025	11	89.8
MC-WR	ND	0.226	0.248	0.240	0.195	0.239	0.277	0.237	0.027	11	94.9
MC-LA	ND	0.166	0.165	0.195	0.153	0.168	0.158	0.167	0.014	8.6	66.9
MC-LY	ND	0.186	0.204	0.218	0.187	0.170	0.186	0.192	0.017	8.7	76.8
MC-LW	ND	0.169	0.112	0.209	0.185	0.192	0.171	0.173	0.033	19	69.1
MC-LF	ND	0.194	0.197	0.180	0.183	0.184	0.182	0.187	0.0070	3.8	74.7

附表 227 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.53	1.53	1.51	1.46	1.47	1.42	1.49	0.042	2.9	82.7
MC-YR	ND	1.58	1.47	1.33	1.26	1.50	1.41	1.43	0.12	8.2	79.3
MC-HtyR	ND	1.61	1.86	1.68	1.55	1.59	1.53	1.64	0.12	7.4	91.1
MC-LR	ND	1.89	1.61	1.63	1.50	1.60	1.44	1.62	0.15	9.5	89.7
MC-WR	ND	1.58	1.70	1.37	1.49	1.71	1.44	1.55	0.14	9.1	85.9
MC-LA	ND	1.37	1.47	1.57	1.49	1.50	1.35	1.46	0.083	5.7	81.1
MC-LY	ND	1.80	1.88	1.83	1.65	1.47	1.66	1.71	0.15	8.8	95.3
MC-LW	ND	1.27	1.36	1.54	1.46	1.35	1.44	1.40	0.10	7.0	77.9
MC-LF	ND	1.59	1.99	2.33	1.55	1.95	1.77	1.87	0.29	16	104

附表 228 空白低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 天津市生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.036	0.037	0.036	0.038	0.041	0.042	0.038	0.0024	6.3	76.3
MC-YR	ND	0.036	0.040	0.034	0.036	0.037	0.039	0.037	0.0023	6.1	74.2
MC-HtyR	ND	0.036	0.037	0.036	0.038	0.041	0.040	0.038	0.0022	5.7	76.0
MC-LR	ND	0.036	0.037	0.038	0.033	0.036	0.034	0.036	0.0018	5.1	71.3
MC-WR	ND	0.036	0.030	0.030	0.036	0.034	0.036	0.033	0.0027	8.2	66.9
MC-LA	ND	0.036	0.037	0.038	0.036	0.042	0.041	0.038	0.0026	6.7	76.5
MC-LY	ND	0.039	0.034	0.040	0.037	0.038	0.034	0.037	0.0026	7.1	73.9
MC-LW	ND	0.037	0.034	0.036	0.036	0.034	0.040	0.036	0.0023	6.3	72.5
MC-LF	ND	0.036	0.037	0.038	0.034	0.041	0.041	0.038	0.0026	6.9	76.0

附表 229 空白中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 天津市生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.219	0.226	0.225	0.199	0.202	0.197	0.211	0.013	6.3	84.6
MC-YR	ND	0.239	0.231	0.231	0.195	0.198	0.193	0.215	0.021	9.9	85.9
MC-HtyR	ND	0.219	0.223	0.221	0.199	0.201	0.200	0.211	0.011	5.4	84.2
MC-LR	ND	0.265	0.260	0.252	0.227	0.213	0.211	0.238	0.024	10	95.2
MC-WR	ND	0.223	0.216	0.208	0.190	0.192	0.182	0.202	0.016	8.1	80.7
MC-LA	ND	0.226	0.224	0.222	0.196	0.196	0.196	0.210	0.015	7.3	83.9
MC-LY	ND	0.263	0.256	0.252	0.224	0.224	0.220	0.240	0.019	8.0	95.9
MC-LW	ND	0.251	0.243	0.229	0.200	0.201	0.191	0.219	0.025	11	87.6
MC-LF	ND	0.239	0.239	0.238	0.208	0.212	0.203	0.223	0.017	7.7	89.3

附表 230 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 天津市生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.27	1.27	1.28	1.57	1.58	1.56	1.42	0.16	12	79.0
MC-YR	ND	1.56	1.60	1.58	1.89	1.87	1.90	1.73	0.17	9.8	96.4
MC-HtyR	ND	1.21	1.20	1.21	1.44	1.45	1.45	1.33	0.13	9.9	73.8
MC-LR	ND	1.68	1.73	1.70	2.01	2.04	1.78	1.82	0.16	8.7	101
MC-WR	ND	1.49	1.53	1.52	1.66	1.62	1.72	1.59	0.090	5.7	88.5
MC-LA	ND	1.34	1.36	1.36	1.38	1.39	1.38	1.37	0.019	1.4	75.8
MC-LY	ND	1.39	1.42	1.41	1.65	1.66	1.68	1.53	0.14	9.2	85.3
MC-LW	ND	1.35	1.37	1.41	1.45	1.48	1.47	1.42	0.054	3.8	79.0
MC-LF	ND	1.41	1.40	1.45	1.67	1.67	1.67	1.54	0.14	9.1	85.7

附表 231 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 天津市生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.037	0.037	0.037	0.037	0.037	0.037	0.037	0.00032	0.86	74.1
MC-YR	ND	0.042	0.034	0.042	0.033	0.043	0.035	0.038	0.0045	12	76.5
MC-HtyR	ND	0.035	0.034	0.037	0.035	0.037	0.035	0.035	0.0010	2.9	70.6
MC-LR	ND	0.046	0.037	0.048	0.038	0.044	0.037	0.042	0.0048	12	83.5
MC-WR	ND	0.034	0.033	0.041	0.029	0.041	0.029	0.035	0.0055	16	69.2
MC-LA	ND	0.041	0.037	0.041	0.036	0.042	0.038	0.039	0.0025	6.4	78.4
MC-LY	ND	0.053	0.046	0.054	0.044	0.056	0.047	0.050	0.0050	9.9	100
MC-LW	ND	0.035	0.032	0.036	0.029	0.037	0.029	0.033	0.0037	11	66.2
MC-LF	ND	0.040	0.036	0.042	0.035	0.041	0.035	0.038	0.0033	8.7	76.3

附表 232 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.195	0.195	0.202	0.215	0.216	0.219	0.207	0.011	5.3	82.8
MC-YR	ND	0.177	0.128	0.167	0.151	0.193	0.141	0.159	0.024	15	63.8
MC-HtyR	ND	0.201	0.194	0.199	0.216	0.223	0.217	0.208	0.012	5.8	83.4
MC-LR	ND	0.198	0.156	0.203	0.173	0.226	0.178	0.189	0.025	13	75.6
MC-WR	ND	0.199	0.127	0.187	0.155	0.204	0.156	0.171	0.030	18	68.5
MC-LA	ND	0.192	0.158	0.187	0.183	0.209	0.185	0.186	0.017	9.0	74.2
MC-LY	ND	0.208	0.165	0.202	0.172	0.222	0.170	0.190	0.024	13	75.8
MC-LW	ND	0.172	0.130	0.172	0.148	0.182	0.142	0.158	0.021	13	63.1
MC-LF	ND	0.195	0.158	0.192	0.182	0.207	0.176	0.185	0.017	9.2	74.0

附表 233 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.24	1.26	1.27	1.54	1.52	1.51	1.39	0.15	10	77.3
MC-YR	ND	1.42	1.15	1.42	1.28	1.63	1.34	1.37	0.16	12	76.3
MC-HtyR	ND	1.11	1.09	1.12	1.45	1.47	1.43	1.28	0.19	15	71.0
MC-LR	ND	1.66	1.33	1.64	1.51	1.81	1.51	1.57	0.16	10	87.4
MC-WR	ND	1.40	1.06	1.50	1.54	1.68	1.47	1.44	0.21	15	80.1
MC-LA	ND	1.37	1.22	1.32	1.38	1.51	1.33	1.35	0.092	6.8	75.2
MC-LY	ND	1.11	0.92	1.06	1.33	1.35	1.22	1.17	0.16	14	64.8
MC-LW	ND	1.27	1.09	1.26	1.16	1.22	1.11	1.19	0.075	6.3	65.9
MC-LF	ND	1.18	1.05	1.13	1.38	1.37	1.34	1.24	0.14	11	69.1

附表 234 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 天津市生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.038	0.039	0.037	0.041	0.040	0.040	0.039	0.0014	3.6	78.2
MC-YR	ND	0.037	0.041	0.039	0.045	0.042	0.043	0.041	0.0029	6.9	82.4
MC-HtyR	ND	0.038	0.040	0.037	0.040	0.039	0.040	0.039	0.0013	3.3	78.0
MC-LR	ND	0.042	0.044	0.038	0.051	0.045	0.042	0.044	0.0041	9.3	87.0
MC-WR	ND	0.029	0.038	0.039	0.045	0.037	0.039	0.038	0.0053	14	75.5
MC-LA	ND	0.043	0.047	0.040	0.046	0.042	0.048	0.044	0.0032	7.3	88.4
MC-LY	ND	0.056	0.061	0.052	0.063	0.052	0.059	0.057	0.0045	7.8	115
MC-LW	ND	0.032	0.045	0.035	0.048	0.038	0.044	0.040	0.0060	15	80.7
MC-LF	ND	0.046	0.049	0.040	0.050	0.040	0.047	0.045	0.0045	10	90.5

附表 235 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 天津市生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.193	0.185	0.211	0.219	0.218	0.222	0.208	0.015	7.4	83.2
MC-YR	ND	0.155	0.156	0.145	0.198	0.168	0.194	0.169	0.022	13	67.6
MC-HtyR	ND	0.198	0.201	0.229	0.229	0.224	0.225	0.218	0.014	6.6	87.0
MC-LR	ND	0.183	0.185	0.185	0.223	0.203	0.226	0.201	0.020	9.9	80.3
MC-WR	ND	0.161	0.166	0.158	0.208	0.182	0.217	0.182	0.025	14	72.8
MC-LA	ND	0.174	0.186	0.193	0.224	0.193	0.217	0.198	0.019	9.7	79.2
MC-LY	ND	0.177	0.213	0.202	0.241	0.191	0.231	0.209	0.024	12	83.7
MC-LW	ND	0.138	0.164	0.150	0.206	0.142	0.199	0.167	0.030	18	66.6
MC-LF	ND	0.170	0.194	0.198	0.223	0.184	0.227	0.199	0.022	11	79.8

附表 236 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 天津市生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.24	1.24	1.25	1.60	1.56	1.51	1.40	0.17	12	77.7
MC-YR	ND	1.28	1.44	1.23	1.27	1.39	1.61	1.37	0.14	10	76.1
MC-HtyR	ND	1.12	1.14	1.13	1.57	1.56	1.49	1.33	0.23	17	74.1
MC-LR	ND	1.51	1.65	1.40	1.70	1.61	1.83	1.62	0.15	9.4	89.8
MC-WR	ND	1.25	1.48	1.15	1.62	1.41	1.84	1.46	0.25	17	81.0
MC-LA	ND	1.22	1.45	1.28	1.63	1.39	1.59	1.43	0.16	12	79.2
MC-LY	ND	0.92	1.18	1.29	1.64	1.30	1.22	1.26	0.23	18	70.0
MC-LW	ND	1.13	1.43	1.01	1.29	1.13	1.47	1.24	0.18	15	69.0
MC-LF	ND	0.97	1.30	1.23	1.49	1.33	1.57	1.31	0.21	16	72.9

附表 237 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 天津市生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.040	0.041	0.040	0.039	0.040	0.040	0.040	0.00064	1.6	79.9
MC-YR	ND	0.035	0.038	0.034	0.035	0.034	0.033	0.035	0.0019	5.4	69.8
MC-HtyR	ND	0.038	0.038	0.038	0.037	0.037	0.037	0.037	0.00051	1.4	74.5
MC-LR	ND	0.036	0.043	0.036	0.037	0.032	0.038	0.037	0.0034	9.2	73.7
MC-WR	ND	0.027	0.032	0.032	0.032	0.030	0.030	0.031	0.0019	6.1	61.0
MC-LA	ND	0.040	0.039	0.038	0.035	0.036	0.035	0.037	0.0022	5.8	74.3
MC-LY	ND	0.047	0.046	0.046	0.043	0.046	0.042	0.045	0.0020	4.4	89.9
MC-LW	ND	0.032	0.029	0.030	0.028	0.030	0.026	0.029	0.0021	7.3	58.3
MC-LF	ND	0.038	0.034	0.035	0.032	0.035	0.030	0.034	0.0029	8.7	67.7

附表 238 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 天津市生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 17 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.226	0.226	0.225	0.199	0.196	0.198	0.211	0.015	7.3	84.6
MC-YR	ND	0.148	0.140	0.137	0.116	0.117	0.112	0.128	0.015	12	51.4
MC-HtyR	ND	0.222	0.221	0.223	0.191	0.191	0.194	0.207	0.016	7.9	82.8
MC-LR	ND	0.172	0.178	0.173	0.147	0.151	0.137	0.160	0.017	11	63.9
MC-WR	ND	0.152	0.144	0.164	0.107	0.121	0.112	0.133	0.023	17	53.3
MC-LA	ND	0.181	0.162	0.180	0.135	0.156	0.136	0.158	0.020	13	63.4
MC-LY	ND	0.168	0.148	0.176	0.131	0.155	0.122	0.150	0.021	14	59.9
MC-LW	ND	0.146	0.103	0.142	0.092	0.118	0.082	0.114	0.026	23	45.6
MC-LF	ND	0.173	0.130	0.171	0.116	0.151	0.109	0.142	0.028	19	56.6

附表 239 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 天津市生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 17 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				



目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.61	1.62	1.62	1.53	1.51	1.53	1.57	0.052	3.3	87.1
MC-YR	ND	1.27	1.37	1.00	1.28	1.05	1.49	1.24	0.19	15	69.0
MC-HtyR	ND	1.47	1.50	1.46	1.46	1.42	1.49	1.47	0.028	1.9	81.5
MC-LR	ND	1.42	1.54	1.29	1.57	1.33	1.66	1.47	0.15	10	81.5
MC-WR	ND	1.17	1.40	1.04	1.52	1.19	1.64	1.33	0.23	17	73.6
MC-LA	ND	1.11	1.13	1.02	1.30	1.18	1.41	1.19	0.14	12	66.3
MC-LY	ND	1.11	1.10	0.98	1.14	1.00	1.37	1.12	0.14	12	62.0
MC-LW	ND	0.976	0.779	0.713	0.978	0.755	1.13	0.889	0.16	19	49.4
MC-LF	ND	1.33	1.12	1.04	1.27	1.08	1.34	1.20	0.13	11	66.4

附表 240 空白低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 海南省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.047	0.044	0.039	0.045	0.041	0.042	0.043	0.0029	6.7	86.0
MC-YR	ND	0.051	0.042	0.044	0.042	0.045	0.051	0.046	0.0042	9.2	91.7
MC-HtyR	ND	0.037	0.044	0.038	0.044	0.035	0.039	0.039	0.0037	9.2	79.0
MC-LR	ND	0.050	0.042	0.048	0.046	0.045	0.050	0.047	0.0031	6.6	94.3
MC-WR	ND	0.046	0.041	0.040	0.036	0.039	0.040	0.040	0.0031	7.8	80.7
MC-LA	ND	0.045	0.044	0.038	0.039	0.044	0.041	0.042	0.0029	7.0	84.0
MC-LY	ND	0.047	0.039	0.043	0.044	0.039	0.042	0.042	0.0031	7.4	84.9
MC-LW	ND	0.046	0.039	0.039	0.037	0.038	0.045	0.041	0.0040	9.8	81.3
MC-LF	ND	0.049	0.040	0.048	0.044	0.040	0.042	0.044	0.0039	8.9	88.0

附表 241 空白中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 海南省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.231	0.231	0.225	0.203	0.203	0.203	0.216	0.015	6.7	86.5
MC-YR	ND	0.226	0.199	0.194	0.200	0.211	0.194	0.204	0.012	6.0	81.6
MC-HtyR	ND	0.231	0.289	0.243	0.244	0.202	0.231	0.240	0.028	12	96.0
MC-LR	ND	0.277	0.263	0.230	0.250	0.263	0.223	0.251	0.021	8.4	100
MC-WR	ND	0.302	0.276	0.273	0.266	0.268	0.221	0.268	0.026	9.8	107
MC-LA	ND	0.208	0.198	0.191	0.165	0.134	0.113	0.168	0.038	23	67.2
MC-LY	ND	0.232	0.282	0.215	0.217	0.163	0.171	0.213	0.043	20	85.4
MC-LW	ND	0.227	0.179	0.189	0.200	0.175	0.178	0.191	0.020	10	76.4
MC-LF	ND	0.236	0.202	0.200	0.197	0.289	0.211	0.223	0.035	16	89.1

附表 242 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 海南省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.46	1.53	1.28	1.57	1.56	1.55	1.49	0.11	7.5	82.9
MC-YR	ND	1.15	1.23	1.13	1.24	1.26	1.24	1.21	0.054	4.5	67.1
MC-HtyR	ND	1.59	1.25	1.15	1.43	1.81	1.39	1.44	0.24	17	79.8
MC-LR	ND	1.35	1.26	1.27	1.44	1.55	1.34	1.37	0.11	8.0	76.0
MC-WR	ND	1.44	1.24	1.29	1.43	1.12	1.34	1.31	0.12	9.2	72.9
MC-LA	ND	1.57	1.50	1.50	1.26	1.63	1.93	1.56	0.22	14	86.8
MC-LY	ND	1.72	1.72	1.52	1.74	1.67	2.19	1.76	0.22	13	97.8
MC-LW	ND	1.67	1.42	1.39	1.30	1.32	1.40	1.42	0.13	9.4	78.7
MC-LF	ND	1.32	1.90	2.53	1.67	2.12	1.94	1.91	0.41	21	106

附表 243 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 海南省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.040	0.041	0.040	0.041	0.044	0.044	0.042	0.0019	4.5	83.3
MC-YR	ND	0.045	0.041	0.042	0.041	0.046	0.039	0.042	0.0027	6.4	84.5
MC-HtyR	ND	0.032	0.032	0.030	0.037	0.026	0.036	0.032	0.0043	13	64.2
MC-LR	ND	0.042	0.050	0.040	0.043	0.047	0.051	0.046	0.0045	9.9	91.1
MC-WR	ND	0.050	0.039	0.036	0.042	0.037	0.040	0.041	0.0048	12	81.3
MC-LA	ND	0.041	0.037	0.040	0.045	0.036	0.039	0.040	0.0029	7.4	79.3
MC-LY	ND	0.029	0.039	0.039	0.030	0.034	0.053	0.037	0.0089	24	74.5
MC-LW	ND	0.031	0.037	0.031	0.035	0.036	0.032	0.034	0.0025	7.4	67.4
MC-LF	ND	0.035	0.040	0.040	0.031	0.034	0.047	0.038	0.0055	15	75.6

附表 244 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.208	0.207	0.199	0.214	0.214	0.210	0.209	0.0055	2.6	83.4
MC-YR	ND	0.165	0.182	0.194	0.192	0.191	0.215	0.190	0.016	8.6	75.9
MC-HtyR	ND	0.207	0.215	0.200	0.268	0.240	0.222	0.225	0.025	11	90.1
MC-LR	ND	0.262	0.221	0.226	0.219	0.221	0.259	0.234	0.020	8.6	93.8
MC-WR	ND	0.229	0.241	0.240	0.289	0.289	0.267	0.259	0.026	10	104
MC-LA	ND	0.187	0.197	0.166	0.153	0.171	0.140	0.169	0.021	13	67.6
MC-LY	ND	0.189	0.139	0.160	0.160	0.161	0.168	0.163	0.016	9.7	65.2
MC-LW	ND	0.137	0.173	0.132	0.146	0.136	0.141	0.144	0.015	10	57.6
MC-LF	ND	0.152	0.173	0.191	0.180	0.155	0.166	0.169	0.015	8.9	67.7

附表 245 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.65	1.52	1.56	1.55	1.57	1.48	1.56	0.059	3.8	86.4
MC-YR	ND	1.64	1.76	1.66	1.75	1.47	1.55	1.64	0.11	7.0	91.0
MC-HtyR	ND	1.46	1.69	1.44	1.58	1.60	1.57	1.56	0.094	6.0	86.5
MC-LR	ND	1.72	1.48	1.64	1.67	1.41	1.49	1.57	0.12	7.9	87.1
MC-WR	ND	1.56	1.49	1.58	1.80	1.56	1.57	1.59	0.11	6.8	88.4
MC-LA	ND	1.64	1.59	1.40	1.88	1.58	1.51	1.60	0.16	10	88.8
MC-LY	ND	1.92	1.48	1.44	1.53	1.94	1.63	1.66	0.22	13	92.0
MC-LW	ND	1.33	1.82	1.64	1.71	1.50	1.57	1.60	0.17	11	88.7
MC-LF	ND	1.97	1.52	1.60	1.51	1.86	1.76	1.70	0.19	11	94.7

附表 246 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 海南省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.040	0.040	0.040	0.043	0.043	0.041	0.041	0.0015	3.6	82.2
MC-YR	ND	0.041	0.041	0.039	0.044	0.043	0.039	0.041	0.0019	4.7	82.0
MC-HtyR	ND	0.029	0.032	0.036	0.029	0.035	0.034	0.032	0.0030	9.1	65.0
MC-LR	ND	0.038	0.035	0.047	0.044	0.043	0.040	0.041	0.0042	10	82.6
MC-WR	ND	0.041	0.028	0.032	0.037	0.035	0.042	0.036	0.0054	15	71.7
MC-LA	ND	0.037	0.042	0.032	0.043	0.039	0.040	0.039	0.0039	10	77.6
MC-LY	ND	0.042	0.030	0.038	0.036	0.031	0.037	0.036	0.0043	12	71.1
MC-LW	ND	0.038	0.041	0.039	0.030	0.038	0.034	0.037	0.0038	10	73.3
MC-LF	ND	0.022	0.039	0.038	0.032	0.036	0.027	0.032	0.0066	21	64.2

附表 247 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 海南省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.202	0.188	0.202	0.230	0.220	0.220	0.210	0.015	7.4	84.1
MC-YR	ND	0.193	0.166	0.177	0.182	0.250	0.178	0.191	0.030	16	76.4
MC-HtyR	ND	0.239	0.184	0.226	0.212	0.229	0.228	0.220	0.019	8.9	87.9
MC-LR	ND	0.228	0.225	0.219	0.219	0.210	0.230	0.222	0.0071	3.2	88.8
MC-WR	ND	0.222	0.250	0.211	0.247	0.201	0.310	0.240	0.039	16	96.1
MC-LA	ND	0.136	0.186	0.144	0.159	0.140	0.203	0.161	0.027	17	64.5
MC-LY	ND	0.176	0.192	0.190	0.209	0.204	0.212	0.197	0.014	6.9	78.9
MC-LW	ND	0.141	0.123	0.138	0.185	0.142	0.164	0.149	0.022	15	59.5
MC-LF	ND	0.211	0.150	0.178	0.160	0.155	0.157	0.168	0.023	14	67.4

附表 248 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 海南省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.27	1.24	1.21	1.36	1.47	1.54	1.35	0.13	9.9	75.0
MC-YR	ND	1.31	1.27	1.17	1.25	1.31	1.46	1.29	0.094	7.3	71.9
MC-HtyR	ND	1.10	1.09	1.01	1.49	1.36	1.32	1.23	0.19	15	68.3
MC-LR	ND	1.48	1.29	1.22	1.39	1.46	1.46	1.38	0.11	7.7	76.8
MC-WR	ND	1.23	1.41	1.30	1.26	1.57	1.63	1.40	0.16	12	77.9
MC-LA	ND	1.47	1.56	1.81	1.65	1.24	1.50	1.54	0.19	12	85.5
MC-LY	ND	1.20	1.47	0.93	1.60	1.27	1.75	1.37	0.30	22	76.1
MC-LW	ND	1.23	1.16	1.12	1.63	1.40	1.16	1.28	0.20	15	71.3
MC-LF	ND	1.27	1.29	1.55	1.26	1.40	1.43	1.37	0.11	8.4	75.9

附表 249 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 海南省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.042	0.043	0.044	0.042	0.044	0.042	0.043	0.0010	2.3	86.3
MC-YR	ND	0.048	0.045	0.044	0.038	0.040	0.046	0.043	0.0038	8.7	86.8
MC-HtyR	ND	0.033	0.038	0.036	0.032	0.036	0.044	0.037	0.0044	12	73.0
MC-LR	ND	0.045	0.046	0.044	0.046	0.048	0.049	0.046	0.0016	3.5	92.4
MC-WR	ND	0.042	0.043	0.039	0.045	0.047	0.047	0.044	0.0031	7.0	87.4
MC-LA	ND	0.040	0.038	0.041	0.035	0.043	0.040	0.040	0.0025	6.4	79.1
MC-LY	ND	0.028	0.032	0.033	0.028	0.030	0.036	0.031	0.0029	9.2	62.4
MC-LW	ND	0.029	0.033	0.031	0.030	0.033	0.032	0.031	0.0016	5.0	62.8
MC-LF	ND	0.040	0.030	0.032	0.033	0.034	0.041	0.035	0.0044	13	70.2

附表 250 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.234	0.232	0.235	0.204	0.206	0.204	0.219	0.016	7.2	87.7
MC-YR	ND	0.254	0.204	0.214	0.215	0.212	0.228	0.221	0.018	8.1	88.5
MC-HtyR	ND	0.211	0.212	0.256	0.198	0.204	0.205	0.214	0.021	9.8	85.7
MC-LR	ND	0.249	0.257	0.252	0.238	0.251	0.245	0.249	0.0065	2.6	99.4
MC-WR	ND	0.255	0.269	0.208	0.258	0.234	0.243	0.244	0.022	8.9	97.8
MC-LA	ND	0.158	0.192	0.177	0.182	0.172	0.162	0.174	0.013	7.3	69.5
MC-LY	ND	0.167	0.207	0.227	0.175	0.165	0.183	0.187	0.025	13	75.0
MC-LW	ND	0.145	0.211	0.168	0.147	0.147	0.152	0.162	0.026	16	64.7
MC-LF	ND	0.149	0.184	0.153	0.193	0.148	0.164	0.165	0.019	12	66.1

附表 251 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.63	1.60	1.55	1.50	1.76	1.63	1.61	0.088	5.5	89.6
MC-YR	ND	1.64	1.50	1.46	1.61	1.50	1.66	1.56	0.084	5.4	86.7
MC-HtyR	ND	1.74	1.65	1.40	1.46	1.49	1.48	1.54	0.13	8.5	85.3
MC-LR	ND	1.62	1.64	1.50	1.56	1.61	1.72	1.61	0.074	4.6	89.3
MC-WR	ND	1.49	1.49	1.35	1.63	1.64	1.64	1.54	0.12	7.5	85.5
MC-LA	ND	1.45	1.46	1.57	1.52	1.53	1.59	1.52	0.056	3.7	84.5
MC-LY	ND	1.57	1.62	1.61	1.64	1.73	1.94	1.69	0.14	8.1	93.7
MC-LW	ND	1.76	1.50	1.79	1.53	1.41	1.85	1.64	0.18	11	91.1
MC-LF	ND	1.51	1.51	1.93	1.45	1.36	1.43	1.53	0.20	13	85.0

### 3.1.2.3 采用环孢菌素-A, $^{13}\text{C}_2$ , $\text{d}_4$ 为内标定量的精密度与正确度数据

6家验证实验室采用统一实际样品,样品类型包括空白样品、地表水、地下水和海水。由于实际样品均未检出,因此采取实际样品基体加标进行验证,空白样品、地下水、地表水和海水样品加标浓度均  $0.05\mu\text{g/L}$ 、 $0.25\mu\text{g/L}$  和  $1.80\mu\text{g/L}$ 。按全程序每个样品平行测定6次,分别计算各浓度样品测定的平均值、标准偏差、相对标准偏差、加标回收率等参数,测定结果见附表 252-附表 323。

附表 252 空白低浓度加标样品 ( $0.05\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 浙江省生态环境监测中心

验证时间: 2022年8月26日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标准 偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.038	0.040	0.042	0.043	0.046	0.045	0.043	0.0030	7.1	85.1
MC-YR	ND	0.037	0.040	0.042	0.039	0.046	0.043	0.041	0.0031	7.5	82.5
MC-HtyR	ND	0.046	0.044	0.042	0.039	0.048	0.040	0.043	0.0035	8.2	86.3
MC-LR	ND	0.035	0.036	0.033	0.032	0.038	0.033	0.034	0.0022	6.3	68.8
MC-WR	ND	0.034	0.040	0.031	0.042	0.033	0.035	0.036	0.0041	12	71.5
MC-LA	ND	0.039	0.037	0.035	0.044	0.045	0.043	0.040	0.0039	9.6	80.8
MC-LY	ND	0.031	0.032	0.038	0.040	0.041	0.036	0.036	0.0041	11	72.7
MC-LW	ND	0.038	0.034	0.030	0.033	0.035	0.029	0.033	0.0034	10	65.9
MC-LF	ND	0.046	0.042	0.044	0.045	0.051	0.047	0.046	0.0032	6.9	91.7

附表 253 空白中浓度加标样品 ( $0.25\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.241	0.240	0.237	0.214	0.216	0.216	0.227	0.013	5.8	90.9
MC-YR	ND	0.244	0.256	0.223	0.233	0.200	0.198	0.226	0.023	10	90.3
MC-HtyR	ND	0.217	0.208	0.212	0.185	0.187	0.189	0.200	0.014	7.1	79.9
MC-LR	ND	0.247	0.249	0.245	0.214	0.212	0.207	0.229	0.020	8.8	91.6
MC-WR	ND	0.252	0.187	0.221	0.190	0.227	0.251	0.221	0.028	13	88.6
MC-LA	ND	0.238	0.253	0.261	0.244	0.297	0.247	0.257	0.021	8.4	103
MC-LY	ND	0.235	0.205	0.187	0.228	0.231	0.195	0.214	0.020	9.6	85.4
MC-LW	ND	0.180	0.169	0.177	0.172	0.217	0.197	0.185	0.018	9.9	74.1
MC-LF	ND	0.278	0.279	0.212	0.197	0.177	0.230	0.229	0.042	18	91.6

附表 254 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.20	1.24	1.24	1.47	1.49	1.49	1.36	0.14	11	75.3
MC-YR	ND	1.45	1.56	1.55	1.65	1.65	1.47	1.56	0.086	5.6	86.4
MC-HtyR	ND	1.34	1.28	1.35	1.65	1.62	1.57	1.47	0.16	11	81.7
MC-LR	ND	1.60	1.60	1.59	1.88	1.87	1.90	1.74	0.16	8.9	96.7
MC-WR	ND	1.32	1.45	1.33	1.64	1.86	1.28	1.48	0.23	15	82.2
MC-LA	ND	1.52	1.20	1.19	1.17	1.29	1.33	1.28	0.13	10	71.4
MC-LY	ND	1.56	1.80	1.37	1.52	1.98	1.51	1.62	0.23	14	90.1
MC-LW	ND	1.42	1.51	1.53	1.41	1.42	1.30	1.43	0.082	5.8	79.5
MC-LF	ND	1.42	1.81	1.13	1.23	1.60	1.52	1.45	0.25	17	80.7

附表 255 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日



目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.041	0.040	0.040	0.040	0.041	0.040	0.040	0.00066	1.6	80.9
MC-YR	ND	0.046	0.031	0.040	0.039	0.036	0.039	0.038	0.0049	13	77.0
MC-HtyR	ND	0.033	0.058	0.037	0.037	0.030	0.038	0.039	0.010	26	77.7
MC-LR	ND	0.044	0.042	0.043	0.043	0.044	0.043	0.043	0.00067	1.6	86.0
MC-WR	ND	0.039	0.037	0.038	0.046	0.045	0.044	0.041	0.0040	9.7	83.0
MC-LA	ND	0.027	0.031	0.029	0.034	0.041	0.038	0.033	0.0053	16	66.5
MC-LY	ND	0.033	0.039	0.040	0.042	0.033	0.040	0.038	0.0038	10	75.5
MC-LW	ND	0.036	0.028	0.038	0.033	0.031	0.036	0.034	0.0039	12	67.3
MC-LF	ND	0.042	0.038	0.036	0.032	0.044	0.053	0.041	0.0076	19	81.4

附表 256 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.210	0.215	0.220	0.225	0.230	0.235	0.222	0.0094	4.2	88.8
MC-YR	ND	0.184	0.229	0.189	0.206	0.197	0.184	0.198	0.017	8.7	79.2
MC-HtyR	ND	0.171	0.169	0.188	0.188	0.184	0.188	0.181	0.0088	4.9	72.5
MC-LR	ND	0.208	0.201	0.214	0.213	0.222	0.217	0.212	0.0072	3.4	85.0
MC-WR	ND	0.169	0.171	0.181	0.187	0.222	0.204	0.189	0.020	11	75.6
MC-LA	ND	0.224	0.197	0.196	0.221	0.270	0.240	0.225	0.028	12	89.9
MC-LY	ND	0.171	0.208	0.142	0.154	0.179	0.207	0.177	0.027	15	70.8
MC-LW	ND	0.164	0.170	0.154	0.157	0.168	0.166	0.163	0.0064	3.9	65.4
MC-LF	ND	0.216	0.184	0.200	0.228	0.264	0.223	0.219	0.027	12	87.8

附表 257 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.27	1.27	1.27	1.46	1.46	1.45	1.36	0.10	7.5	75.8
MC-YR	ND	1.66	1.65	1.64	1.66	1.88	1.69	1.70	0.092	5.4	94.3
MC-HtyR	ND	1.34	1.28	1.30	1.48	1.51	1.48	1.40	0.10	7.3	77.7
MC-LR	ND	1.59	1.50	1.54	1.83	1.85	1.79	1.68	0.16	9.3	93.5
MC-WR	ND	1.42	1.34	1.37	1.68	1.60	1.74	1.52	0.17	11	84.7
MC-LA	ND	1.13	1.26	1.02	1.60	1.67	1.36	1.34	0.26	19	74.4
MC-LY	ND	1.42	1.08	1.28	1.37	1.86	1.60	1.43	0.27	19	79.7
MC-LW	ND	1.40	1.04	1.15	1.17	1.58	1.40	1.29	0.20	16	71.8
MC-LF	ND	1.68	1.27	1.43	1.57	1.73	1.63	1.55	0.17	11	86.3

附表 258 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位：浙江省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.040	0.041	0.034	0.044	0.044	0.043	0.041	0.0038	9.3	82.0
MC-YR	ND	0.038	0.032	0.037	0.047	0.038	0.041	0.039	0.0050	13	77.4
MC-HtyR	ND	0.034	0.039	0.031	0.041	0.040	0.035	0.037	0.0040	11	73.6
MC-LR	ND	0.043	0.044	0.059	0.044	0.045	0.045	0.047	0.0063	14	93.1
MC-WR	ND	0.044	0.034	0.037	0.038	0.031	0.043	0.038	0.0050	13	75.3
MC-LA	ND	0.046	0.050	0.028	0.039	0.036	0.039	0.040	0.0077	19	79.6
MC-LY	ND	0.037	0.035	0.024	0.040	0.035	0.040	0.035	0.0057	16	70.4
MC-LW	ND	0.032	0.038	0.028	0.038	0.038	0.040	0.036	0.0046	13	71.4
MC-LF	ND	0.033	0.052	0.037	0.039	0.038	0.042	0.040	0.0065	16	80.3

附表 259 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位：浙江省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.209	0.209	0.204	0.226	0.228	0.228	0.217	0.011	5.2	86.8
MC-YR	ND	0.221	0.202	0.207	0.225	0.233	0.240	0.221	0.015	6.7	88.5
MC-HtyR	ND	0.188	0.183	0.189	0.207	0.204	0.218	0.198	0.014	6.9	79.3
MC-LR	ND	0.198	0.209	0.197	0.221	0.230	0.226	0.214	0.014	6.7	85.4
MC-WR	ND	0.227	0.260	0.224	0.203	0.233	0.279	0.238	0.027	12	95.0
MC-LA	ND	0.209	0.193	0.226	0.194	0.271	0.205	0.216	0.029	13	86.5
MC-LY	ND	0.219	0.227	0.177	0.200	0.250	0.206	0.213	0.025	12	85.2
MC-LW	ND	0.179	0.128	0.168	0.180	0.184	0.207	0.174	0.026	15	69.7
MC-LF	ND	0.183	0.229	0.164	0.270	0.226	0.229	0.217	0.037	17	86.7

附表 260 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 浙江省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.20	1.23	1.21	1.44	1.42	1.41	1.32	0.12	8.9	73.1
MC-YR	ND	1.58	1.58	1.63	1.77	1.69	1.80	1.67	0.096	5.7	93.0
MC-HtyR	ND	1.40	1.30	1.34	1.51	1.46	1.43	1.41	0.077	5.5	78.1
MC-LR	ND	1.34	1.36	1.37	1.78	1.69	1.73	1.55	0.21	14	85.9
MC-WR	ND	1.61	1.59	1.39	1.89	1.37	1.75	1.60	0.20	13	88.9
MC-LA	ND	1.29	1.03	1.11	1.60	1.21	1.21	1.24	0.20	16	69.0
MC-LY	ND	1.74	1.40	1.85	1.60	1.30	1.83	1.62	0.23	14	89.9
MC-LW	ND	0.924	1.17	1.00	1.19	1.67	1.67	1.27	0.32	26	70.6
MC-LF	ND	1.32	1.38	1.91	1.70	1.12	1.48	1.48	0.28	19	82.5

附表 261 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 浙江省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.044	0.046	0.045	0.044	0.044	0.045	0.00087	1.9	89.6	
MC-YR	ND	0.037	0.041	0.042	0.047	0.036	0.041	0.0038	9.3	81.1	
MC-HtyR	ND	0.036	0.036	0.037	0.042	0.039	0.034	0.037	0.0028	7.5	74.8
MC-LR	ND	0.046	0.048	0.046	0.045	0.047	0.046	0.046	0.0010	2.2	92.1
MC-WR	ND	0.036	0.041	0.036	0.031	0.032	0.040	0.036	0.0040	11	72.1
MC-LA	ND	0.033	0.036	0.036	0.042	0.045	0.042	0.039	0.0046	12	77.5
MC-LY	ND	0.045	0.038	0.039	0.036	0.034	0.036	0.038	0.0038	10	75.9
MC-LW	ND	0.036	0.039	0.030	0.033	0.040	0.037	0.036	0.0040	11	71.6
MC-LF	ND	0.042	0.035	0.036	0.029	0.036	0.032	0.035	0.0042	12	70.0

附表 262 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.240	0.239	0.240	0.230	0.235	0.234	0.236	0.0038	1.6	94.5
MC-YR	ND	0.261	0.224	0.216	0.210	0.254	0.232	0.233	0.021	8.9	93.0
MC-HtyR	ND	0.195	0.211	0.209	0.193	0.195	0.193	0.199	0.0084	4.2	79.7
MC-LR	ND	0.252	0.250	0.241	0.234	0.241	0.246	0.244	0.0066	2.7	97.5
MC-WR	ND	0.252	0.215	0.247	0.262	0.223	0.208	0.235	0.022	9.5	93.8
MC-LA	ND	0.247	0.220	0.220	0.232	0.253	0.229	0.234	0.014	6.0	93.5
MC-LY	ND	0.169	0.250	0.187	0.227	0.231	0.205	0.212	0.030	14	84.6
MC-LW	ND	0.182	0.180	0.208	0.194	0.192	0.183	0.190	0.010	5.5	76.0
MC-LF	ND	0.190	0.239	0.270	0.222	0.254	0.236	0.235	0.028	12	94.0

附表 263 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 浙江省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 26 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.55	1.52	1.51	1.47	1.47	1.24	1.46	0.11	7.7	81.1
MC-YR	ND	1.83	1.73	1.72	1.64	2.05	1.46	1.74	0.20	11	96.6
MC-HtyR	ND	1.50	1.45	1.48	1.44	1.44	1.41	1.45	0.034	2.3	80.7
MC-LR	ND	1.95	1.91	1.89	1.87	1.94	1.49	1.84	0.18	9.6	102
MC-WR	ND	1.58	1.53	1.58	1.66	1.73	1.51	1.60	0.085	5.3	88.7
MC-LA	ND	1.39	1.16	1.19	1.57	1.65	1.14	1.35	0.22	16	75.0
MC-LY	ND	1.55	1.23	1.56	1.56	1.56	1.22	1.44	0.17	12	80.3
MC-LW	ND	1.59	1.51	1.42	1.30	1.76	0.97	1.43	0.27	19	79.3
MC-LF	ND	1.37	1.25	1.56	1.62	1.14	1.30	1.37	0.19	14	76.3

附表 264 空白低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.037	0.042	0.042	0.038	0.045	0.037	0.040	0.0034	8.5	80.2
MC-YR	ND	0.048	0.051	0.049	0.045	0.043	0.042	0.046	0.0032	7.0	92.8
MC-HtyR	ND	0.046	0.048	0.045	0.050	0.042	0.051	0.047	0.0034	7.2	93.7
MC-LR	ND	0.045	0.050	0.048	0.048	0.042	0.043	0.046	0.0033	7.1	91.9
MC-WR	ND	0.041	0.048	0.046	0.045	0.041	0.047	0.045	0.0029	6.6	89.2
MC-LA	ND	0.044	0.045	0.038	0.044	0.045	0.039	0.043	0.0031	7.4	85.2
MC-LY	ND	0.043	0.043	0.039	0.044	0.039	0.049	0.043	0.0035	8.1	85.4
MC-LW	ND	0.039	0.042	0.039	0.035	0.045	0.042	0.040	0.0034	8.5	80.5
MC-LF	ND	0.036	0.041	0.043	0.045	0.044	0.037	0.041	0.0038	9.2	82.0

附表 265 空白中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.196	0.187	0.201	0.228	0.221	0.204	0.206	0.015	7.5	82.5
MC-YR	ND	0.210	0.209	0.209	0.234	0.223	0.232	0.220	0.012	5.3	87.8
MC-HtyR	ND	0.203	0.195	0.194	0.221	0.228	0.207	0.208	0.014	6.7	83.3
MC-LR	ND	0.220	0.198	0.191	0.222	0.226	0.222	0.213	0.015	6.8	85.2
MC-WR	ND	0.207	0.205	0.207	0.236	0.238	0.231	0.221	0.016	7.1	88.3
MC-LA	ND	0.239	0.242	0.245	0.273	0.276	0.269	0.257	0.017	6.6	103
MC-LY	ND	0.216	0.192	0.213	0.228	0.237	0.233	0.220	0.017	7.5	87.9
MC-LW	ND	0.175	0.188	0.193	0.220	0.219	0.202	0.200	0.018	8.9	79.9
MC-LF	ND	0.233	0.227	0.229	0.257	0.259	0.266	0.245	0.017	7.1	98.0

附表 266 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.09	1.07	1.05	1.24	1.28	1.22	1.16	0.10	8.6	64.4
MC-YR	ND	1.05	1.03	1.07	1.24	1.28	1.26	1.15	0.12	10	64.2
MC-HtyR	ND	1.09	1.06	1.05	1.24	1.27	1.23	1.16	0.10	8.8	64.3
MC-LR	ND	1.06	1.03	1.04	1.22	1.20	1.21	1.13	0.093	8.3	62.5
MC-WR	ND	1.09	1.05	1.05	1.22	1.26	1.22	1.15	0.096	8.4	63.8
MC-LA	ND	1.34	1.32	1.33	1.53	1.60	1.62	1.46	0.14	9.7	80.9
MC-LY	ND	1.14	1.06	1.04	1.25	1.09	1.19	1.13	0.083	7.4	62.6
MC-LW	ND	1.06	1.00	1.02	1.29	1.24	1.26	1.14	0.13	12	63.5
MC-LF	ND	1.22	1.23	1.21	1.37	1.46	1.44	1.32	0.12	8.9	73.5

附表 267 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.047	0.046	0.046	0.046	0.050	0.046	0.047	0.0017	3.5	94.0
MC-YR	ND	0.042	0.033	0.046	0.038	0.045	0.041	0.041	0.0045	11	81.7
MC-HtyR	ND	0.041	0.039	0.046	0.044	0.043	0.046	0.043	0.0028	6.5	86.3
MC-LR	ND	0.053	0.054	0.052	0.055	0.053	0.051	0.053	0.0014	2.6	106
MC-WR	ND	0.036	0.038	0.039	0.047	0.037	0.044	0.040	0.0043	11	80.1
MC-LA	ND	0.033	0.040	0.032	0.042	0.032	0.038	0.036	0.0042	12	72.3
MC-LY	ND	0.037	0.043	0.046	0.045	0.040	0.036	0.041	0.0042	10	82.1
MC-LW	ND	0.048	0.048	0.046	0.048	0.049	0.047	0.048	0.00092	1.9	95.3
MC-LF	ND	0.038	0.044	0.040	0.042	0.038	0.039	0.040	0.0022	5.6	80.2

附表 268 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.221	0.223	0.218	0.221	0.212	0.221	0.219	0.0040	1.8	87.7
MC-YR	ND	0.229	0.235	0.225	0.241	0.222	0.231	0.230	0.0068	3.0	92.2
MC-HtyR	ND	0.216	0.226	0.220	0.227	0.227	0.222	0.223	0.0044	2.0	89.2
MC-LR	ND	0.221	0.229	0.219	0.238	0.216	0.228	0.225	0.0081	3.6	90.1
MC-WR	ND	0.225	0.226	0.224	0.228	0.227	0.230	0.227	0.0020	0.87	90.8
MC-LA	ND	0.243	0.245	0.241	0.264	0.248	0.248	0.248	0.0084	3.4	99.3
MC-LY	ND	0.242	0.250	0.211	0.258	0.242	0.265	0.245	0.019	7.7	97.8
MC-LW	ND	0.215	0.218	0.202	0.223	0.196	0.215	0.212	0.010	4.9	84.7
MC-LF	ND	0.239	0.236	0.231	0.193	0.230	0.235	0.227	0.017	7.5	91.0

附表 269 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.25	1.29	1.29	1.21	1.10	1.15	1.21	0.078	6.5	67.5
MC-YR	ND	1.28	1.29	1.30	1.19	1.17	1.24	1.25	0.057	4.6	69.2
MC-HtyR	ND	1.22	1.25	1.24	1.18	1.13	1.19	1.20	0.045	3.7	66.7
MC-LR	ND	1.23	1.26	1.22	1.17	1.13	1.20	1.20	0.047	3.9	66.9
MC-WR	ND	1.27	1.24	1.30	1.19	1.13	1.21	1.22	0.059	4.8	68.0
MC-LA	ND	1.48	1.47	1.46	1.50	1.48	1.36	1.46	0.049	3.3	81.0
MC-LY	ND	1.35	1.45	1.31	1.20	1.10	1.24	1.27	0.12	9.5	70.8
MC-LW	ND	1.30	1.29	1.34	1.14	1.15	1.20	1.24	0.082	6.7	68.7
MC-LF	ND	1.33	1.33	1.32	1.25	1.20	1.24	1.28	0.055	4.3	71.0

附表 270 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.045	0.047	0.045	0.049	0.050	0.046	0.047	0.0019	4.2	93.9
MC-YR	ND	0.049	0.051	0.052	0.053	0.056	0.055	0.053	0.0029	5.5	106
MC-HtyR	ND	0.036	0.046	0.042	0.038	0.046	0.044	0.042	0.0043	10	83.8
MC-LR	ND	0.051	0.052	0.052	0.054	0.055	0.056	0.053	0.0018	3.3	107
MC-WR	ND	0.047	0.045	0.041	0.047	0.036	0.043	0.043	0.0043	10	86.2
MC-LA	ND	0.034	0.039	0.032	0.042	0.034	0.039	0.037	0.0038	10	73.4
MC-LY	ND	0.033	0.040	0.033	0.038	0.039	0.035	0.036	0.0031	8.5	72.4
MC-LW	ND	0.042	0.049	0.046	0.050	0.051	0.051	0.048	0.0035	7.2	96.4
MC-LF	ND	0.040	0.040	0.035	0.040	0.044	0.038	0.039	0.0029	7.5	78.7

附表 271 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				



目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.235	0.217	0.234	0.212	0.218	0.214	0.222	0.010	4.6	88.7
MC-YR	ND	0.242	0.245	0.259	0.225	0.228	0.229	0.238	0.013	5.4	95.2
MC-HtyR	ND	0.242	0.228	0.244	0.210	0.213	0.222	0.227	0.014	6.3	90.6
MC-LR	ND	0.249	0.239	0.250	0.220	0.220	0.220	0.233	0.015	6.3	93.2
MC-WR	ND	0.241	0.233	0.245	0.208	0.210	0.223	0.227	0.016	6.9	90.6
MC-LA	ND	0.279	0.270	0.271	0.242	0.233	0.240	0.256	0.020	7.6	102
MC-LY	ND	0.259	0.257	0.269	0.251	0.245	0.251	0.255	0.0083	3.3	102
MC-LW	ND	0.237	0.231	0.239	0.215	0.190	0.186	0.216	0.023	11	86.5
MC-LF	ND	0.259	0.249	0.261	0.238	0.231	0.230	0.245	0.014	5.6	98.0

附表 272 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.16	1.15	1.18	1.31	1.27	1.29	1.23	0.072	5.9	68.2
MC-YR	ND	1.05	1.22	1.20	1.40	1.30	1.40	1.26	0.13	10	70.2
MC-HtyR	ND	1.17	1.14	1.25	1.38	1.32	1.38	1.27	0.10	8.2	70.6
MC-LR	ND	1.16	1.19	1.18	1.32	1.31	1.30	1.24	0.073	5.9	69.0
MC-WR	ND	1.13	1.17	1.20	1.32	1.29	1.28	1.23	0.073	6.0	68.4
MC-LA	ND	1.33	1.33	1.37	1.55	1.47	1.46	1.42	0.092	6.5	78.8
MC-LY	ND	1.16	1.35	1.31	1.51	1.43	1.39	1.36	0.12	8.9	75.5
MC-LW	ND	1.13	1.19	1.17	1.39	1.32	1.39	1.27	0.12	9.2	70.4
MC-LF	ND	1.22	1.19	1.26	1.38	1.29	1.34	1.28	0.072	5.7	71.2

附表 273 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.044	0.048	0.049	0.049	0.050	0.048	0.048	0.0018	3.8	95.7
MC-YR	ND	0.046	0.041	0.037	0.042	0.045	0.037	0.041	0.0039	9.4	82.6
MC-HtyR	ND	0.052	0.053	0.053	0.054	0.056	0.056	0.054	0.0016	2.9	108
MC-LR	ND	0.042	0.041	0.042	0.040	0.042	0.046	0.042	0.0021	4.9	84.4
MC-WR	ND	0.053	0.055	0.054	0.057	0.054	0.054	0.055	0.0015	2.7	109
MC-LA	ND	0.036	0.033	0.042	0.045	0.038	0.040	0.039	0.0042	11	78.1
MC-LY	ND	0.051	0.060	0.064	0.058	0.066	0.064	0.060	0.0056	9.3	121
MC-LW	ND	0.050	0.051	0.049	0.050	0.051	0.050	0.050	0.00088	1.7	100
MC-LF	ND	0.039	0.043	0.050	0.039	0.048	0.043	0.044	0.0045	10	87.1

附表 274 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.244	0.246	0.268	0.242	0.220	0.232	0.242	0.016	6.6	96.8
MC-YR	ND	0.269	0.258	0.286	0.253	0.243	0.258	0.261	0.015	5.6	105
MC-HtyR	ND	0.249	0.252	0.274	0.247	0.233	0.252	0.251	0.013	5.2	100
MC-LR	ND	0.252	0.263	0.277	0.243	0.235	0.247	0.253	0.015	5.9	101
MC-WR	ND	0.263	0.279	0.278	0.261	0.235	0.254	0.262	0.016	6.3	105
MC-LA	ND	0.281	0.290	0.304	0.281	0.268	0.280	0.284	0.012	4.2	114
MC-LY	ND	0.279	0.248	0.301	0.262	0.249	0.276	0.269	0.020	7.6	108
MC-LW	ND	0.248	0.241	0.268	0.237	0.217	0.248	0.243	0.017	6.9	97.3
MC-LF	ND	0.196	0.228	0.195	0.268	0.211	0.209	0.218	0.027	13	87.2

附表 275 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 江苏环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 12 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.33	1.32	1.29	1.37	1.41	1.38	1.35	0.043	3.2	75.0
MC-YR	ND	1.35	1.35	1.32	1.39	1.40	1.44	1.37	0.043	3.1	76.3
MC-HtyR	ND	1.32	1.32	1.23	1.39	1.37	1.37	1.33	0.059	4.4	74.1
MC-LR	ND	1.34	1.33	1.26	1.33	1.36	1.36	1.33	0.039	2.9	73.9
MC-WR	ND	1.26	1.34	1.31	1.36	1.38	1.40	1.34	0.048	3.6	74.5
MC-LA	ND	1.51	1.50	1.51	1.59	1.64	1.58	1.55	0.055	3.5	86.3
MC-LY	ND	1.35	1.45	1.43	1.46	1.41	1.45	1.42	0.040	2.8	79.1
MC-LW	ND	1.37	1.37	1.30	1.34	1.42	1.43	1.37	0.049	3.6	76.2
MC-LF	ND	1.37	1.37	1.38	1.42	1.41	1.47	1.40	0.039	2.8	78.0

附表 276 空白低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.036	0.037	0.037	0.033	0.039	0.033	0.036	0.0025	7.0	71.5
MC-YR	ND	0.038	0.040	0.036	0.038	0.042	0.034	0.038	0.0031	8.1	75.9
MC-HtyR	ND	0.034	0.038	0.040	0.036	0.035	0.041	0.037	0.0026	6.9	74.9
MC-LR	ND	0.036	0.037	0.034	0.037	0.034	0.039	0.036	0.0020	5.6	72.4
MC-WR	ND	0.041	0.042	0.038	0.040	0.035	0.036	0.039	0.0027	7.0	77.2
MC-LA	ND	0.035	0.041	0.037	0.037	0.040	0.040	0.038	0.0026	6.7	76.6
MC-LY	ND	0.040	0.035	0.038	0.037	0.037	0.042	0.038	0.0025	6.5	76.4
MC-LW	ND	0.034	0.035	0.040	0.034	0.038	0.040	0.037	0.0029	7.8	73.5
MC-LF	ND	0.036	0.040	0.035	0.034	0.038	0.036	0.036	0.0022	6.1	73

附表 277 空白中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.245	0.245	0.249	0.215	0.218	0.247	0.236	0.016	6.6	94.6
MC-YR	ND	0.250	0.247	0.258	0.214	0.220	0.235	0.237	0.018	7.4	94.9
MC-HtyR	ND	0.231	0.231	0.236	0.199	0.203	0.217	0.220	0.016	7.2	87.8
MC-LR	ND	0.235	0.235	0.238	0.195	0.201	0.216	0.220	0.019	8.5	88.0
MC-WR	ND	0.251	0.256	0.260	0.219	0.222	0.249	0.243	0.018	7.3	97.2
MC-LA	ND	0.238	0.240	0.255	0.220	0.221	0.245	0.237	0.014	5.9	94.6
MC-LY	ND	0.252	0.262	0.261	0.215	0.219	0.246	0.242	0.021	8.5	96.9
MC-LW	ND	0.237	0.251	0.249	0.207	0.211	0.239	0.232	0.019	8.2	92.9
MC-LF	ND	0.237	0.237	0.243	0.201	0.206	0.226	0.225	0.018	7.8	90.0

附表 278 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.43	1.57	1.52	1.90	1.81	1.84	1.68	0.20	12	93.2
MC-YR	ND	1.29	1.46	1.45	1.70	1.54	1.64	1.51	0.15	9.7	84.0
MC-HtyR	ND	1.24	1.37	1.34	1.67	1.50	1.58	1.45	0.16	11	80.5
MC-LR	ND	1.26	1.42	1.40	1.67	1.52	1.61	1.48	0.15	10	82.1
MC-WR	ND	1.29	1.44	1.42	1.55	1.42	1.50	1.44	0.090	6.2	79.9
MC-LA	ND	1.55	1.76	1.77	1.83	1.71	1.80	1.74	0.10	5.7	96.6
MC-LY	ND	1.37	1.53	1.52	1.78	1.64	1.71	1.59	0.15	9.4	88.4
MC-LW	ND	1.31	1.45	1.47	1.53	1.42	1.52	1.45	0.080	5.5	80.5
MC-LF	ND	1.40	1.59	1.59	1.89	1.74	1.84	1.68	0.18	11	93.1

附表 279 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.033	0.031	0.032	0.032	0.030	0.031	0.031	0.00083	2.6	62.7
MC-YR	ND	0.036	0.034	0.037	0.033	0.033	0.035	0.035	0.0017	4.9	69.6
MC-HtyR	ND	0.033	0.030	0.032	0.033	0.032	0.034	0.032	0.0014	4.4	64.4
MC-LR	ND	0.032	0.029	0.030	0.033	0.027	0.032	0.031	0.0023	7.6	61.2
MC-WR	ND	0.036	0.034	0.035	0.034	0.032	0.035	0.034	0.0014	4.2	68.7
MC-LA	ND	0.034	0.031	0.032	0.031	0.029	0.029	0.031	0.0020	6.4	61.9
MC-LY	ND	0.041	0.042	0.040	0.038	0.037	0.043	0.040	0.0022	5.5	80.1
MC-LW	ND	0.039	0.037	0.036	0.039	0.036	0.039	0.038	0.0015	4.0	75.5
MC-LF	ND	0.034	0.032	0.031	0.031	0.029	0.032	0.031	0.0017	5.5	62.5

附表 280 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.168	0.159	0.169	0.197	0.198	0.179	0.178	0.016	9.0	71.3
MC-YR	ND	0.196	0.178	0.178	0.217	0.210	0.202	0.197	0.016	8.2	78.8
MC-HtyR	ND	0.178	0.161	0.169	0.202	0.200	0.193	0.184	0.017	9.3	73.6
MC-LR	ND	0.175	0.163	0.163	0.199	0.194	0.188	0.181	0.016	8.7	72.2
MC-WR	ND	0.196	0.183	0.184	0.219	0.217	0.207	0.201	0.016	7.8	80.3
MC-LA	ND	0.172	0.159	0.162	0.199	0.193	0.187	0.179	0.017	9.3	71.6
MC-LY	ND	0.230	0.215	0.214	0.258	0.255	0.234	0.234	0.019	8.1	93.7
MC-LW	ND	0.232	0.217	0.217	0.252	0.252	0.240	0.235	0.016	6.8	94.0
MC-LF	ND	0.184	0.168	0.167	0.202	0.196	0.191	0.185	0.014	7.8	73.8

附表 281 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.08	1.23	1.29	1.24	1.31	1.28	1.24	0.084	6.8	68.9
MC-YR	ND	1.13	1.32	1.37	1.46	1.50	1.34	1.36	0.13	9.6	75.3
MC-HtyR	ND	1.09	1.29	1.32	1.18	1.21	1.29	1.23	0.087	7.0	68.4
MC-LR	ND	1.04	1.24	1.28	1.37	1.41	1.26	1.27	0.13	10	70.4
MC-WR	ND	1.14	1.31	1.35	1.28	1.31	1.31	1.28	0.073	5.7	71.3
MC-LA	ND	1.19	1.40	1.48	1.60	1.62	1.52	1.47	0.16	11	81.6
MC-LY	ND	1.34	1.64	1.69	1.49	1.52	1.62	1.55	0.13	8.3	86.1
MC-LW	ND	1.35	1.66	1.74	1.87	1.90	1.67	1.70	0.20	12	94.4
MC-LF	ND	1.21	1.45	1.50	1.39	1.42	1.52	1.42	0.11	8.0	78.6

附表 282 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.043	0.047	0.046	0.043	0.041	0.038	0.043	0.0036	8.3	86.3
MC-YR	ND	0.041	0.048	0.041	0.037	0.047	0.035	0.042	0.0053	13	83.2
MC-HtyR	ND	0.041	0.045	0.038	0.043	0.038	0.034	0.040	0.0043	11	79.4
MC-LR	ND	0.045	0.047	0.039	0.050	0.044	0.051	0.046	0.0044	9.5	91.8
MC-WR	ND	0.041	0.041	0.038	0.043	0.045	0.032	0.040	0.0046	11	80.3
MC-LA	ND	0.026	0.032	0.028	0.028	0.027	0.032	0.029	0.0025	8.7	58.0
MC-LY	ND	0.030	0.035	0.039	0.037	0.032	0.044	0.036	0.0050	14	72.8
MC-LW	ND	0.033	0.043	0.038	0.042	0.029	0.046	0.039	0.0065	17	77.1
MC-LF	ND	0.029	0.037	0.034	0.032	0.027	0.038	0.033	0.0043	13	66.0

附表 283 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.172	0.212	0.223	0.205	0.180	0.200	0.199	0.019	9.7	79.5
MC-YR	ND	0.170	0.214	0.229	0.209	0.191	0.216	0.205	0.021	10	81.9
MC-HtyR	ND	0.155	0.184	0.205	0.187	0.178	0.204	0.186	0.018	9.9	74.2
MC-LR	ND	0.145	0.182	0.208	0.187	0.174	0.198	0.182	0.022	12	72.9
MC-WR	ND	0.168	0.200	0.218	0.200	0.191	0.217	0.199	0.019	9.3	79.6
MC-LA	ND	0.168	0.225	0.243	0.207	0.183	0.203	0.205	0.027	13	81.9
MC-LY	ND	0.221	0.223	0.251	0.227	0.217	0.248	0.231	0.015	6.4	92.5
MC-LW	ND	0.243	0.216	0.242	0.225	0.212	0.241	0.230	0.014	6.2	91.9
MC-LF	ND	0.198	0.199	0.224	0.197	0.184	0.200	0.200	0.013	6.5	80.1

附表 284 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.22	1.11	1.18	1.41	1.27	1.35	1.26	0.11	8.8	69.9
MC-YR	ND	1.44	1.30	1.34	1.41	1.32	1.37	1.36	0.056	4.1	75.7
MC-HtyR	ND	1.19	1.06	1.06	1.38	1.26	1.34	1.21	0.13	11	67.5
MC-LR	ND	1.41	1.25	1.28	1.37	1.26	1.32	1.32	0.063	4.8	73.1
MC-WR	ND	1.29	1.16	1.16	1.37	1.32	1.36	1.28	0.093	7.3	70.9
MC-LA	ND	1.55	1.38	1.51	1.60	1.49	1.60	1.52	0.082	5.4	84.6
MC-LY	ND	1.43	1.28	1.30	1.68	1.56	1.65	1.48	0.17	12	82.4
MC-LW	ND	1.76	1.56	1.58	1.68	1.58	1.63	1.63	0.078	4.8	90.6
MC-LF	ND	1.31	1.21	1.24	1.57	1.46	1.49	1.38	0.15	11	76.8

附表 285 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.034	0.034	0.029	0.027	0.048	0.033	0.034	0.0074	22	68.5
MC-YR	ND	0.040	0.037	0.033	0.033	0.052	0.042	0.039	0.0070	18	78.7
MC-HtyR	ND	0.039	0.035	0.032	0.029	0.049	0.035	0.036	0.0070	19	72.6
MC-LR	ND	0.035	0.034	0.029	0.027	0.048	0.033	0.034	0.0077	22	68.5
MC-WR	ND	0.037	0.036	0.033	0.029	0.055	0.039	0.038	0.0090	23	76.4
MC-LA	ND	0.037	0.035	0.030	0.028	0.049	0.034	0.035	0.0074	21	70.5
MC-LY	ND	0.046	0.044	0.042	0.036	0.067	0.044	0.047	0.010	23	93.0
MC-LW	ND	0.046	0.045	0.039	0.037	0.067	0.046	0.047	0.011	23	93.3
MC-LF	ND	0.036	0.035	0.032	0.027	0.049	0.034	0.036	0.0073	20	71.2

附表 286 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.207	0.196	0.184	0.165	0.170	0.174	0.183	0.016	8.9	73.1
MC-YR	ND	0.232	0.222	0.207	0.189	0.182	0.177	0.202	0.022	11	80.6
MC-HtyR	ND	0.214	0.212	0.194	0.171	0.168	0.162	0.187	0.023	12	74.7
MC-LR	ND	0.207	0.194	0.185	0.158	0.162	0.155	0.177	0.021	12	70.7
MC-WR	ND	0.229	0.224	0.206	0.176	0.181	0.179	0.199	0.024	12	79.7
MC-LA	ND	0.208	0.204	0.191	0.169	0.170	0.168	0.185	0.018	10	73.9
MC-LY	ND	0.284	0.269	0.252	0.224	0.229	0.218	0.246	0.027	11	98.3
MC-LW	ND	0.195	0.188	0.211	0.221	0.229	0.217	0.210	0.016	7.5	84.0
MC-LF	ND	0.217	0.212	0.200	0.177	0.179	0.173	0.193	0.019	10	77.1

附表 287 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 国家环境分析测试中心

验证时间： 2022 年 9 月 7 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				



目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.30	1.37	1.47	1.18	1.19	1.44	1.32	0.12	9.4	73.6
MC-YR	ND	1.27	1.34	1.40	1.19	1.20	1.38	1.30	0.090	7.0	72.0
MC-HtyR	ND	1.25	1.29	1.37	1.12	1.14	1.29	1.24	0.10	7.7	69.1
MC-LR	ND	1.19	1.22	1.29	1.11	1.11	1.25	1.20	0.075	6.2	66.5
MC-WR	ND	1.17	1.22	1.27	1.15	1.15	1.31	1.21	0.068	5.6	67.3
MC-LA	ND	1.24	1.32	1.40	1.39	1.40	1.69	1.41	0.15	11	78.2
MC-LY	ND	1.55	1.61	1.72	1.48	1.47	1.66	1.58	0.10	6.2	88.0
MC-LW	ND	1.47	1.51	1.63	1.53	1.51	1.71	1.56	0.091	5.8	86.7
MC-LF	ND	1.47	1.57	1.64	1.42	1.44	1.65	1.53	0.10	6.6	85.0

附表 288 空白低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 青海省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.039	0.043	0.036	0.040	0.041	0.037	0.039	0.0026	6.7	78.5
MC-YR	ND	0.030	0.038	0.037	0.032	0.032	0.035	0.034	0.0032	9.5	67.6
MC-HtyR	ND	0.034	0.037	0.035	0.031	0.031	0.032	0.033	0.0025	7.5	66.5
MC-LR	ND	0.037	0.044	0.034	0.038	0.043	0.034	0.038	0.0043	11	76.7
MC-WR	ND	0.040	0.043	0.043	0.034	0.037	0.035	0.039	0.0040	10	77.2
MC-LA	ND	0.039	0.029	0.034	0.033	0.034	0.031	0.033	0.0034	10	66.5
MC-LY	ND	0.031	0.035	0.029	0.033	0.029	0.031	0.031	0.0023	7.5	63.0
MC-LW	ND	0.046	0.049	0.041	0.045	0.048	0.042	0.045	0.0033	7.3	90.2
MC-LF	ND	0.035	0.037	0.031	0.032	0.035	0.037	0.035	0.0027	7.8	69.1

附表 289 空白中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 青海省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.217	0.223	0.238	0.201	0.192	0.206	0.213	0.017	7.8	85.1
MC-YR	ND	0.198	0.236	0.216	0.246	0.180	0.200	0.213	0.025	12	85.1
MC-HtyR	ND	0.233	0.256	0.229	0.160	0.176	0.173	0.205	0.040	19	81.8
MC-LR	ND	0.179	0.217	0.220	0.242	0.190	0.182	0.205	0.025	12	82.0
MC-WR	ND	0.233	0.236	0.229	0.185	0.182	0.243	0.218	0.027	12	87.3
MC-LA	ND	0.190	0.156	0.212	0.142	0.130	0.165	0.166	0.031	18	66.2
MC-LY	ND	0.157	0.210	0.204	0.155	0.163	0.184	0.179	0.024	13	71.5
MC-LW	ND	0.173	0.200	0.199	0.173	0.155	0.187	0.181	0.017	9.6	72.5
MC-LF	ND	0.164	0.174	0.196	0.190	0.153	0.168	0.174	0.016	9.4	69.8

附表 290 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.29	1.31	1.33	1.47	1.51	1.57	1.42	0.12	8.3	78.6
MC-YR	ND	1.25	1.38	1.33	1.37	1.46	1.64	1.41	0.13	9.5	78.1
MC-HtyR	ND	1.24	1.12	1.01	1.24	1.36	1.42	1.23	0.15	12	68.4
MC-LR	ND	1.34	1.28	1.23	1.38	1.49	1.60	1.39	0.14	9.9	77.0
MC-WR	ND	1.25	1.12	1.19	1.37	1.33	1.42	1.28	0.11	8.9	71.1
MC-LA	ND	1.16	1.41	1.15	1.00	1.11	1.21	1.17	0.14	12	65.3
MC-LY	ND	1.48	1.21	1.26	1.35	1.33	1.77	1.40	0.20	14	77.8
MC-LW	ND	1.24	1.17	1.21	1.19	1.26	1.30	1.23	0.047	3.8	68.2
MC-LF	ND	1.28	1.32	1.33	1.27	1.47	1.45	1.36	0.086	6.3	75.4

附表 291 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.037	0.038	0.039	0.038	0.036	0.038	0.038	0.00080	2.1	75.2
MC-YR	ND	0.031	0.037	0.038	0.031	0.028	0.028	0.032	0.0043	13	64.0
MC-HtyR	ND	0.033	0.041	0.045	0.037	0.034	0.043	0.039	0.0048	12	77.8
MC-LR	ND	0.039	0.046	0.038	0.043	0.045	0.042	0.042	0.0032	7.7	84.6
MC-WR	ND	0.036	0.041	0.042	0.039	0.035	0.041	0.039	0.0029	7.3	77.7
MC-LA	ND	0.038	0.032	0.028	0.033	0.034	0.031	0.033	0.0034	10	65.1
MC-LY	ND	0.029	0.027	0.030	0.026	0.028	0.022	0.027	0.0029	10	54.5
MC-LW	ND	0.044	0.044	0.041	0.043	0.044	0.044	0.043	0.0011	2.7	86.6
MC-LF	ND	0.033	0.031	0.032	0.034	0.029	0.038	0.033	0.0030	9.2	65.4

附表 292 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.196	0.198	0.202	0.204	0.193	0.197	0.198	0.0040	2.0	79.3
MC-YR	ND	0.171	0.173	0.182	0.222	0.197	0.184	0.188	0.019	10	75.3
MC-HtyR	ND	0.220	0.158	0.204	0.219	0.202	0.196	0.200	0.023	11	80.0
MC-LR	ND	0.177	0.178	0.200	0.184	0.199	0.217	0.192	0.015	8.0	76.9
MC-WR	ND	0.194	0.189	0.196	0.215	0.201	0.171	0.194	0.014	7.4	77.8
MC-LA	ND	0.139	0.178	0.162	0.173	0.170	0.157	0.163	0.014	8.5	65.2
MC-LY	ND	0.157	0.186	0.200	0.160	0.192	0.182	0.179	0.017	9.6	71.8
MC-LW	ND	0.159	0.163	0.186	0.166	0.169	0.171	0.169	0.010	5.6	67.6
MC-LF	ND	0.154	0.210	0.163	0.152	0.171	0.161	0.169	0.022	13	67.4

附表 293 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.31	1.25	1.30	1.48	1.44	1.41	1.37	0.091	6.7	75.9
MC-YR	ND	1.28	1.27	1.29	1.72	1.64	1.16	1.39	0.23	16	77.4
MC-HtyR	ND	1.23	1.17	1.12	1.44	1.28	1.30	1.26	0.11	8.8	69.8
MC-LR	ND	1.19	1.27	1.29	1.43	1.39	1.23	1.30	0.094	7.3	72.2
MC-WR	ND	1.24	1.50	1.41	1.30	1.36	1.43	1.38	0.10	6.9	76.4
MC-LA	ND	1.28	1.18	1.28	1.54	1.23	1.38	1.32	0.13	9.8	73.1
MC-LY	ND	1.30	1.15	1.33	1.57	1.22	1.38	1.33	0.15	11	73.7
MC-LW	ND	1.05	1.17	1.11	1.65	1.27	1.41	1.28	0.22	17	71.0
MC-LF	ND	1.30	1.19	1.17	1.13	1.15	1.46	1.24	0.13	10	68.7

附表 294 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.037	0.041	0.048	0.040	0.040	0.041	0.041	0.0037	8.9	82.5
MC-YR	ND	0.034	0.030	0.043	0.036	0.031	0.032	0.034	0.0049	14	68.9
MC-HtyR	ND	0.033	0.036	0.040	0.040	0.032	0.038	0.036	0.0036	9.9	72.7
MC-LR	ND	0.031	0.041	0.034	0.043	0.037	0.034	0.037	0.0045	12	73.4
MC-WR	ND	0.029	0.026	0.034	0.027	0.030	0.023	0.028	0.0039	14	56.3
MC-LA	ND	0.036	0.032	0.026	0.030	0.030	0.037	0.032	0.0041	13	63.7
MC-LY	ND	0.029	0.033	0.038	0.022	0.030	0.028	0.030	0.0054	18	60.1
MC-LW	ND	0.038	0.048	0.053	0.040	0.042	0.047	0.045	0.0055	12	89.4
MC-LF	ND	0.028	0.039	0.033	0.036	0.035	0.033	0.034	0.0039	12	67.9

附表 295 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.192	0.189	0.192	0.218	0.213	0.216	0.203	0.014	6.8	81.3
MC-YR	ND	0.183	0.199	0.194	0.203	0.183	0.194	0.193	0.0084	4.3	77.1
MC-HtyR	ND	0.178	0.201	0.161	0.208	0.217	0.213	0.196	0.022	11	78.6
MC-LR	ND	0.202	0.166	0.199	0.197	0.218	0.230	0.202	0.022	11	80.8
MC-WR	ND	0.189	0.163	0.166	0.242	0.241	0.195	0.199	0.035	18	79.7
MC-LA	ND	0.112	0.168	0.131	0.194	0.166	0.172	0.157	0.030	19	62.8
MC-LY	ND	0.138	0.141	0.163	0.190	0.159	0.192	0.164	0.023	14	65.6
MC-LW	ND	0.177	0.153	0.171	0.205	0.164	0.174	0.174	0.017	10	69.7
MC-LF	ND	0.138	0.154	0.180	0.180	0.213	0.184	0.175	0.026	15	69.9

附表 296 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 青海省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.25	1.21	1.22	1.44	1.37	1.42	1.32	0.11	8.1	73.3
MC-YR	ND	1.35	1.39	1.17	1.39	1.17	1.27	1.29	0.11	8.2	71.6
MC-HtyR	ND	1.30	0.980	1.24	1.37	1.46	1.21	1.26	0.17	13	70.0
MC-LR	ND	1.38	1.20	1.15	1.65	1.21	1.20	1.30	0.19	15	72.2
MC-WR	ND	1.44	1.07	1.02	1.47	1.22	1.59	1.30	0.23	18	72.3
MC-LA	ND	1.09	1.21	1.15	1.28	1.26	1.26	1.21	0.075	6.2	67.2
MC-LY	ND	1.07	0.965	0.948	1.51	1.54	1.37	1.23	0.27	22	68.5
MC-LW	ND	1.20	1.05	1.10	1.45	1.26	1.35	1.24	0.15	12	68.6
MC-LF	ND	1.14	0.968	1.23	1.54	1.27	1.35	1.25	0.19	15	69.4

附表 297 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 青海省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.040	0.039	0.040	0.040	0.040	0.040	0.00043	1.1	79.9	
MC-YR	ND	0.031	0.031	0.035	0.036	0.028	0.031	0.032	0.0029	9.1	63.9
MC-HtyR	ND	0.034	0.041	0.038	0.041	0.035	0.042	0.039	0.0034	8.8	77.2
MC-LR	ND	0.041	0.039	0.035	0.038	0.041	0.035	0.038	0.0027	7.2	76.2
MC-WR	ND	0.030	0.029	0.037	0.036	0.029	0.026	0.031	0.0043	14	62.6
MC-LA	ND	0.017	0.022	0.020	0.022	0.018	0.028	0.021	0.0038	18	42.4
MC-LY	ND	0.028	0.037	0.033	0.033	0.034	0.025	0.032	0.0046	14	63.4
MC-LW	ND	0.041	0.045	0.049	0.046	0.042	0.044	0.044	0.0031	7.0	88.9
MC-LF	ND	0.028	0.034	0.036	0.036	0.037	0.032	0.034	0.0034	10	67.8

附表 298 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.218	0.217	0.194	0.217	0.207	0.195	0.208	0.011	5.4	83.1
MC-YR	ND	0.228	0.214	0.160	0.220	0.220	0.206	0.208	0.025	12	83.2
MC-HtyR	ND	0.257	0.206	0.168	0.220	0.191	0.175	0.203	0.033	16	81.1
MC-LR	ND	0.195	0.195	0.197	0.244	0.201	0.211	0.207	0.019	9.2	82.9
MC-WR	ND	0.237	0.229	0.187	0.232	0.249	0.193	0.221	0.025	11	88.4
MC-LA	ND	0.158	0.186	0.147	0.162	0.141	0.148	0.157	0.016	10	62.8
MC-LY	ND	0.200	0.212	0.184	0.169	0.172	0.178	0.186	0.017	9.1	74.4
MC-LW	ND	0.188	0.208	0.186	0.195	0.162	0.149	0.181	0.022	12	72.5
MC-LF	ND	0.193	0.176	0.181	0.183	0.168	0.152	0.176	0.014	8.1	70.2

附表 299 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 青海省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 11 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.50	1.54	1.45	1.44	1.48	1.51	1.49	0.037	2.5	82.6
MC-YR	ND	1.40	1.31	1.22	1.38	1.71	1.48	1.42	0.17	12	78.8
MC-HtyR	ND	1.57	1.47	1.32	1.33	1.46	1.52	1.44	0.10	7.0	80.2
MC-LR	ND	1.36	1.43	1.28	1.25	1.56	1.39	1.38	0.11	8.0	76.6
MC-WR	ND	1.55	1.29	1.37	1.35	1.29	1.32	1.36	0.10	7.1	75.8
MC-LA	ND	1.27	1.41	1.31	1.21	1.47	1.53	1.37	0.12	9.1	75.9
MC-LY	ND	1.68	1.70	1.50	1.53	1.62	1.73	1.63	0.10	5.9	90.4
MC-LW	ND	1.23	1.45	1.33	1.34	1.26	1.38	1.33	0.078	5.9	73.9
MC-LF	ND	1.64	1.99	1.29	1.50	1.37	1.27	1.51	0.27	18	84.0

附表 300 空白低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.041	0.039	0.037	0.038	0.033	0.037	0.037	0.0026	7.1	74.7
MC-YR	ND	0.038	0.037	0.035	0.035	0.032	0.037	0.036	0.0021	5.8	71.2
MC-HtyR	ND	0.039	0.034	0.033	0.035	0.034	0.038	0.036	0.0025	7.1	71.0
MC-LR	ND	0.035	0.036	0.033	0.038	0.031	0.034	0.035	0.0024	7.0	69.2
MC-WR	ND	0.032	0.037	0.032	0.035	0.032	0.033	0.033	0.0019	5.6	66.9
MC-LA	ND	0.033	0.037	0.036	0.038	0.035	0.034	0.035	0.0020	5.6	70.8
MC-LY	ND	0.031	0.033	0.036	0.037	0.033	0.032	0.034	0.0023	6.9	67.4
MC-LW	ND	0.033	0.037	0.031	0.035	0.036	0.036	0.035	0.0020	5.6	69.5
MC-LF	ND	0.034	0.038	0.036	0.033	0.033	0.039	0.035	0.0023	6.5	70.9

附表 301 空白中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.193	0.202	0.205	0.182	0.185	0.184	0.192	0.010	5.2	76.7
MC-YR	ND	0.227	0.222	0.226	0.191	0.195	0.193	0.209	0.018	8.5	83.6
MC-HtyR	ND	0.193	0.200	0.201	0.182	0.185	0.187	0.191	0.0080	4.2	76.5
MC-LR	ND	0.208	0.208	0.204	0.185	0.174	0.175	0.192	0.016	8.5	77.0
MC-WR	ND	0.245	0.239	0.234	0.214	0.216	0.208	0.226	0.015	6.8	90.4
MC-LA	ND	0.202	0.203	0.204	0.182	0.182	0.185	0.193	0.011	5.9	77.2
MC-LY	ND	0.239	0.236	0.235	0.210	0.211	0.211	0.224	0.014	6.4	89.4
MC-LW	ND	0.224	0.220	0.211	0.185	0.186	0.180	0.201	0.020	9.7	80.3
MC-LF	ND	0.214	0.217	0.220	0.193	0.197	0.192	0.206	0.013	6.2	82.2

附表 302 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.19	1.20	1.19	1.44	1.44	1.44	1.32	0.14	10	73.1
MC-YR	ND	1.57	1.63	1.58	1.86	1.84	1.89	1.73	0.15	8.6	96.0
MC-HtyR	ND	1.14	1.14	1.13	1.33	1.33	1.35	1.24	0.11	8.6	68.7
MC-LR	ND	1.36	1.40	1.36	1.58	1.60	1.61	1.49	0.12	8.3	82.6
MC-WR	ND	1.79	1.85	1.80	1.94	1.89	2.03	1.88	0.091	4.8	105
MC-LA	ND	1.27	1.29	1.27	1.27	1.27	1.28	1.28	0.010	0.82	70.9
MC-LY	ND	1.32	1.35	1.32	1.52	1.52	1.56	1.43	0.11	8.0	79.6
MC-LW	ND	1.27	1.29	1.31	1.33	1.35	1.36	1.32	0.033	2.5	73.2
MC-LF	ND	1.33	1.33	1.35	1.54	1.53	1.55	1.44	0.11	7.8	80.0

附表 303 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				



目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.030	0.032	0.031	0.036	0.031	0.033	0.032	0.0021	6.4	64.1
MC-YR	ND	0.037	0.030	0.038	0.031	0.038	0.032	0.034	0.0038	11	68.7
MC-HtyR	ND	0.027	0.028	0.031	0.034	0.029	0.030	0.030	0.0022	7.4	59.9
MC-LR	ND	0.040	0.034	0.043	0.038	0.039	0.035	0.038	0.0035	9.1	76.5
MC-WR	ND	0.033	0.032	0.038	0.031	0.037	0.030	0.034	0.0034	10	67.1
MC-LA	ND	0.035	0.033	0.037	0.035	0.037	0.034	0.035	0.0014	3.9	70.5
MC-LY	ND	0.050	0.044	0.052	0.045	0.053	0.046	0.048	0.0038	7.9	96.7
MC-LW	ND	0.031	0.029	0.033	0.027	0.032	0.026	0.030	0.0029	9.6	59.3
MC-LF	ND	0.034	0.031	0.038	0.033	0.036	0.032	0.034	0.0024	7.2	68.2

附表 304 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.184	0.198	0.187	0.212	0.204	0.216	0.200	0.013	6.5	80.0
MC-YR	ND	0.178	0.136	0.164	0.157	0.194	0.147	0.163	0.021	13	65.1
MC-HtyR	ND	0.190	0.198	0.185	0.214	0.211	0.215	0.202	0.013	6.5	80.8
MC-LR	ND	0.166	0.141	0.168	0.152	0.190	0.156	0.162	0.017	10	64.8
MC-WR	ND	0.149	0.105	0.138	0.122	0.152	0.123	0.132	0.018	14	52.6
MC-LA	ND	0.183	0.161	0.175	0.182	0.200	0.183	0.181	0.013	7.0	72.3
MC-LY	ND	0.201	0.170	0.192	0.172	0.214	0.170	0.186	0.019	10	74.6
MC-LW	ND	0.163	0.131	0.161	0.146	0.173	0.140	0.152	0.016	10	60.9
MC-LF	ND	0.186	0.161	0.180	0.181	0.197	0.175	0.180	0.012	6.7	72.0

附表 305 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 天津市生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.18	1.19	1.23	1.39	1.53	1.43	1.32	0.14	11	73.6
MC-YR	ND	1.46	1.17	1.48	1.24	1.76	1.36	1.41	0.21	15	78.3
MC-HtyR	ND	1.06	1.04	1.08	1.32	1.49	1.36	1.22	0.19	15	67.9
MC-LR	ND	1.35	1.08	1.36	1.17	1.56	1.22	1.29	0.17	13	71.7
MC-WR	ND	0.980	0.743	1.07	1.03	1.25	1.03	1.02	0.16	16	56.4
MC-LA	ND	1.31	1.17	1.29	1.25	1.53	1.26	1.30	0.12	9.3	72.3
MC-LY	ND	1.07	0.88	1.04	1.21	1.37	1.16	1.12	0.17	15	62.3
MC-LW	ND	1.20	1.03	1.22	1.05	1.22	1.05	1.13	0.095	8.4	62.8
MC-LF	ND	1.13	1.00	1.10	1.26	1.39	1.28	1.19	0.14	12	66.3

附表 306 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 天津市生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.019	0.021	0.030	0.031	0.036	0.031	0.028	0.0066	23	56.3
MC-YR	ND	0.024	0.028	0.033	0.038	0.039	0.037	0.033	0.0063	19	66.4
MC-HtyR	ND	0.018	0.021	0.029	0.030	0.035	0.031	0.027	0.0065	24	54.5
MC-LR	ND	0.028	0.030	0.034	0.042	0.041	0.036	0.035	0.0057	16	70.6
MC-WR	ND	0.024	0.029	0.035	0.039	0.036	0.035	0.033	0.0053	16	66.2
MC-LA	ND	0.026	0.030	0.034	0.039	0.038	0.040	0.035	0.0056	16	69.3
MC-LY	ND	0.041	0.046	0.049	0.057	0.051	0.054	0.050	0.0057	12	99.4
MC-LW	ND	0.021	0.031	0.030	0.041	0.035	0.038	0.033	0.0068	21	65.4
MC-LF	ND	0.028	0.032	0.034	0.042	0.036	0.040	0.035	0.0051	15	70.4

附表 307 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 天津市生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.203	0.162	0.181	0.191	0.225	0.205	0.194	0.022	11	77.8
MC-YR	ND	0.171	0.146	0.132	0.185	0.184	0.191	0.168	0.024	14	67.4
MC-HtyR	ND	0.209	0.177	0.197	0.201	0.232	0.209	0.204	0.018	8.7	81.6
MC-LR	ND	0.170	0.146	0.143	0.175	0.185	0.185	0.167	0.019	11	67.0
MC-WR	ND	0.134	0.119	0.111	0.145	0.148	0.158	0.136	0.018	13	54.4
MC-LA	ND	0.184	0.167	0.168	0.199	0.200	0.203	0.187	0.017	8.9	74.7
MC-LY	ND	0.187	0.194	0.179	0.218	0.199	0.219	0.199	0.016	8.0	79.8
MC-LW	ND	0.144	0.146	0.130	0.183	0.146	0.186	0.156	0.023	15	62.2
MC-LF	ND	0.179	0.174	0.172	0.198	0.190	0.212	0.188	0.016	8.4	75.1

附表 308 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 天津市生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 17 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.32	1.11	1.30	1.10	1.41	1.33	1.26	0.13	10	70.2
MC-YR	ND	1.46	1.39	1.38	0.938	1.36	1.53	1.34	0.21	15	74.5
MC-HtyR	ND	1.19	1.03	1.18	1.08	1.43	1.32	1.21	0.15	12	67.1
MC-LR	ND	1.38	1.27	1.25	1.01	1.25	1.39	1.26	0.14	11	69.9
MC-WR	ND	0.977	0.981	0.883	0.825	0.948	1.20	0.969	0.13	13	53.8
MC-LA	ND	1.31	1.31	1.34	1.13	1.27	1.41	1.30	0.095	7.3	72.0
MC-LY	ND	0.988	1.07	0.988	1.14	1.19	1.40	1.13	0.15	14	62.7
MC-LW	ND	1.20	1.28	1.05	0.89	1.02	1.30	1.12	0.16	14	62.4
MC-LF	ND	1.03	1.17	1.08	1.17	1.22	1.39	1.18	0.13	11	65.4

附表 309 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 天津市生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 17 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.036	0.049	0.036	0.044	0.035	0.047	0.041	0.0061	15	82.2
MC-YR	ND	0.031	0.043	0.031	0.037	0.030	0.035	0.035	0.0048	14	69.2
MC-HtyR	ND	0.033	0.045	0.034	0.042	0.032	0.043	0.038	0.0058	15	76.2
MC-LR	ND	0.034	0.048	0.034	0.040	0.031	0.043	0.038	0.0066	17	76.5
MC-WR	ND	0.032	0.039	0.032	0.036	0.031	0.035	0.034	0.0030	8.9	67.9
MC-LA	ND	0.037	0.044	0.036	0.038	0.033	0.039	0.038	0.0038	10	75.3
MC-LY	ND	0.046	0.052	0.045	0.047	0.044	0.048	0.047	0.0029	6.2	94.0
MC-LW	ND	0.029	0.031	0.028	0.029	0.027	0.027	0.028	0.0014	4.8	56.7
MC-LF	ND	0.035	0.038	0.032	0.034	0.031	0.032	0.034	0.0024	7.2	67.3

附表 310 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 天津市生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.220	0.295	0.224	0.261	0.192	0.280	0.245	0.039	16	98.1
MC-YR	ND	0.153	0.189	0.143	0.155	0.120	0.160	0.153	0.022	15	61.4
MC-HtyR	ND	0.217	0.290	0.222	0.252	0.188	0.276	0.241	0.038	16	96.4
MC-LR	ND	0.149	0.202	0.153	0.168	0.133	0.167	0.162	0.023	14	64.9
MC-WR	ND	0.119	0.145	0.130	0.111	0.097	0.123	0.121	0.016	13	48.3
MC-LA	ND	0.178	0.210	0.180	0.175	0.154	0.189	0.181	0.018	10	72.4
MC-LY	ND	0.167	0.188	0.178	0.167	0.154	0.165	0.170	0.012	6.9	68.0
MC-LW	ND	0.143	0.129	0.135	0.165	0.115	0.159	0.141	0.019	13	56.5
MC-LF	ND	0.170	0.166	0.171	0.149	0.149	0.150	0.159	0.011	6.8	63.7

附表 311 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 天津市生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 17 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.64	1.95	1.94	1.78	1.88	1.60	1.80	0.15	8.4	100
MC-YR	ND	1.39	1.77	1.28	1.60	1.41	1.68	1.52	0.19	12	84.5
MC-HtyR	ND	1.51	1.84	1.77	1.72	1.79	1.57	1.70	0.13	7.8	94.3
MC-LR	ND	1.24	1.60	1.32	1.56	1.42	1.49	1.44	0.14	9.6	80.0
MC-WR	ND	0.881	1.24	0.920	1.30	1.10	1.27	1.12	0.18	16	62.0
MC-LA	ND	1.14	1.38	1.23	1.52	1.49	1.49	1.37	0.16	11	76.3
MC-LY	ND	1.14	1.32	1.18	1.34	1.25	1.44	1.28	0.11	8.6	71.0
MC-LW	ND	0.994	0.936	0.851	1.14	0.936	1.18	1.01	0.13	13	55.9
MC-LF	ND	1.36	1.36	1.25	1.49	1.35	1.42	1.37	0.078	5.7	76.1

附表 312 空白低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.042	0.042	0.039	0.043	0.046	0.044	0.043	0.0021	4.9	85.6
MC-YR	ND	0.046	0.044	0.038	0.039	0.045	0.045	0.043	0.0033	7.7	85.9
MC-HtyR	ND	0.045	0.040	0.039	0.039	0.037	0.036	0.039	0.0029	7.4	78.9
MC-LR	ND	0.040	0.045	0.053	0.050	0.045	0.050	0.047	0.0048	10	93.9
MC-WR	ND	0.038	0.044	0.039	0.043	0.043	0.040	0.041	0.0026	6.3	81.9
MC-LA	ND	0.041	0.044	0.037	0.043	0.040	0.039	0.041	0.0027	6.6	81.3
MC-LY	ND	0.041	0.039	0.044	0.034	0.037	0.040	0.039	0.0035	9.0	78.1
MC-LW	ND	0.045	0.041	0.042	0.035	0.038	0.045	0.041	0.0040	9.8	82.4
MC-LF	ND	0.037	0.047	0.048	0.043	0.039	0.040	0.042	0.0046	11	84.8

附表 313 空白中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.211	0.206	0.206	0.184	0.175	0.204	0.198	0.014	7.3	79.1
MC-YR	ND	0.197	0.171	0.172	0.175	0.175	0.187	0.179	0.010	5.8	71.8
MC-HtyR	ND	0.212	0.254	0.223	0.223	0.178	0.234	0.221	0.025	11	88.2
MC-LR	ND	0.249	0.232	0.208	0.225	0.223	0.221	0.226	0.013	5.9	90.5
MC-WR	ND	0.250	0.221	0.225	0.217	0.206	0.199	0.219	0.018	8.1	87.8
MC-LA	ND	0.199	0.205	0.175	0.148	0.149	0.181	0.176	0.024	14	70.4
MC-LY	ND	0.214	0.256	0.200	0.201	0.143	0.174	0.198	0.038	19	79.2
MC-LW	ND	0.197	0.153	0.165	0.174	0.145	0.170	0.167	0.018	11	66.9
MC-LF	ND	0.196	0.186	0.193	0.212	0.146	0.215	0.191	0.025	13	76.4

附表 314 空白高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.32	1.35	1.36	1.68	1.74	1.65	1.52	0.19	13	84.3
MC-YR	ND	1.60	1.23	1.64	1.76	1.33	1.46	1.50	0.20	13	83.5
MC-HtyR	ND	1.48	1.23	1.63	1.42	1.87	1.37	1.50	0.23	15	83.3
MC-LR	ND	1.34	1.32	1.33	1.52	1.71	1.42	1.44	0.15	11	80.1
MC-WR	ND	1.41	1.27	1.33	1.49	1.22	1.39	1.35	0.10	7.3	75.0
MC-LA	ND	1.75	1.27	1.66	1.77	1.71	1.32	1.58	0.23	14	87.8
MC-LY	ND	1.78	1.88	1.67	1.92	1.93	1.90	1.84	0.10	5.5	102
MC-LW	ND	1.58	1.40	1.39	1.31	1.38	1.40	1.41	0.091	6.5	78.3
MC-LF	ND	1.64	1.81	1.56	1.89	1.95	1.61	1.74	0.16	9.1	96.9

附表 315 地表水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.040	0.041	0.040	0.041	0.043	0.044	0.042	0.0016	3.8	83.3
MC-YR	ND	0.045	0.041	0.043	0.042	0.045	0.040	0.042	0.0021	5.0	84.8
MC-HtyR	ND	0.039	0.034	0.033	0.036	0.045	0.043	0.038	0.0050	13	76.5
MC-LR	ND	0.041	0.049	0.040	0.044	0.046	0.050	0.045	0.0042	9.2	90.2
MC-WR	ND	0.028	0.029	0.031	0.037	0.031	0.029	0.031	0.0033	11	61.8
MC-LA	ND	0.025	0.031	0.032	0.034	0.031	0.034	0.031	0.0034	11	62.0
MC-LY	ND	0.027	0.036	0.037	0.028	0.031	0.051	0.035	0.0088	25	70.0
MC-LW	ND	0.033	0.038	0.033	0.032	0.036	0.034	0.034	0.0025	7.2	68.2
MC-LF	ND	0.036	0.027	0.031	0.030	0.028	0.035	0.031	0.0037	12	62.3

附表 316 地表水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.216	0.273	0.220	0.209	0.209	0.208	0.222	0.025	11	89.0
MC-YR	ND	0.164	0.228	0.206	0.181	0.180	0.204	0.194	0.023	12	77.6
MC-HtyR	ND	0.220	0.291	0.229	0.262	0.236	0.224	0.243	0.028	11	97.3
MC-LR	ND	0.269	0.290	0.249	0.212	0.214	0.254	0.248	0.030	12	99.1
MC-WR	ND	0.214	0.296	0.243	0.258	0.257	0.240	0.251	0.027	11	101
MC-LA	ND	0.157	0.138	0.151	0.134	0.173	0.159	0.152	0.015	9.6	60.8
MC-LY	ND	0.145	0.185	0.180	0.109	0.160	0.169	0.158	0.028	18	63.2
MC-LW	ND	0.136	0.153	0.139	0.137	0.128	0.134	0.138	0.0082	6.0	55.1
MC-LF	ND	0.160	0.172	0.152	0.152	0.154	0.133	0.154	0.013	8.2	61.4

附表 317 地表水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $x_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.49	1.33	1.55	1.71	1.77	1.65	1.58	0.16	10	88.0
MC-YR	ND	1.24	1.45	1.30	1.31	1.47	1.43	1.37	0.095	6.9	75.9
MC-HtyR	ND	1.34	1.16	1.58	1.62	1.67	1.62	1.50	0.20	14	83.2
MC-LR	ND	1.38	1.47	1.51	1.83	1.58	1.65	1.57	0.16	10	87.2
MC-WR	ND	1.73	1.40	1.41	1.94	1.72	1.71	1.65	0.21	13	91.8
MC-LA	ND	1.45	1.14	1.19	1.39	1.19	1.75	1.35	0.23	17	75.1
MC-LY	ND	1.58	1.44	1.64	1.74	2.26	1.88	1.76	0.29	16	97.6
MC-LW	ND	1.42	1.46	1.41	1.26	1.59	1.63	1.46	0.13	9.1	81.2
MC-LF	ND	1.81	1.36	1.59	1.56	1.61	1.53	1.58	0.14	9.2	87.6

附表 318 地下水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 海南省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 19 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.041	0.041	0.037	0.043	0.041	0.044	0.041	0.0023	5.5	82.4
MC-YR	ND	0.043	0.043	0.037	0.044	0.041	0.042	0.041	0.0025	6.0	82.9
MC-HtyR	ND	0.042	0.040	0.035	0.037	0.031	0.043	0.038	0.0048	12	76.2
MC-LR	ND	0.040	0.037	0.042	0.044	0.041	0.043	0.041	0.0026	6.3	82.2
MC-WR	ND	0.022	0.034	0.034	0.027	0.028	0.025	0.028	0.0050	18	56.6
MC-LA	ND	0.032	0.031	0.035	0.038	0.031	0.033	0.033	0.0026	7.8	66.4
MC-LY	ND	0.041	0.029	0.033	0.034	0.028	0.036	0.033	0.0047	14	66.9
MC-LW	ND	0.040	0.042	0.037	0.032	0.038	0.037	0.037	0.0035	9.3	74.9
MC-LF	ND	0.026	0.029	0.026	0.028	0.035	0.034	0.030	0.0039	13	59.7

附表 319 地下水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 海南省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 19 日

目标化 合物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				



目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.213	0.208	0.205	0.238	0.234	0.239	0.223	0.016	7.0	89.2
MC-YR	ND	0.196	0.176	0.173	0.181	0.253	0.185	0.194	0.030	15	77.7
MC-HtyR	ND	0.255	0.212	0.232	0.225	0.247	0.252	0.237	0.017	7.1	94.9
MC-LR	ND	0.239	0.247	0.221	0.226	0.222	0.248	0.234	0.013	5.4	93.5
MC-WR	ND	0.212	0.253	0.191	0.233	0.191	0.313	0.232	0.046	20	92.9
MC-LA	ND	0.156	0.185	0.183	0.195	0.203	0.148	0.178	0.022	12	71.3
MC-LY	ND	0.135	0.159	0.195	0.221	0.220	0.234	0.194	0.039	20	77.6
MC-LW	ND	0.143	0.180	0.184	0.182	0.144	0.169	0.167	0.019	11	66.8
MC-LF	ND	0.170	0.136	0.145	0.156	0.165	0.204	0.163	0.024	15	65.0

附表 320 地下水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 海南省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.32	1.66	1.57	1.60	1.82	1.84	1.63	0.19	12	90.7
MC-YR	ND	1.30	1.61	1.44	1.39	1.53	1.65	1.49	0.13	9.0	82.6
MC-HtyR	ND	1.57	1.35	1.72	1.61	1.57	1.46	1.55	0.13	8.2	86.0
MC-LR	ND	1.53	1.70	1.57	1.61	1.78	1.72	1.65	0.10	5.9	91.8
MC-WR	ND	1.25	1.84	1.64	1.44	1.89	1.89	1.66	0.27	16	92.2
MC-LA	ND	1.59	2.02	1.79	1.83	1.61	1.48	1.72	0.20	11	95.6
MC-LY	ND	1.74	2.02	1.74	1.93	1.62	1.90	1.83	0.15	8.3	101
MC-LW	ND	1.70	1.45	1.36	1.79	1.62	1.80	1.62	0.18	11	90.0
MC-LF	ND	0.885	1.74	1.59	1.93	1.64	1.65	1.57	0.36	23	87.3

附表 321 海水低浓度加标样品 (0.05  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位: 海南省生态环境监测中心

验证时间: 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.043	0.043	0.044	0.039	0.042	0.042	0.0015	3.5	84.3	
MC-YR	ND	0.049	0.044	0.043	0.037	0.038	0.046	0.043	0.0046	11	85.6
MC-HtyR	ND	0.045	0.039	0.041	0.036	0.035	0.032	0.038	0.0047	12	76.4
MC-LR	ND	0.045	0.045	0.044	0.042	0.044	0.048	0.045	0.0020	4.5	89.2
MC-WR	ND	0.042	0.036	0.043	0.020	0.037	0.026	0.034	0.0091	27	68.5
MC-LA	ND	0.037	0.035	0.037	0.038	0.030	0.031	0.035	0.0037	11	69.4
MC-LY	ND	0.032	0.030	0.031	0.040	0.026	0.033	0.032	0.0044	14	63.7
MC-LW	ND	0.031	0.034	0.032	0.026	0.033	0.033	0.032	0.0028	8.8	63.3
MC-LF	ND	0.038	0.032	0.038	0.038	0.032	0.033	0.035	0.0029	8.3	70.3

附表 322 海水中浓度加标样品 (0.25  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	0.246	0.227	0.210	0.198	0.218	0.201	0.217	0.018	8.3	86.7
MC-YR	ND	0.256	0.192	0.185	0.200	0.214	0.215	0.210	0.025	12	84.1
MC-HtyR	ND	0.228	0.212	0.229	0.197	0.222	0.207	0.215	0.013	5.8	86.2
MC-LR	ND	0.260	0.298	0.223	0.229	0.262	0.239	0.252	0.028	11	101
MC-WR	ND	0.244	0.239	0.163	0.226	0.224	0.216	0.219	0.029	13	87.4
MC-LA	ND	0.160	0.158	0.165	0.195	0.158	0.115	0.158	0.025	16	63.4
MC-LY	ND	0.178	0.206	0.207	0.172	0.123	0.132	0.170	0.036	21	67.9
MC-LW	ND	0.146	0.197	0.145	0.165	0.124	0.125	0.150	0.027	18	60.0
MC-LF	ND	0.173	0.232	0.159	0.161	0.147	0.115	0.164	0.038	23	65.8

附表 323 海水高浓度加标样品 (1.80  $\mu\text{g/L}$ ) 精密度和正确度验证数据

验证单位： 海南省生态环境监测中心

验证时间： 2022 年 8 月 19 日

目标化合 物	实际样品 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/L}$ )	相对标 准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				

目标化合物	实际样品测定值 (μg/L)	测定结果 (μg/L)						平均值 $\bar{x}_i$ (μg/L)	标准偏差 $S_i$ (μg/L)	相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
MC-RR	ND	1.73	1.79	1.71	1.82	1.77	1.58	1.73	0.084	4.9	96.2
MC-YR	ND	1.44	1.38	1.26	1.53	1.34	1.57	1.42	0.12	8.2	78.9
MC-HtyR	ND	1.70	1.70	1.43	1.30	1.30	1.34	1.46	0.19	13	81.2
MC-LR	ND	1.69	1.81	1.64	2.03	1.76	1.94	1.81	0.15	8.3	101
MC-WR	ND	1.53	1.45	1.45	1.60	1.56	1.36	1.49	0.091	6.1	82.9
MC-LA	ND	1.48	1.70	1.47	1.58	1.70	1.43	1.56	0.12	7.8	86.6
MC-LY	ND	1.72	1.86	1.83	1.72	1.78	1.95	1.81	0.089	4.9	101
MC-LW	ND	1.50	1.55	1.33	1.40	1.70	1.68	1.53	0.15	9.6	84.9
MC-LF	ND	1.70	1.52	1.60	1.58	1.57	1.47	1.57	0.078	4.9	87.5

### 3.1.3 其他需要说明的问题

无。

## 3.2 方法验证数据汇总

### 3.2.1 方法检出限、测定下限汇总

方法检出限为6家实验室检出限的最大值，测定下限为方法检出限的4倍，结果如附表324~附表326。

附表 324 方法检出限、测定下限汇总表（内标为节球藻毒素）

序号	目标化合物	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)
1	MC-RR	0.01	0.04
2	MC-YR	0.01	0.04
3	MC-HtyR	0.02	0.08
4	MC-LR	0.02	0.08
5	MC-WR	0.02	0.08
6	MC-LA	0.02	0.08
7	MC-LY	0.02	0.08
8	MC-LW	0.02	0.08
9	MC-LF	0.02	0.08

附表 325 方法检出限、测定下限汇总表（内标为亮氨酸脑啡肽）

序号	目标化合物	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)
1	MC-RR	0.02	0.08

序号	目标化合物	检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
2	MC-YR	0.02	0.08
3	MC-HtyR	0.02	0.08
4	MC-LR	0.02	0.08
5	MC-WR	0.02	0.08
6	MC-LA	0.02	0.08
7	MC-LY	0.02	0.08
8	MC-LW	0.02	0.08
9	MC-LF	0.02	0.08

附表 326 方法检出限、测定下限汇总表 (内标为环孢菌素-A, <sup>13</sup>C<sub>2</sub>, d<sub>4</sub>)

序号	目标化合物	检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
1	MC-RR	0.02	0.08
2	MC-YR	0.02	0.08
3	MC-HtyR	0.02	0.08
4	MC-LR	0.02	0.08
5	MC-WR	0.02	0.08
6	MC-LA	0.02	0.08
7	MC-LY	0.02	0.08
8	MC-LW	0.02	0.08
9	MC-LF	0.02	0.08

序号	目标化合物	检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
1	MC-RR	0.02	0.08
2	MC-YR	0.02	0.08
3	MC-HtyR	0.02	0.08
4	MC-LR	0.02	0.08
5	MC-WR	0.02	0.08
6	MC-LA	0.02	0.08
7	MC-LY	0.02	0.08
8	MC-LW	0.02	0.08
9	MC-LF	0.02	0.08

结论: 通过对 6 家实验室检出限数据进行汇总, 使用 Grubbs 进行检验后, 发现没有离群值, 因此所有值都保留, 该方法检出限为 0.01 µg/L~0.02 µg/L, 测定下限为 0.04 µg/L~0.08 µg/L。

### 3.2.2 方法精密度数据汇总

#### 3.2.2.1 以节球藻毒素为内标定量的方法精密度数据汇总

附表327-附表330为6家实验室方法验证结果的精密度测试数据汇总表，具体如下：

附表 327 方法精密度测试数据汇总表（空白加标）

单位：μg/L

目标化合物	实验室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
MC-RR	第一家	0.045	0.0031	6.8	0.255	0.011	4.3	1.35	0.11	8.2
	第二家	0.040	0.0031	7.7	0.200	0.014	7.0	1.07	0.083	7.8
	第三家	0.038	0.0024	6.3	0.234	0.0073	3.1	1.60	0.17	11
	第四家	0.043	0.0024	5.5	0.220	0.015	7.0	1.61	0.15	9.4
	第五家	0.038	0.0024	6.3	0.208	0.012	5.7	1.42	0.16	11
	第六家	0.042	0.0026	6.3	0.203	0.013	6.3	1.59	0.12	7.4
$\bar{x}$		0.041			0.220			1.44		
$S'$		0.0028			0.021			0.21		
RSD' (%)		6.9			10			15		
重复性限 $r$		0.0075			0.034			0.38		
再现性限 $R$		0.011			0.067			0.69		
MC-YR	第一家	0.043	0.0023	5.5	0.253	0.024	9.4	1.48	0.087	5.9
	第二家	0.042	0.0030	7.2	0.214	0.010	4.7	1.06	0.10	9.1
	第三家	0.040	0.0025	6.3	0.235	0.012	5.3	1.44	0.11	7.9
	第四家	0.039	0.0029	7.5	0.220	0.021	9.5	1.65	0.15	9.0
	第五家	0.038	0.0026	6.8	0.203	0.019	9.2	1.66	0.16	9.8
	第六家	0.041	0.0026	6.3	0.247	0.011	4.3	1.53	0.094	6.1
$\bar{x}$		0.041			0.229			1.47		
$S'$		0.0019			0.020			0.22		
RSD' (%)		4.8			8.6			15		
重复性限 $r$		0.0075			0.047			0.34		
再现性限 $R$		0.0087			0.070			0.68		
MC-Hty R	第一家	0.042	0.0028	6.5	0.180	0.013	7.3	1.27	0.12	9.6
	第二家	0.042	0.0028	6.5	0.203	0.013	6.4	1.07	0.085	8.0
	第三家	0.037	0.0023	6.3	0.217	0.011	5.1	1.38	0.13	9.7
	第四家	0.038	0.0041	11	0.199	0.034	17	1.39	0.18	13
	第五家	0.037	0.0021	5.7	0.211	0.010	4.8	1.35	0.12	9.2
	第六家	0.038	0.0028	7.4	0.229	0.013	5.6	1.58	0.085	5.4
$\bar{x}$		0.039			0.207			1.34		
$S'$		0.0024			0.017			0.17		

目标化 合物	实验 室号	低浓度 (加标 0.05)			中浓度 (加标 0.25)			高浓度 (加标 1.80)		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
RSD' (%)		6.2			8.0			12		
重复性限 $r$		0.0080			0.050			0.35		
再现性限 $R$		0.010			0.065			0.57		
MC-LR	第一家	0.039	0.0045	11	0.251	0.034	14	1.65	0.25	15
	第二家	0.042	0.0032	7.4	0.208	0.013	6.2	1.04	0.081	7.8
	第三家	0.037	0.0022	5.9	0.218	0.014	6.3	1.40	0.12	8.6
	第四家	0.042	0.0022	5.2	0.207	0.019	9.1	1.56	0.16	10
	第五家	0.035	0.0023	6.5	0.208	0.019	9.2	1.60	0.15	9.5
	第六家	0.047	0.0045	9.5	0.238	0.021	8.8	1.55	0.067	4.3
$\bar{x}$		0.040			0.221			1.47		
$S'$		0.0044			0.019			0.23		
RSD' (%)		11			8.4			15		
重复性限 $r$		0.0092			0.059			0.42		
再现性限 $R$		0.015			0.075			0.74		
MC-WR	第一家	0.042	0.0045	11	0.256	0.033	13	1.52	0.18	12
	第二家	0.041	0.0029	7.0	0.215	0.015	6.9	1.06	0.079	7.4
	第三家	0.041	0.0027	6.7	0.240	0.010	4.1	1.37	0.051	3.7
	第四家	0.041	0.0043	10	0.219	0.025	12	1.43	0.16	11
	第五家	0.033	0.0028	8.4	0.197	0.015	7.5	1.57	0.091	5.8
	第六家	0.036	0.0030	8.4	0.248	0.026	11	1.61	0.074	4.6
$\bar{x}$		0.039			0.229			1.43		
$S'$		0.0035			0.022			0.20		
RSD' (%)		9.0			10			14		
重复性限 $r$		0.010			0.062			0.32		
再现性限 $R$		0.013			0.084			0.64		
MC-LA	第一家	0.041	0.0032	7.8	0.237	0.025	11	1.63	0.24	15
	第二家	0.040	0.0029	7.3	0.253	0.017	6.5	1.35	0.12	8.8
	第三家	0.037	0.0023	6.3	0.234	0.0065	2.8	1.65	0.041	2.5
	第四家	0.029	0.0018	6.3	0.171	0.031	18	1.26	0.12	9.3
	第五家	0.038	0.0022	5.9	0.205	0.011	5.6	1.37	0.018	1.3
	第六家	0.047	0.0031	6.7	0.198	0.018	9.2	1.52	0.17	11
$\bar{x}$		0.039			0.216			1.46		
$S'$		0.0057			0.030			0.16		
RSD' (%)		15			14			11		
重复性限 $r$		0.0074			0.055			0.39		

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
再现性限 $R$		0.017			0.099			0.57		
MC-LY	第一家	0.042	0.0028	6.6	0.210	0.022	10	1.43	0.11	8.0
	第二家	0.040	0.0031	7.7	0.215	0.016	7.2	1.04	0.083	7.9
	第三家	0.040	0.0031	7.7	0.239	0.013	5.4	1.51	0.12	7.8
	第四家	0.033	0.0027	8.1	0.185	0.021	11	1.50	0.20	14
	第五家	0.038	0.0026	6.8	0.238	0.017	7.4	1.54	0.14	9.1
	第六家	0.042	0.0022	5.3	0.225	0.035	15	1.59	0.20	12
$\bar{x}$		0.039			0.219			1.43		
$S'$		0.0033			0.021			0.20		
RSD' (%)		8.3			9.4			14		
重复性限 $r$		0.0077			0.061			0.42		
再现性限 $R$		0.012			0.080			0.68		
MC-LW	第一家	0.039	0.0031	8.1	0.258	0.043	17	1.45	0.26	18
	第二家	0.037	0.0032	8.7	0.194	0.017	8.9	1.05	0.12	11
	第三家	0.036	0.0027	7.6	0.229	0.011	4.7	1.37	0.040	2.9
	第四家	0.046	0.0030	6.7	0.194	0.016	8.4	1.31	0.051	3.9
	第五家	0.038	0.0024	6.4	0.217	0.023	11	1.43	0.055	3.9
	第六家	0.042	0.0034	8.1	0.173	0.019	11	1.52	0.055	3.6
$\bar{x}$		0.040			0.211			1.36		
$S'$		0.0037			0.031			0.17		
RSD' (%)		9.4			14			12		
重复性限 $r$		0.0085			0.067			0.35		
再现性限 $R$		0.013			0.11			0.56		
MC-LF	第一家	0.045	0.0032	7.2	0.240	0.045	19	1.27	0.20	16
	第二家	0.038	0.0035	9.0	0.244	0.017	6.8	1.25	0.098	7.9
	第三家	0.036	0.0025	6.8	0.223	0.012	5.2	1.59	0.15	9.2
	第四家	0.040	0.0034	8.6	0.182	0.012	6.8	1.45	0.078	5.4
	第五家	0.038	0.0027	6.9	0.221	0.015	7.0	1.55	0.14	9.1
	第六家	0.053	0.0051	9.7	0.226	0.020	9.1	1.75	0.11	6.1
$\bar{x}$		0.042			0.222			1.48		
$S'$		0.0062			0.022			0.20		
RSD' (%)		15			9.8			13		
重复性限 $r$		0.010			0.065			0.38		
再现性限 $R$		0.019			0.085			0.65		

附表 328 方法精密度测试数据汇总表（地表水样品）

单位：μg/L

目标化 合物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
MC-RR	第一家	0.046	0.0018	3.9	0.240	0.015	6.1	1.37	0.12	8.8
	第二家	0.040	0.0015	3.8	0.203	0.0057	2.8	1.08	0.080	7.4
	第三家	0.039	0.00082	2.1	0.219	0.017	7.9	1.47	0.12	8.4
	第四家	0.040	0.0010	2.4	0.205	0.0015	0.75	1.56	0.11	7.0
	第五家	0.035	0.0012	3.3	0.203	0.011	5.5	1.37	0.14	9.9
	第六家	0.046	0.0026	5.7	0.227	0.010	4.5	1.63	0.071	4.4
$\bar{x}$		0.041			0.216			1.41		
$S'$		0.0041			0.015			0.19		
RSD' (%)		10			7.1			13		
重复性限 $r$		0.0045			0.032			0.31		
再现性限 $R$		0.012			0.052			0.60		
MC-YR	第一家	0.044	0.0066	15	0.236	0.022	9.1	1.63	0.13	7.9
	第二家	0.047	0.00059	1.3	0.214	0.0072	3.4	1.11	0.059	5.3
	第三家	0.044	0.0019	4.4	0.242	0.015	6.3	1.60	0.092	5.8
	第四家	0.040	0.0041	10	0.192	0.017	8.7	1.65	0.26	16
	第五家	0.036	0.0038	11	0.150	0.021	14	1.29	0.13	10
	第六家	0.045	0.0052	11	0.269	0.013	4.9	1.72	0.23	13
$\bar{x}$		0.043			0.217			1.50		
$S'$		0.0038			0.042			0.24		
RSD' (%)		9.0			19			16		
重复性限 $r$		0.012			0.046			0.47		
再现性限 $R$		0.015			0.13			0.80		
MC-Hty R	第一家	0.045	0.0044	9.8	0.176	0.011	6.4	1.47	0.39	26
	第二家	0.045	0.0016	3.4	0.207	0.0054	2.6	1.07	0.048	4.5
	第三家	0.040	0.0020	4.9	0.226	0.018	8.0	1.46	0.18	12
	第四家	0.036	0.0020	5.6	0.191	0.020	10	1.43	0.13	9.0
	第五家	0.033	0.0015	4.6	0.208	0.012	5.8	1.29	0.18	14
	第六家	0.043	0.0070	17	0.253	0.016	6.2	1.59	0.12	7.6
$\bar{x}$		0.040			0.210			1.39		
$S'$		0.0049			0.027			0.18		
RSD' (%)		12			13			13		
重复性限 $r$		0.010			0.041			0.57		
再现性限 $R$		0.017			0.084			0.73		
MC-LR	第一家	0.035	0.0040	12	0.217	0.023	11	1.72	0.19	11



目标化 合物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第二家	0.047	0.0017	3.6	0.210	0.0085	4.1	1.08	0.052	4.9
	第三家	0.038	0.0018	4.7	0.222	0.016	7.3	1.49	0.092	6.2
	第四家	0.039	0.0018	4.7	0.190	0.0092	4.9	1.48	0.082	5.6
	第五家	0.040	0.0036	9.1	0.164	0.019	12	1.33	0.12	8.9
	第六家	0.054	0.0053	9.8	0.258	0.026	10	1.51	0.21	14
$\bar{x}$		0.042			0.210			1.43		
$S'$		0.0068			0.031			0.21		
RSD' (%)		16			15			15		
重复性限 $r$		0.0093			0.051			0.39		
再现性限 $R$		0.021			0.099			0.69		
MC-WR	第一家	0.042	0.0048	11	0.233	0.028	12	1.35	0.18	13
	第二家	0.048	0.0014	2.9	0.211	0.0059	2.8	1.09	0.057	5.2
	第三家	0.043	0.00085	2.0	0.247	0.016	6.4	1.52	0.14	9.2
	第四家	0.037	0.0027	7.5	0.197	0.010	5.0	1.58	0.11	6.8
	第五家	0.031	0.0034	11	0.145	0.013	8.9	0.952	0.13	13
	第六家	0.040	0.0065	16	0.280	0.033	12	1.71	0.17	9.8
$\bar{x}$		0.040			0.219			1.37		
$S'$		0.0059			0.046			0.29		
RSD' (%)		15			21			21		
重复性限 $r$		0.011			0.057			0.38		
再现性限 $R$		0.019			0.14			0.89		
MC-LA	第一家	0.039	0.0045	11	0.197	0.027	13	1.45	0.29	20
	第二家	0.059	0.0014	2.4	0.233	0.0089	3.8	1.27	0.072	5.7
	第三家	0.039	0.0012	3.1	0.220	0.018	8.0	1.73	0.13	7.6
	第四家	0.029	0.0032	11	0.157	0.020	13	1.43	0.14	9.5
	第五家	0.037	0.0019	5.2	0.182	0.015	8.1	1.34	0.071	5.3
	第六家	0.042	0.0019	4.6	0.180	0.025	14	1.62	0.25	16
$\bar{x}$		0.041			0.195			1.47		
$S'$		0.010			0.028			0.17		
RSD' (%)		24			14			12		
重复性限 $r$		0.0074			0.055			0.50		
再现性限 $R$		0.028			0.093			0.67		
MC-LY	第一家	0.039	0.0048	12	0.186	0.013	6.8	1.30	0.21	16
	第二家	0.055	0.0025	4.5	0.228	0.021	9.1	1.14	0.12	10
	第三家	0.050	0.0028	5.5	0.288	0.018	6.2	1.84	0.24	13

目标化合物	实验室号	低浓度 (加标 0.05)			中浓度 (加标 0.25)			高浓度 (加标 1.80)		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第四家	0.034	0.0032	9.3	0.179	0.018	9.8	1.41	0.13	9.2
	第五家	0.049	0.0044	8.9	0.187	0.021	11	1.15	0.15	13
	第六家	0.051	0.0035	7.0	0.187	0.023	13	1.75	0.21	12
$\bar{x}$		0.046			0.209			1.43		
$S'$		0.0079			0.042			0.30		
RSD' (%)		17			20			21		
重复性限 $r$		0.010			0.054			0.51		
再现性限 $R$		0.024			0.13			0.96		
MC-LW	第一家	0.037	0.0067	18	0.253	0.034	14	1.74	0.33	19
	第二家	0.041	0.0016	3.7	0.196	0.011	5.5	1.10	0.081	7.4
	第三家	0.047	0.0015	3.1	0.223	0.039	18	2.00	0.14	6.9
	第四家	0.048	0.0015	3.0	0.172	0.013	7.8	1.41	0.19	13
	第五家	0.032	0.0033	10	0.155	0.019	12	1.18	0.067	5.7
	第六家	0.037	0.0031	8.4	0.166	0.019	11	1.59	0.15	9.2
$\bar{x}$		0.041			0.194			1.50		
$S'$		0.0064			0.037			0.34		
RSD' (%)		16			19			23		
重复性限 $r$		0.010			0.070			0.50		
再现性限 $R$		0.020			0.12			1.1		
MC-LF	第一家	0.047	0.0080	17	0.213	0.019	9.0	1.27	0.16	12
	第二家	0.058	0.0074	13	0.224	0.0060	2.7	1.17	0.061	5.3
	第三家	0.039	0.0011	2.9	0.227	0.014	6.1	1.68	0.20	12
	第四家	0.039	0.0017	4.3	0.175	0.031	18	1.37	0.24	17
	第五家	0.036	0.0028	7.8	0.182	0.015	8.2	1.23	0.13	10
	第六家	0.047	0.0056	12	0.167	0.034	20	1.71	0.13	7.4
$\bar{x}$		0.044			0.198			1.40		
$S'$		0.0080			0.026			0.23		
RSD' (%)		18			13			17		
重复性限 $r$		0.015			0.061			0.45		
再现性限 $R$		0.026			0.093			0.78		

附表 329 方法精密度测试数据汇总表 (地下水样品)

单位:  $\mu\text{g/L}$

目标化	实验	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
-----	----	---------------	---------------	---------------

		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
MC-RR	第一家	0.045	0.0044	9.7	0.247	0.014	5.9	1.36	0.13	9.8
	第二家	0.042	0.0015	3.7	0.204	0.0076	3.7	1.11	0.070	6.3
	第三家	0.049	0.0065	13	0.241	0.018	7.6	1.43	0.17	12
	第四家	0.041	0.0012	3.0	0.215	0.015	7.0	1.49	0.16	11
	第五家	0.035	0.0046	13	0.207	0.013	6.4	1.36	0.11	8.1
	第六家	0.040	0.0022	5.5	0.205	0.010	4.8	1.57	0.10	6.6
$\bar{x}$		0.042			0.220			1.39		
$S'$		0.0046			0.019			0.16		
RSD' (%)		11			8.6			12		
重复性限 $r$		0.011			0.038			0.36		
再现性限 $R$		0.016			0.064			0.56		
MC-YR	第一家	0.045	0.0063	14	0.250	0.018	7.2	1.65	0.12	7.0
	第二家	0.048	0.0028	5.9	0.220	0.0080	3.6	1.17	0.082	7.1
	第三家	0.047	0.0089	19	0.248	0.015	6.1	1.55	0.073	4.7
	第四家	0.041	0.0064	16	0.207	0.012	5.7	1.50	0.11	7.5
	第五家	0.038	0.0046	12	0.162	0.022	14	1.28	0.16	13
	第六家	0.037	0.0036	9.9	0.238	0.021	8.8	1.51	0.055	3.6
$\bar{x}$		0.043			0.221			1.44		
$S'$		0.0048			0.033			0.18		
RSD' (%)		11			15			13		
重复性限 $r$		0.016			0.047			0.30		
再现性限 $R$		0.020			0.10			0.58		
MC-Hty R	第一家	0.043	0.0045	10	0.173	0.018	10	1.58	0.23	14
	第二家	0.048	0.0018	3.8	0.209	0.0083	4.0	1.15	0.093	8.1
	第三家	0.044	0.0071	16	0.225	0.019	8.3	1.38	0.19	14
	第四家	0.038	0.0018	4.8	0.193	0.018	9.5	1.42	0.24	17
	第五家	0.035	0.0045	13	0.221	0.011	5.1	1.32	0.17	13
	第六家	0.037	0.0015	4.0	0.227	0.010	4.3	1.51	0.041	2.7
$\bar{x}$		0.041			0.208			1.39		
$S'$		0.0050			0.022			0.15		
RSD' (%)		12			10			11		
重复性限 $r$		0.011			0.041			0.49		
再现性限 $R$		0.017			0.071			0.61		
MC-LR	第一家	0.043	0.0067	16	0.271	0.027	10	1.85	0.24	13
	第二家	0.048	0.0018	3.8	0.215	0.010	4.4	1.12	0.075	6.7
	第三家	0.040	0.0066	16	0.220	0.014	6.5	1.49	0.068	4.6

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第四家	0.039	0.0026	6.8	0.207	0.020	9.5	1.45	0.24	16
	第五家	0.040	0.0048	12	0.177	0.018	10	1.35	0.12	8.7
	第六家	0.044	0.0039	9.0	0.220	0.016	7.4	1.52	0.055	3.6
$\bar{x}$		0.042			0.218			1.47		
$S'$		0.0035			0.030			0.24		
RSD' (%)		8.2			14			16		
重复性限 $r$		0.013			0.051			0.43		
再现性限 $R$		0.016			0.097			0.77		
MC-WR	第一家	0.049	0.0065	13	0.224	0.035	16	1.52	0.26	17
	第二家	0.050	0.0025	4.9	0.209	0.0089	4.3	1.11	0.073	6.5
	第三家	0.043	0.0075	17	0.241	0.020	8.3	1.45	0.15	10
	第四家	0.039	0.0028	7.1	0.216	0.041	19	1.45	0.28	19
	第五家	0.032	0.0046	14	0.129	0.018	14	0.949	0.14	15
	第六家	0.035	0.0039	11	0.231	0.039	17	1.58	0.12	7.3
$\bar{x}$		0.041			0.208			1.34		
$S'$		0.0072			0.040			0.25		
RSD' (%)		17			19			19		
重复性限 $r$		0.014			0.082			0.52		
再现性限 $R$		0.024			0.14			0.85		
MC-LA	第一家	0.038	0.0044	12	0.239	0.035	15	1.68	0.26	15
	第二家	0.061	0.0028	4.6	0.238	0.013	5.5	1.29	0.085	6.6
	第三家	0.044	0.0066	15	0.247	0.011	4.5	1.73	0.13	7.8
	第四家	0.029	0.0023	8.2	0.163	0.030	18	1.29	0.10	8.1
	第五家	0.041	0.0046	11	0.198	0.019	9.8	1.39	0.12	8.4
	第六家	0.039	0.0052	13	0.173	0.029	17	1.59	0.11	7.0
$\bar{x}$		0.042			0.210			1.50		
$S'$		0.011			0.037			0.20		
RSD' (%)		26			18			13		
重复性限 $r$		0.013			0.069			0.41		
再现性限 $R$		0.033			0.12			0.67		
MC-LY	第一家	0.042	0.0055	13	0.197	0.027	14	1.67	0.24	14
	第二家	0.053	0.0018	3.5	0.236	0.0051	2.2	1.25	0.084	6.8
	第三家	0.046	0.0056	12	0.282	0.038	13	1.69	0.25	15
	第四家	0.036	0.0030	8.3	0.177	0.031	18	1.32	0.32	25
	第五家	0.055	0.0054	9.9	0.210	0.026	12	1.22	0.23	19

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第六家	0.057	0.0064	11	0.202	0.028	14	1.62	0.12	7.2
	$\bar{x}$	0.048			0.217			1.46		
	$S'$	0.0079			0.037			0.22		
	RSD' (%)	16			17			15		
	重复性限 $r$	0.014			0.078			0.62		
	再现性限 $R$	0.025			0.13			0.84		
MC-LW	第一家	0.042	0.0071	17	0.248	0.042	17	1.60	0.25	16
	第二家	0.043	0.0032	7.5	0.199	0.019	9.5	1.14	0.11	9.4
	第三家	0.060	0.013	22	0.281	0.054	19	1.85	0.080	4.3
	第四家	0.050	0.0035	6.9	0.194	0.022	11	1.32	0.19	14
	第五家	0.038	0.0070	18	0.167	0.031	18	1.22	0.19	15
	第六家	0.039	0.0017	4.2	0.181	0.0078	4.3	1.57	0.082	5.2
	$\bar{x}$	0.046			0.212			1.45		
	$S'$	0.0083			0.044			0.27		
	RSD' (%)	18			21			19		
	重复性限 $r$	0.020			0.093			0.46		
	再现性限 $R$	0.029			0.15			0.86		
MC-LF	第一家	0.046	0.0088	19	0.207	0.016	7.9	1.36	0.27	20
	第二家	0.049	0.0055	11	0.232	0.010	4.2	1.18	0.063	5.4
	第三家	0.053	0.0062	12	0.244	0.035	14	1.57	0.22	14
	第四家	0.040	0.0047	12	0.188	0.028	15	1.33	0.24	18
	第五家	0.042	0.0048	12	0.199	0.023	11	1.27	0.21	17
	第六家	0.057	0.0032	5.6	0.190	0.020	11	1.53	0.11	7.2
	$\bar{x}$	0.048			0.210			1.38		
	$S'$	0.0065			0.023			0.15		
	RSD' (%)	14			11			11		
	重复性限 $r$	0.016			0.066			0.56		
	再现性限 $R$	0.023			0.088			0.66		

附表330 方法精密度测试数据汇总表（海水样品）

单位：μg/L

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
MC-RR	第一家	0.052	0.0021	4.0	0.279	0.0058	2.1	1.50	0.11	7.1

目标化 合物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第二家	0.041	0.0024	5.8	0.217	0.016	7.4	1.19	0.035	2.9
	第三家	0.041	0.0010	2.5	0.236	0.015	6.4	1.78	0.048	2.7
	第四家	0.043	0.0010	2.3	0.218	0.019	8.6	1.63	0.035	2.2
	第五家	0.038	0.00058	1.5	0.211	0.014	6.5	1.60	0.063	4.0
	第六家	0.047	0.0010	2.1	0.229	0.012	5.4	1.75	0.093	5.3
$\bar{x}$		0.044			0.232			1.57		
$S'$		0.0050			0.025			0.21		
RSD' (%)		12			11			14		
重复性限 $r$		0.0042			0.040			0.19		
再现性限 $R$		0.015			0.079			0.62		
MC-YR	第一家	0.047	0.0030	6.4	0.275	0.029	10	1.71	0.20	12
	第二家	0.048	0.0032	6.6	0.235	0.016	6.9	1.22	0.037	3.1
	第三家	0.048	0.0031	6.5	0.260	0.020	7.6	1.74	0.021	1.2
	第四家	0.040	0.0034	8.5	0.222	0.034	16	1.63	0.18	11
	第五家	0.033	0.0030	9.1	0.183	0.025	14	1.21	0.16	14
	第六家	0.047	0.0064	14	0.278	0.014	5.0	1.64	0.21	13
$\bar{x}$		0.044			0.242			1.52		
$S'$		0.0060			0.037			0.25		
RSD' (%)		14			15			16		
重复性限 $r$		0.011			0.067			0.44		
再现性限 $R$		0.019			0.12			0.80		
MC-Hty R	第一家	0.049	0.0039	7.9	0.205	0.0050	2.4	1.41	0.14	9.6
	第二家	0.047	0.0019	4.1	0.226	0.012	5.5	1.18	0.046	3.9
	第三家	0.044	0.0019	4.2	0.241	0.022	9.0	1.67	0.043	2.6
	第四家	0.042	0.0039	9.1	0.189	0.021	11	1.57	0.13	8.4
	第五家	0.036	0.00060	1.7	0.210	0.015	7.2	1.53	0.025	1.6
	第六家	0.045	0.0045	10	0.239	0.021	8.6	1.60	0.14	8.8
$\bar{x}$		0.044			0.218			1.50		
$S'$		0.0046			0.021			0.18		
RSD' (%)		11			9.5			12		
重复性限 $r$		0.0087			0.048			0.28		
再现性限 $R$		0.015			0.073			0.56		
MC-LR	第一家	0.044	0.0073	16	0.280	0.028	9.9	1.84	0.11	6.2
	第二家	0.048	0.0025	5.2	0.228	0.015	6.6	1.18	0.033	2.8
	第三家	0.041	0.0011	2.7	0.228	0.020	8.9	1.61	0.024	1.5

目标化 合物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第四家	0.044	0.0028	6.4	0.218	0.020	9.0	1.50	0.10	7.0
	第五家	0.036	0.0028	7.6	0.142	0.014	9.6	1.28	0.11	8.4
	第六家	0.054	0.0014	2.5	0.263	0.011	4.2	1.57	0.16	10
$\bar{x}$		0.045			0.226			1.50		
$S'$		0.0061			0.048			0.24		
RSD' (%)		14			21			16		
重复性限 $r$		0.010			0.052			0.29		
再现性限 $R$		0.019			0.14			0.72		
MC-WR	第一家	0.049	0.0044	8.9	0.252	0.019	7.6	1.23	0.21	17
	第二家	0.050	0.0028	5.6	0.236	0.018	7.4	1.19	0.039	3.3
	第三家	0.046	0.0016	3.6	0.257	0.023	8.9	1.63	0.046	2.8
	第四家	0.044	0.0067	15	0.224	0.035	16	1.54	0.14	9.3
	第五家	0.029	0.0010	3.4	0.193	0.019	9.6	0.903	0.14	16
	第六家	0.043	0.0030	7.1	0.253	0.026	10	1.58	0.12	7.6
$\bar{x}$		0.043			0.236			1.35		
$S'$		0.0076			0.024			0.29		
RSD' (%)		18			10			21		
重复性限 $r$		0.010			0.067			0.37		
再现性限 $R$		0.023			0.092			0.87		
MC-LA	第一家	0.041	0.0069	17	0.247	0.035	14	1.49	0.17	12
	第二家	0.062	0.0024	3.9	0.258	0.013	4.9	1.38	0.044	3.2
	第三家	0.043	0.0012	2.9	0.239	0.017	7.2	1.90	0.19	10
	第四家	0.030	0.0025	8.3	0.167	0.019	11	1.39	0.14	10
	第五家	0.036	0.0022	6.2	0.158	0.019	12	1.22	0.13	11
	第六家	0.045	0.0032	7.2	0.180	0.025	14	1.51	0.054	3.6
$\bar{x}$		0.043			0.208			1.48		
$S'$		0.011			0.045			0.23		
RSD' (%)		25			21			15		
重复性限 $r$		0.010			0.063			0.38		
再现性限 $R$		0.031			0.14			0.73		
MC-LY	第一家	0.043	0.0052	12	0.187	0.0092	4.9	1.47	0.29	19
	第二家	0.053	0.0054	10	0.243	0.020	8.1	1.26	0.032	2.5
	第三家	0.056	0.0018	3.2	0.217	0.028	13	2.13	0.028	1.3
	第四家	0.041	0.0038	9.4	0.194	0.019	9.6	1.55	0.20	13
	第五家	0.044	0.0020	4.6	0.150	0.021	14	1.14	0.13	11

目标化合物	实验室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第六家	0.050	0.0040	8.1	0.205	0.040	20	1.53	0.11	7.0
	$\bar{x}$	0.048			0.199			1.51		
	$S'$	0.0061			0.031			0.34		
	RSD' (%)	13			16			23		
	重复性限 $r$	0.011			0.069			0.45		
	再现性限 $R$	0.020			0.11			1.0		
MC-LW	第一家	0.037	0.0061	17	0.280	0.030	11	1.41	0.18	13
	第二家	0.043	0.0013	2.9	0.218	0.017	7.6	1.21	0.044	3.7
	第三家	0.056	0.0010	1.7	0.218	0.028	13	1.76	0.19	11
	第四家	0.051	0.0035	6.9	0.185	0.021	11	1.39	0.091	6.6
	第五家	0.028	0.0022	7.9	0.143	0.021	15	0.909	0.16	17
	第六家	0.034	0.0028	8.4	0.175	0.024	14	1.42	0.13	9.2
	$\bar{x}$	0.042			0.203			1.35		
	$S'$	0.011			0.047			0.28		
	RSD' (%)	26			23			21		
	重复性限 $r$	0.0092			0.067			0.40		
	再现性限 $R$	0.031			0.14			0.87		
MC-LF	第一家	0.050	0.0056	11	0.239	0.021	8.8	1.29	0.21	17
	第二家	0.047	0.0039	8.3	0.253	0.014	5.7	1.27	0.037	2.9
	第三家	0.043	0.0015	3.4	0.249	0.018	7.2	1.63	0.058	3.6
	第四家	0.041	0.0030	7.3	0.182	0.018	9.7	1.46	0.14	9.6
	第五家	0.033	0.0030	9.3	0.166	0.0093	5.6	1.22	0.12	10
	第六家	0.059	0.0078	13	0.190	0.028	15	1.47	0.30	21
	$\bar{x}$	0.046			0.213			1.39		
	$S'$	0.0091			0.038			0.16		
	RSD' (%)	20			18			11		
	重复性限 $r$	0.013			0.053			0.48		
	再现性限 $R$	0.028			0.12			0.62		

### 3.2.2.2 以亮氨酸脑啡肽为内标定量的方法精密度数据汇总

附表331-附表334为6家实验室方法验证结果的精密度测试数据汇总表，具体如下：

附表331 方法精密度测试数据汇总表（空白加标）

单位：μg/L

目标化	实验	低浓度（加标 0.05）	中浓度（加标 0.25）	高浓度（加标 1.80）
-----	----	--------------	--------------	--------------



		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
MC-RR	第一家	0.042	0.0038	9.1	0.203	0.011	5.4	1.48	0.14	9.8
	第二家	0.040	0.0030	7.5	0.207	0.016	7.5	1.12	0.082	7.4
	第三家	0.037	0.0023	6.2	0.231	0.0062	2.7	1.62	0.18	11
	第四家	0.039	0.0028	7.3	0.215	0.014	6.3	1.41	0.13	8.9
	第五家	0.038	0.0024	6.3	0.211	0.013	6.3	1.42	0.16	12
	第六家	0.043	0.0029	6.7	0.216	0.015	6.7	1.49	0.11	7.5
$\bar{x}$		0.040			0.214			1.42		
$S'$		0.0023			0.010			0.17		
RSD' (%)		5.7			4.6			12		
重复性限 $r$		0.0082			0.036			0.39		
再现性限 $R$		0.010			0.043			0.59		
MC-YR	第一家	0.039	0.0036	9.1	0.199	0.019	9.7	1.20	0.069	5.7
	第二家	0.045	0.0034	7.6	0.221	0.013	5.9	1.11	0.097	8.7
	第三家	0.039	0.0030	7.6	0.237	0.011	4.6	1.49	0.12	8.2
	第四家	0.039	0.0033	8.4	0.215	0.023	11	1.45	0.14	9.7
	第五家	0.037	0.0023	6.1	0.215	0.021	9.9	1.73	0.17	9.8
	第六家	0.046	0.0042	9.2	0.204	0.012	6.0	1.21	0.054	4.5
$\bar{x}$		0.041			0.215			1.37		
$S'$		0.0036			0.013			0.23		
RSD' (%)		8.8			6.2			17		
重复性限 $r$		0.0094			0.048			0.32		
再现性限 $R$		0.013			0.058			0.72		
MC-Hty R	第一家	0.039	0.0026	6.7	0.231	0.020	8.7	1.62	0.13	8.2
	第二家	0.043	0.0030	7.0	0.210	0.015	6.9	1.12	0.085	7.6
	第三家	0.038	0.0026	6.8	0.219	0.010	4.5	1.43	0.14	9.9
	第四家	0.035	0.0037	11	0.214	0.038	18	1.44	0.19	13
	第五家	0.038	0.0022	5.7	0.211	0.011	5.4	1.33	0.13	9.9
	第六家	0.039	0.0037	9.2	0.240	0.028	12	1.44	0.24	17
$\bar{x}$		0.039			0.221			1.39		
$S'$		0.0027			0.012			0.16		
RSD' (%)		6.9			5.5			12		
重复性限 $r$		0.0085			0.064			0.45		
再现性限 $R$		0.011			0.067			0.62		
MC-LR	第一家	0.047	0.0025	5.4	0.253	0.034	13	1.79	0.28	15
	第二家	0.046	0.0032	7.0	0.215	0.015	7.2	1.09	0.079	7.3
	第三家	0.038	0.0022	6.0	0.219	0.013	5.8	1.45	0.13	8.9

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第四家	0.040	0.0044	11	0.209	0.022	10	1.61	0.17	11
	第五家	0.036	0.0018	5.1	0.238	0.024	10	1.82	0.16	8.7
	第六家	0.047	0.0031	6.6	0.251	0.021	8.4	1.37	0.11	8.0
$\bar{x}$		0.042			0.231			1.52		
$S'$		0.0050			0.019			0.28		
RSD' (%)		12			8.3			18		
重复性限 $r$		0.0084			0.063			0.46		
再现性限 $R$		0.016			0.078			0.89		
MC-WR	第一家	0.038	0.0039	10	0.248	0.024	9.8	1.46	0.16	11
	第二家	0.046	0.0033	7.2	0.223	0.017	7.7	1.11	0.079	7.1
	第三家	0.040	0.0027	6.6	0.240	0.0090	3.8	1.40	0.056	4.0
	第四家	0.040	0.0040	10	0.224	0.029	13	1.38	0.13	9.6
	第五家	0.033	0.0027	8.2	0.202	0.016	8.1	1.59	0.090	5.7
	第六家	0.040	0.0031	7.8	0.268	0.026	9.8	1.31	0.12	9.2
$\bar{x}$		0.040			0.234			1.37		
$S'$		0.0041			0.023			0.16		
RSD' (%)		10			10			12		
重复性限 $r$		0.0094			0.060			0.31		
再现性限 $R$		0.014			0.084			0.53		
MC-LA	第一家	0.035	0.0036	10	0.203	0.021	10	1.93	0.28	14
	第二家	0.056	0.0033	5.9	0.260	0.019	7.3	1.41	0.12	8.6
	第三家	0.037	0.0027	7.3	0.231	0.0050	2.2	1.68	0.050	3.0
	第四家	0.033	0.0025	7.5	0.169	0.028	17	1.33	0.15	12
	第五家	0.038	0.0026	6.7	0.210	0.015	7.3	1.37	0.019	1.4
	第六家	0.042	0.0029	7.0	0.168	0.038	23	1.56	0.22	14
$\bar{x}$		0.040			0.207			1.55		
$S'$		0.0084			0.036			0.23		
RSD' (%)		21			17			15		
重复性限 $r$		0.0082			0.066			0.47		
再现性限 $R$		0.025			0.12			0.77		
MC-LY	第一家	0.034	0.0024	7.1	0.219	0.024	11	1.52	0.10	6.7
	第二家	0.047	0.0035	7.5	0.222	0.018	8.2	1.09	0.080	7.3
	第三家	0.038	0.0028	7.4	0.240	0.012	5.2	1.56	0.13	8.1
	第四家	0.034	0.0026	7.8	0.179	0.022	12	1.53	0.22	15
	第五家	0.037	0.0026	7.1	0.240	0.019	8.0	1.53	0.14	9.2

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第六家	0.042	0.0031	7.4	0.213	0.043	20	1.76	0.22	13
	$\bar{x}$	0.039			0.219			1.50		
	$S'$	0.0052			0.023			0.22		
	RSD' (%)	13			10			15		
	重复性限 $r$	0.0081			0.071			0.45		
	再现性限 $R$	0.016			0.091			0.74		
MC-LW	第一家	0.041	0.0036	8.7	0.193	0.035	18	1.32	0.23	17
	第二家	0.041	0.0033	8.2	0.201	0.019	9.3	1.10	0.12	11
	第三家	0.037	0.0026	6.9	0.245	0.012	4.7	1.51	0.047	3.1
	第四家	0.049	0.0025	5.0	0.177	0.016	9.1	1.33	0.054	4.1
	第五家	0.036	0.0023	6.3	0.219	0.025	11	1.42	0.054	3.8
	第六家	0.041	0.0040	9.8	0.191	0.020	10	1.42	0.13	9.4
	$\bar{x}$	0.041			0.204			1.35		
	$S'$	0.0045			0.024			0.14		
	RSD' (%)	11			12			10		
	重复性限 $r$	0.0087			0.063			0.35		
	再现性限 $R$	0.015			0.088			0.50		
MC-LF	第一家	0.050	0.0028	5.7	0.204	0.037	18	1.63	0.25	16
	第二家	0.061	0.0045	7.4	0.250	0.020	7.9	1.29	0.10	7.8
	第三家	0.036	0.0028	7.9	0.222	0.010	4.7	1.64	0.16	9.6
	第四家	0.040	0.0038	9.7	0.174	0.013	7.5	1.61	0.11	6.6
	第五家	0.038	0.0026	6.9	0.223	0.017	7.7	1.54	0.14	9.1
	第六家	0.044	0.0039	8.9	0.223	0.035	16	1.91	0.41	21
	$\bar{x}$	0.045			0.216			1.60		
	$S'$	0.0093			0.025			0.20		
	RSD' (%)	21			12			12		
	重复性限 $r$	0.010			0.068			0.62		
	再现性限 $R$	0.027			0.094			0.79		

附表 332 方法精密度测试数据汇总表（地表水样品）

单位：μg/L

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
MC-RR	第一家	0.038	0.0011	2.9	0.185	0.0051	2.8	1.44	0.10	6.9

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第二家	0.041	0.0013	3.2	0.199	0.0045	2.3	1.09	0.088	8.1
	第三家	0.037	0.00057	1.6	0.206	0.014	6.9	1.39	0.12	8.7
	第四家	0.039	0.00073	1.9	0.204	0.0031	1.5	1.35	0.091	6.7
	第五家	0.037	0.00032	0.86	0.207	0.011	5.3	1.39	0.15	10
	第六家	0.042	0.0019	4.5	0.209	0.0055	2.6	1.56	0.059	3.8
$\bar{x}$		0.039			0.202			1.37		
$S'$		0.0020			0.0087			0.15		
RSD' (%)		5.2			4.3			11		
重复性限 $r$		0.0031			0.023			0.29		
再现性限 $R$		0.0064			0.032			0.51		
MC-YR	第一家	0.036	0.0052	14	0.172	0.018	11	1.27	0.065	5.1
	第二家	0.047	0.0023	5.0	0.210	0.0066	3.1	1.12	0.069	6.2
	第三家	0.042	0.0015	3.7	0.232	0.013	5.5	1.54	0.091	5.9
	第四家	0.039	0.0039	9.9	0.190	0.019	9.9	1.42	0.22	15
	第五家	0.038	0.0045	12	0.159	0.024	15	1.37	0.16	12
	第六家	0.042	0.0027	6.4	0.190	0.016	8.6	1.64	0.11	7.0
$\bar{x}$		0.041			0.192			1.39		
$S'$		0.0038			0.026			0.19		
RSD' (%)		9.2			14			13		
重复性限 $r$		0.010			0.048			0.37		
再现性限 $R$		0.014			0.085			0.62		
MC-Hty R	第一家	0.037	0.0010	2.8	0.210	0.0069	3.3	1.51	0.13	8.7
	第二家	0.046	0.0013	2.8	0.204	0.0058	2.9	1.08	0.058	5.4
	第三家	0.039	0.0017	4.5	0.217	0.016	7.2	1.41	0.18	13
	第四家	0.035	0.0019	5.4	0.210	0.025	12	1.46	0.12	8.6
	第五家	0.035	0.0010	2.9	0.208	0.012	5.8	1.28	0.19	15
	第六家	0.032	0.0043	13	0.225	0.025	11	1.56	0.094	6.0
$\bar{x}$		0.037			0.212			1.38		
$S'$		0.0047			0.0076			0.18		
RSD' (%)		13			3.6			13		
重复性限 $r$		0.0061			0.048			0.38		
再现性限 $R$		0.014			0.048			0.60		
MC-LR	第一家	0.044	0.0034	7.8	0.213	0.021	9.9	1.78	0.18	10
	第二家	0.047	0.0018	3.9	0.206	0.0075	3.7	1.08	0.062	5.8
	第三家	0.037	0.0018	5.0	0.212	0.014	6.5	1.43	0.091	6.3

目标化 合物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第四家	0.041	0.0023	5.6	0.195	0.010	5.0	1.50	0.10	6.8
	第五家	0.042	0.0048	12	0.189	0.025	13	1.57	0.16	10
	第六家	0.046	0.0045	9.9	0.234	0.020	8.6	1.57	0.12	7.9
$\bar{x}$		0.043			0.208			1.49		
$S'$		0.0038			0.016			0.23		
RSD' (%)		9.0			7.7			15		
重复性限 $r$		0.0094			0.049			0.36		
再现性限 $R$		0.014			0.063			0.72		
MC-WR	第一家	0.033	0.0051	16	0.204	0.023	11	1.47	0.28	19
	第二家	0.049	0.0012	2.6	0.207	0.0041	2.0	1.10	0.065	5.9
	第三家	0.041	0.00058	1.4	0.234	0.013	5.6	1.45	0.14	9.6
	第四家	0.036	0.0022	6.2	0.204	0.011	5.5	1.47	0.12	8.0
	第五家	0.035	0.0055	16	0.171	0.030	18	1.44	0.21	15
	第六家	0.041	0.0048	12	0.259	0.026	10	1.59	0.11	6.8
$\bar{x}$		0.039			0.213			1.42		
$S'$		0.0057			0.030			0.16		
RSD' (%)		15			14			12		
重复性限 $r$		0.011			0.057			0.47		
再现性限 $R$		0.019			0.099			0.63		
MC-LA	第一家	0.033	0.0037	11	0.164	0.027	16	1.64	0.29	18
	第二家	0.047	0.0026	5.5	0.228	0.0076	3.3	1.27	0.081	6.4
	第三家	0.036	0.0013	3.6	0.207	0.015	7.2	1.64	0.12	7.4
	第四家	0.033	0.0032	9.7	0.159	0.021	13	1.48	0.14	9.6
	第五家	0.039	0.0025	6.4	0.186	0.017	9.0	1.35	0.092	6.8
	第六家	0.040	0.0029	7.4	0.169	0.021	13	1.60	0.16	10
$\bar{x}$		0.038			0.185			1.50		
$S'$		0.0053			0.027			0.16		
RSD' (%)		14			15			10		
重复性限 $r$		0.0078			0.053			0.46		
再现性限 $R$		0.016			0.090			0.61		
MC-LY	第一家	0.037	0.0052	14	0.189	0.0083	4.4	1.32	0.19	15
	第二家	0.055	0.0019	3.5	0.224	0.019	8.4	1.15	0.13	11
	第三家	0.048	0.0025	5.1	0.275	0.015	5.3	1.77	0.23	13
	第四家	0.035	0.0031	9.0	0.176	0.017	9.9	1.44	0.15	11
	第五家	0.050	0.0050	9.9	0.190	0.024	13	1.17	0.16	14

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第六家	0.037	0.0089	24	0.163	0.016	9.7	1.66	0.22	13
	$\bar{x}$	0.044			0.203			1.42		
	$S'$	0.0085			0.041			0.25		
	RSD' (%)	20			20			18		
	重复性限 $r$	0.014			0.048			0.52		
	再现性限 $R$	0.027			0.12			0.86		
MC-LW	第一家	0.038	0.0076	20	0.181	0.021	11	1.36	0.14	10
	第二家	0.042	0.0016	3.8	0.193	0.010	5.1	1.11	0.091	8.2
	第三家	0.048	0.0015	3.0	0.224	0.027	12	2.04	0.14	7.0
	第四家	0.049	0.0012	2.4	0.161	0.012	7.2	1.37	0.24	18
	第五家	0.033	0.0037	11	0.158	0.021	13	1.19	0.075	6.3
	第六家	0.034	0.0025	7.4	0.144	0.015	10	1.60	0.17	11
	$\bar{x}$	0.041			0.177			1.45		
	$S'$	0.0068			0.029			0.34		
	RSD' (%)	17			16			23		
	重复性限 $r$	0.010			0.052			0.43		
	再现性限 $R$	0.021			0.094			1.0		
MC-LF	第一家	0.038	0.0064	17	0.167	0.012	7.2	1.42	0.24	17
	第二家	0.056	0.0062	11	0.219	0.0046	2.1	1.17	0.069	5.9
	第三家	0.037	0.0012	3.3	0.216	0.012	5.3	1.61	0.19	12
	第四家	0.039	0.0013	3.4	0.170	0.029	17	1.46	0.17	12
	第五家	0.038	0.0033	8.7	0.185	0.017	9.2	1.24	0.14	11
	第六家	0.038	0.0055	15	0.169	0.015	8.9	1.70	0.19	11
	$\bar{x}$	0.041			0.188			1.43		
	$S'$	0.0075			0.024			0.21		
	RSD' (%)	18			13			14		
	重复性限 $r$	0.013			0.047			0.49		
	再现性限 $R$	0.024			0.079			0.73		

附表 333 方法精密度测试数据汇总表（地下水样品）

单位：μg/L

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
MC-RR	第一家	0.038	0.0036	9.6	0.193	0.011	5.7	1.44	0.14	9.5

目标化 合物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第二家	0.043	0.0024	5.5	0.202	0.0064	3.2	1.11	0.075	6.8
	第三家	0.048	0.0028	5.9	0.230	0.011	4.7	1.38	0.16	12
	第四家	0.042	0.0015	3.6	0.214	0.011	4.9	1.37	0.13	9.3
	第五家	0.039	0.0014	3.6	0.208	0.015	7.4	1.40	0.17	12
	第六家	0.041	0.0015	3.6	0.210	0.015	7.4	1.35	0.13	9.9
$\bar{x}$		0.042			0.210			1.34		
$S'$		0.0034			0.012			0.12		
RSD' (%)		8.2			5.9			8.7		
重复性限 $r$		0.0066			0.034			0.39		
再现性限 $R$		0.011			0.046			0.48		
MC-YR	第一家	0.034	0.0062	18	0.195	0.014	7.0	1.29	0.081	6.2
	第二家	0.049	0.0037	7.5	0.218	0.0071	3.3	1.15	0.10	8.8
	第三家	0.047	0.0044	9.4	0.242	0.0074	3.0	1.52	0.067	4.4
	第四家	0.043	0.0042	9.8	0.203	0.0075	3.7	1.36	0.11	8.4
	第五家	0.041	0.0029	6.9	0.169	0.022	13	1.37	0.14	10
	第六家	0.041	0.0019	4.7	0.191	0.030	16	1.29	0.094	7.3
$\bar{x}$		0.042			0.203			1.33		
$S'$		0.0052			0.025			0.12		
RSD' (%)		12			12			9.1		
重复性限 $r$		0.012			0.048			0.29		
再现性限 $R$		0.018			0.082			0.43		
MC-Hty R	第一家	0.037	0.0033	8.9	0.204	0.016	7.5	1.44	0.20	14
	第二家	0.049	0.0027	5.5	0.208	0.0075	3.6	1.15	0.10	8.3
	第三家	0.044	0.0030	6.9	0.219	0.012	5.3	1.36	0.19	14
	第四家	0.039	0.0025	6.5	0.213	0.021	9.9	1.51	0.22	15
	第五家	0.039	0.0013	3.3	0.218	0.014	6.6	1.33	0.23	17
	第六家	0.032	0.0030	9.1	0.220	0.019	8.9	1.23	0.19	15
$\bar{x}$		0.040			0.213			1.34		
$S'$		0.0057			0.007			0.13		
RSD' (%)		14			3.1			9.7		
重复性限 $r$		0.0076			0.044			0.54		
再现性限 $R$		0.017			0.044			0.61		
MC-LR	第一家	0.046	0.0085	19	0.270	0.026	9.7	1.93	0.23	12
	第二家	0.049	0.0026	5.3	0.214	0.0072	3.4	1.13	0.077	6.8
	第三家	0.040	0.0032	7.9	0.214	0.010	4.6	1.46	0.064	4.4

目标化 合物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第四家	0.042	0.0013	3.2	0.213	0.021	10	1.51	0.21	14
	第五家	0.044	0.0041	9.3	0.201	0.020	9.9	1.62	0.15	9.4
	第六家	0.041	0.0042	10	0.222	0.0071	3.2	1.38	0.11	7.7
$\bar{x}$		0.044			0.222			1.51		
$S'$		0.0035			0.024			0.27		
RSD' (%)		8.0			11			18		
重复性限 $r$		0.013			0.048			0.43		
再现性限 $R$		0.015			0.081			0.84		
MC-WR	第一家	0.039	0.0059	15	0.201	0.029	14	1.41	0.22	16
	第二家	0.051	0.0031	6.0	0.208	0.0087	4.2	1.12	0.073	6.5
	第三家	0.042	0.0031	7.3	0.233	0.012	5.0	1.41	0.14	10
	第四家	0.040	0.0021	5.3	0.219	0.038	17	1.45	0.29	20
	第五家	0.038	0.0053	14	0.182	0.025	14	1.46	0.25	17
	第六家	0.036	0.0054	15	0.240	0.039	16	1.40	0.16	12
$\bar{x}$		0.041			0.214			1.37		
$S'$		0.0053			0.021			0.13		
RSD' (%)		13			10			9.3		
重复性限 $r$		0.012			0.078			0.57		
再现性限 $R$		0.019			0.093			0.63		
MC-LA	第一家	0.033	0.0029	8.6	0.202	0.025	12	1.92	0.27	14
	第二家	0.046	0.0045	9.6	0.236	0.011	4.5	1.29	0.091	7.1
	第三家	0.043	0.0022	5.0	0.237	0.0089	3.8	1.67	0.13	7.5
	第四家	0.035	0.0037	11	0.171	0.021	12	1.46	0.14	9.4
	第五家	0.044	0.0032	7.3	0.198	0.019	9.7	1.43	0.16	12
	第六家	0.039	0.0039	10	0.161	0.027	17	1.54	0.19	12
$\bar{x}$		0.040			0.201			1.55		
$S'$		0.0053			0.032			0.22		
RSD' (%)		13			16			14		
重复性限 $r$		0.010			0.055			0.49		
再现性限 $R$		0.017			0.10			0.76		
MC-LY	第一家	0.039	0.0059	15	0.205	0.032	15	1.45	0.28	19
	第二家	0.054	0.0025	4.7	0.234	0.0036	1.5	1.24	0.10	8.4
	第三家	0.041	0.0031	7.4	0.274	0.026	9.4	1.66	0.24	15
	第四家	0.037	0.0038	10	0.180	0.024	13	1.43	0.31	22
	第五家	0.057	0.0045	7.8	0.209	0.024	12	1.26	0.23	18



目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第六家	0.036	0.0043	12	0.197	0.014	6.9	1.37	0.30	22
	$\bar{x}$	0.044			0.217			1.40		
	$S'$	0.0093			0.033			0.15		
	RSD' (%)	21			15			11		
	重复性限 $r$	0.012			0.063			0.71		
	再现性限 $R$	0.028			0.11			0.78		
MC-LW	第一家	0.039	0.0070	18	0.182	0.032	17	1.35	0.25	18
	第二家	0.044	0.0040	9.0	0.197	0.016	7.9	1.15	0.11	9.4
	第三家	0.052	0.0040	7.8	0.273	0.016	5.7	1.92	0.078	4.1
	第四家	0.051	0.0038	7.4	0.176	0.017	9.5	1.37	0.18	13
	第五家	0.040	0.0060	15	0.167	0.030	18	1.24	0.18	15
	第六家	0.037	0.0038	10	0.149	0.022	15	1.28	0.20	15
	$\bar{x}$	0.044			0.191			1.39		
	$S'$	0.0063			0.043			0.27		
	RSD' (%)	14			23			20		
	重复性限 $r$	0.014			0.064			0.49		
	再现性限 $R$	0.022			0.14			0.89		
MC-LF	第一家	0.038	0.0048	13	0.175	0.017	9.9	1.59	0.24	15
	第二家	0.047	0.0039	8.5	0.228	0.0063	2.8	1.18	0.070	6.0
	第三家	0.052	0.00076	1.5	0.236	0.025	10	1.53	0.22	14
	第四家	0.041	0.0045	11	0.186	0.019	10	1.57	0.26	17
	第五家	0.045	0.0045	10	0.199	0.022	11	1.31	0.21	16
	第六家	0.032	0.0066	21	0.168	0.023	14	1.37	0.11	8.4
	$\bar{x}$	0.043			0.199			1.43		
	$S'$	0.0070			0.028			0.17		
	RSD' (%)	17			14			12		
	重复性限 $r$	0.013			0.055			0.55		
	再现性限 $R$	0.023			0.093			0.69		

附表 334 方法精密度测试数据汇总表（海水样品）

单位：μg/L

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
MC-RR	第一家	0.043	0.0029	6.6	0.205	0.0031	1.5	1.54	0.14	9.0

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第二家	0.042	0.0020	4.8	0.215	0.012	5.7	1.19	0.047	4.0
	第三家	0.037	0.0019	5.0	0.219	0.012	5.5	1.67	0.055	3.3
	第四家	0.042	0.00094	2.2	0.220	0.011	4.9	1.49	0.042	2.9
	第五家	0.040	0.00064	1.6	0.211	0.015	7.3	1.57	0.052	3.3
	第六家	0.043	0.0010	2.3	0.219	0.016	7.2	1.61	0.088	5.5
$\bar{x}$		0.041			0.215			1.51		
$S'$		0.0022			0.0059			0.17		
RSD' (%)		5.4			2.8			11		
重复性限 $r$		0.0049			0.034			0.22		
再现性限 $R$		0.0076			0.035			0.52		
MC-YR	第一家	0.039	0.0052	13	0.200	0.017	8.7	1.29	0.17	13
	第二家	0.049	0.0031	6.3	0.234	0.011	4.8	1.21	0.051	4.2
	第三家	0.044	0.0025	5.7	0.221	0.011	4.9	1.68	0.014	0.82
	第四家	0.039	0.0032	8.0	0.213	0.029	14	1.43	0.12	8.2
	第五家	0.035	0.0019	5.4	0.128	0.015	12	1.24	0.19	15
	第六家	0.043	0.0038	8.7	0.221	0.018	8.1	1.56	0.084	5.4
$\bar{x}$		0.042			0.203			1.40		
$S'$		0.0049			0.038			0.19		
RSD' (%)		12			19			13		
重复性限 $r$		0.010			0.050			0.33		
再现性限 $R$		0.016			0.12			0.60		
MC-Hty R	第一家	0.041	0.0025	5.9	0.241	0.0078	3.2	1.65	0.18	11
	第二家	0.048	0.0017	3.6	0.225	0.0079	3.5	1.18	0.061	5.1
	第三家	0.040	0.0029	7.1	0.228	0.020	8.8	1.60	0.034	2.1
	第四家	0.041	0.0036	8.7	0.224	0.029	13	1.64	0.12	7.4
	第五家	0.037	0.00051	1.4	0.207	0.016	7.9	1.47	0.028	1.9
	第六家	0.037	0.0044	12	0.214	0.021	9.8	1.54	0.13	8.5
$\bar{x}$		0.041			0.223			1.51		
$S'$		0.0042			0.012			0.18		
RSD' (%)		10			5.2			12		
重复性限 $r$		0.0081			0.052			0.30		
再现性限 $R$		0.014			0.058			0.57		
MC-LR	第一家	0.053	0.0023	4.4	0.260	0.022	8.5	1.86	0.12	6.3
	第二家	0.049	0.0022	4.5	0.226	0.011	5.0	1.17	0.035	3.0
	第三家	0.038	0.0021	5.6	0.215	0.018	8.5	1.54	0.013	0.88

目标化 合物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第四家	0.046	0.0020	4.3	0.224	0.025	11	1.62	0.15	9.5
	第五家	0.037	0.0034	9.2	0.160	0.017	11	1.47	0.15	10
	第六家	0.046	0.0016	3.5	0.249	0.0065	2.6	1.61	0.074	4.6
$\bar{x}$		0.045			0.222			1.54		
$S'$		0.0063			0.035			0.22		
RSD' (%)		14			16			14		
重复性限 $r$		0.0066			0.050			0.29		
再现性限 $R$		0.019			0.11			0.68		
MC-WR	第一家	0.040	0.0079	20	0.211	0.012	5.8	1.48	0.25	17
	第二家	0.050	0.0025	5.0	0.235	0.014	5.8	1.18	0.056	4.7
	第三家	0.042	0.0015	3.6	0.240	0.020	8.4	1.55	0.042	2.7
	第四家	0.043	0.0065	15	0.237	0.027	11	1.55	0.14	9.1
	第五家	0.031	0.0019	6.1	0.133	0.023	17	1.33	0.23	17
	第六家	0.044	0.0031	7.0	0.244	0.022	8.9	1.54	0.12	7.5
$\bar{x}$		0.042			0.217			1.44		
$S'$		0.0065			0.043			0.15		
RSD' (%)		16			20			10		
重复性限 $r$		0.013			0.057			0.45		
再现性限 $R$		0.022			0.13			0.59		
MC-LA	第一家	0.034	0.0032	9.2	0.195	0.030	15	1.65	0.22	13
	第二家	0.046	0.0035	7.6	0.256	0.0085	3.3	1.38	0.062	4.5
	第三家	0.038	0.0022	5.8	0.221	0.015	6.7	1.79	0.19	10
	第四家	0.034	0.0017	5.1	0.167	0.014	8.6	1.46	0.083	5.7
	第五家	0.037	0.0022	5.8	0.158	0.020	13	1.19	0.14	12
	第六家	0.040	0.0025	6.4	0.174	0.013	7.3	1.52	0.056	3.7
$\bar{x}$		0.038			0.195			1.50		
$S'$		0.0042			0.037			0.21		
RSD' (%)		11			19			14		
重复性限 $r$		0.0073			0.051			0.39		
再现性限 $R$		0.014			0.11			0.68		
MC-LY	第一家	0.041	0.0067	17	0.181	0.0087	4.8	1.49	0.24	16
	第二家	0.054	0.0049	9.1	0.241	0.015	6.2	1.26	0.056	4.4
	第三家	0.051	0.0030	5.9	0.282	0.020	6.9	2.04	0.017	0.85
	第四家	0.041	0.0029	6.9	0.192	0.017	8.7	1.71	0.15	8.8
	第五家	0.045	0.0020	4.4	0.150	0.021	14	1.12	0.14	12

目标化合物	实验室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第六家	0.031	0.0029	9.2	0.187	0.025	13	1.69	0.14	8.1
	$\bar{x}$	0.044			0.206			1.55		
	$S'$	0.0082			0.048			0.33		
	RSD' (%)	19			23			22		
	重复性限 $r$	0.011			0.051			0.40		
	再现性限 $R$	0.025			0.14			1.0		
MC-LW	第一家	0.041	0.0051	12	0.192	0.022	11	1.20	0.16	14
	第二家	0.045	0.0011	2.5	0.217	0.011	5.3	1.21	0.040	3.3
	第三家	0.055	0.0014	2.6	0.199	0.028	14	1.48	0.14	9.7
	第四家	0.052	0.0028	5.4	0.173	0.033	19	1.40	0.10	7.0
	第五家	0.029	0.0021	7.3	0.114	0.026	23	0.889	0.16	19
	第六家	0.031	0.0016	5.0	0.162	0.026	16	1.64	0.18	11
	$\bar{x}$	0.042			0.176			1.30		
	$S'$	0.010			0.036			0.26		
	RSD' (%)	25			21			20		
	重复性限 $r$	0.0076			0.071			0.39		
	再现性限 $R$	0.030			0.12			0.82		
MC-LF	第一家	0.041	0.0049	12	0.188	0.014	7.3	1.55	0.28	18
	第二家	0.047	0.0037	7.9	0.200	0.028	14	1.26	0.056	4.4
	第三家	0.039	0.0025	6.5	0.208	0.031	15	1.96	0.032	1.7
	第四家	0.042	0.0024	5.9	0.187	0.0070	3.8	1.87	0.29	16
	第五家	0.034	0.0029	8.7	0.142	0.028	19	1.20	0.13	11
	第六家	0.035	0.0044	13	0.165	0.019	12	1.53	0.20	13
	$\bar{x}$	0.040			0.182			1.56		
	$S'$	0.0047			0.024			0.31		
	RSD' (%)	12			13			20		
	重复性限 $r$	0.010			0.064			0.54		
	再现性限 $R$	0.016			0.090			1.0		

### 3.2.2.3 以环孢菌素-A, $^{13}\text{C}_2$ , $d_4$ 为内标定量的方法精密度数据汇总

附表335-附表338为6家实验室方法验证结果的精密度测试数据汇总表，具体如下：

附表 335 方法精密度测试数据汇总表（空白加标）

单位：μg/L

目标化	实验	低浓度（加标 0.05）	中浓度（加标 0.25）	高浓度（加标 1.80）
-----	----	--------------	--------------	--------------

		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
MC-RR	第一家	0.043	0.0030	7.1	0.227	0.013	5.8	1.36	0.14	11
	第二家	0.040	0.0034	8.5	0.206	0.015	7.5	1.16	0.10	8.6
	第三家	0.036	0.0025	7.0	0.236	0.016	6.6	1.68	0.20	12
	第四家	0.039	0.0026	6.7	0.213	0.017	7.8	1.42	0.12	8.3
	第五家	0.037	0.0026	7.1	0.192	0.010	5.2	1.32	0.14	10
	第六家	0.043	0.0021	4.9	0.198	0.014	7.3	1.52	0.19	13
$\bar{x}$		0.040			0.212			1.41		
$S'$		0.0028			0.017			0.18		
RSD' (%)		7.1			8.1			13		
重复性限 $r$		0.0077			0.040			0.42		
再现性限 $R$		0.011			0.061			0.63		
MC-YR	第一家	0.041	0.0031	7.5	0.226	0.023	10	1.56	0.086	5.6
	第二家	0.046	0.0032	7.0	0.220	0.012	5.3	1.15	0.12	10
	第三家	0.038	0.0031	8.1	0.237	0.018	7.4	1.51	0.15	9.7
	第四家	0.034	0.0032	9.5	0.213	0.025	12	1.41	0.13	9.5
	第五家	0.036	0.0021	5.8	0.209	0.018	8.5	1.73	0.15	8.6
	第六家	0.043	0.0033	7.7	0.179	0.010	5.8	1.50	0.20	13
$\bar{x}$		0.040			0.214			1.48		
$S'$		0.0047			0.020			0.19		
RSD' (%)		12			9.2			13		
重复性限 $r$		0.0085			0.052			0.40		
再现性限 $R$		0.015			0.072			0.64		
MC-Hty R	第一家	0.043	0.0035	8.2	0.200	0.014	7.1	1.47	0.16	11
	第二家	0.047	0.0034	7.2	0.208	0.014	6.7	1.16	0.10	8.8
	第三家	0.037	0.0026	6.9	0.220	0.016	7.2	1.45	0.16	11
	第四家	0.033	0.0025	7.5	0.205	0.040	19	1.23	0.15	12
	第五家	0.036	0.0025	7.1	0.191	0.0080	4.2	1.24	0.11	8.6
	第六家	0.039	0.0029	7.4	0.221	0.025	11	1.50	0.23	15
$\bar{x}$		0.039			0.207			1.34		
$S'$		0.0050			0.011			0.15		
RSD' (%)		13			5.5			11		
重复性限 $r$		0.0082			0.062			0.44		
再现性限 $R$		0.016			0.065			0.58		
MC-LR	第一家	0.034	0.0022	6.3	0.229	0.020	8.8	1.74	0.16	8.9
	第二家	0.046	0.0033	7.1	0.213	0.015	6.8	1.13	0.093	8.3
	第三家	0.036	0.0020	5.6	0.220	0.019	8.5	1.48	0.15	10

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第四家	0.038	0.0043	11	0.205	0.025	12	1.39	0.14	9.9
	第五家	0.035	0.0024	7.0	0.192	0.016	8.5	1.49	0.12	8.3
	第六家	0.047	0.0048	10	0.226	0.013	5.9	1.44	0.15	11
$\bar{x}$		0.039			0.214			1.44		
$S'$		0.0056			0.014			0.20		
RSD' (%)		14			6.5			14		
重复性限 $r$		0.0094			0.052			0.39		
再现性限 $R$		0.018			0.061			0.66		
MC-WR	第一家	0.036	0.0041	12	0.221	0.028	13	1.48	0.23	15
	第二家	0.045	0.0029	6.6	0.221	0.016	7.1	1.15	0.096	8.4
	第三家	0.039	0.0027	7.0	0.243	0.018	7.3	1.44	0.090	6.2
	第四家	0.039	0.0040	10	0.218	0.027	12	1.28	0.11	8.9
	第五家	0.033	0.0019	5.6	0.226	0.015	6.8	1.88	0.091	4.8
	第六家	0.041	0.0026	6.3	0.219	0.018	8.1	1.35	0.10	7.3
$\bar{x}$		0.039			0.225			1.43		
$S'$		0.0039			0.0093			0.25		
RSD' (%)		10			4.1			18		
重复性限 $r$		0.0088			0.059			0.36		
再现性限 $R$		0.014			0.060			0.78		
MC-LA	第一家	0.040	0.0039	9.6	0.257	0.021	8.4	1.28	0.13	10
	第二家	0.043	0.0031	7.4	0.257	0.017	6.6	1.46	0.14	9.7
	第三家	0.038	0.0026	6.7	0.237	0.014	5.9	1.74	0.10	5.7
	第四家	0.033	0.0034	10	0.166	0.031	18	1.17	0.14	12
	第五家	0.035	0.0020	5.6	0.193	0.011	5.9	1.28	0.010	0.82
	第六家	0.041	0.0027	6.6	0.176	0.024	14	1.58	0.23	14
$\bar{x}$		0.038			0.214			1.42		
$S'$		0.0035			0.041			0.21		
RSD' (%)		9.2			19			15		
重复性限 $r$		0.0084			0.058			0.39		
再现性限 $R$		0.013			0.13			0.70		
MC-LY	第一家	0.036	0.0041	11	0.214	0.020	9.6	1.62	0.23	14
	第二家	0.043	0.0035	8.1	0.220	0.017	7.5	1.13	0.083	7.4
	第三家	0.038	0.0025	6.5	0.242	0.021	8.5	1.59	0.15	9.4
	第四家	0.031	0.0023	7.5	0.179	0.024	13	1.40	0.20	14
	第五家	0.034	0.0023	6.9	0.224	0.014	6.4	1.43	0.11	8.0

目标化 合物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第六家	0.039	0.0035	9.0	0.198	0.038	19	1.84	0.10	5.5
	$\bar{x}$	0.037			0.213			1.50		
	$S'$	0.0040			0.022			0.24		
	RSD' (%)	11			10			16		
	重复性限 $r$	0.0087			0.066			0.43		
	再现性限 $R$	0.014			0.086			0.79		
MC-LW	第一家	0.033	0.0034	10	0.185	0.018	9.9	1.43	0.082	5.8
	第二家	0.040	0.0034	8.5	0.200	0.018	8.9	1.14	0.13	12
	第三家	0.037	0.0029	7.8	0.232	0.019	8.2	1.45	0.080	5.5
	第四家	0.045	0.0033	7.3	0.181	0.017	9.6	1.23	0.047	3.8
	第五家	0.035	0.0020	5.6	0.201	0.020	9.7	1.32	0.033	2.5
	第六家	0.041	0.0040	9.8	0.167	0.018	11	1.41	0.091	6.5
	$\bar{x}$	0.039			0.194			1.33		
	$S'$	0.0045			0.022			0.12		
	RSD' (%)	12			11			9.3		
	重复性限 $r$	0.0090			0.051			0.24		
	再现性限 $R$	0.015			0.078			0.41		
MC-LF	第一家	0.046	0.0032	6.9	0.229	0.042	18	1.45	0.25	17
	第二家	0.041	0.0038	9.2	0.245	0.017	7.1	1.32	0.12	8.9
	第三家	0.036	0.0022	6.1	0.225	0.018	7.8	1.68	0.18	11
	第四家	0.035	0.0027	7.8	0.174	0.016	9.4	1.36	0.086	6.3
	第五家	0.035	0.0023	6.5	0.206	0.013	6.2	1.44	0.11	7.8
	第六家	0.042	0.0046	11	0.191	0.025	13	1.74	0.16	9.1
	$\bar{x}$	0.039			0.212			1.50		
	$S'$	0.0045			0.026			0.17		
	RSD' (%)	11			12			11		
	重复性限 $r$	0.0091			0.067			0.45		
	再现性限 $R$	0.015			0.096			0.63		

附表 336 方法精密度测试数据汇总表（地表水样品）

单位：μg/L

目标化 合物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
MC-RR	第一家	0.040	0.00066	1.6	0.222	0.0094	4.2	1.36	0.10	7.5

目标化 合物	实验 室号	低浓度 (加标 0.05)			中浓度 (加标 0.25)			高浓度 (加标 1.80)		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第二家	0.047	0.0017	3.5	0.219	0.0040	1.8	1.21	0.078	6.5
	第三家	0.031	0.00083	2.6	0.178	0.016	9.0	1.24	0.084	6.8
	第四家	0.038	0.00080	2.1	0.198	0.0040	2.0	1.37	0.091	6.7
	第五家	0.032	0.0021	6.4	0.200	0.013	6.5	1.32	0.14	11
	第六家	0.042	0.0016	3.8	0.222	0.025	11	1.58	0.16	10
$\bar{x}$		0.038			0.207			1.35		
$S'$		0.0060			0.018			0.13		
RSD' (%)		16			8.6			10		
重复性限 $r$		0.0038			0.039			0.32		
再现性限 $R$		0.017			0.061			0.47		
MC-YR	第一家	0.038	0.0049	13	0.198	0.017	8.7	1.70	0.092	5.4
	第二家	0.041	0.0045	11	0.230	0.0068	3.0	1.25	0.057	4.6
	第三家	0.035	0.0017	4.9	0.197	0.016	8.2	1.36	0.13	9.6
	第四家	0.032	0.0043	13	0.188	0.019	10	1.39	0.23	16
	第五家	0.034	0.0038	11	0.163	0.021	13	1.41	0.21	15
	第六家	0.042	0.0021	5.0	0.194	0.023	12	1.37	0.095	6.9
$\bar{x}$		0.037			0.195			1.41		
$S'$		0.0041			0.022			0.15		
RSD' (%)		11			11			11		
重复性限 $r$		0.011			0.050			0.42		
再现性限 $R$		0.015			0.076			0.57		
MC-Hty R	第一家	0.039	0.010	26	0.181	0.0088	4.9	1.40	0.10	7.3
	第二家	0.043	0.0028	6.5	0.223	0.0044	2.0	1.20	0.045	3.7
	第三家	0.032	0.0014	4.4	0.184	0.017	9.3	1.23	0.087	7.0
	第四家	0.039	0.0048	12	0.200	0.023	11	1.26	0.11	8.8
	第五家	0.030	0.0022	7.4	0.202	0.013	6.5	1.22	0.19	15
	第六家	0.038	0.0050	13	0.243	0.028	11	1.50	0.20	14
$\bar{x}$		0.037			0.206			1.30		
$S'$		0.0049			0.024			0.12		
RSD' (%)		13			12			9.2		
重复性限 $r$		0.015			0.049			0.38		
再现性限 $R$		0.019			0.080			0.48		
MC-LR	第一家	0.043	0.00067	1.6	0.212	0.0072	3.4	1.68	0.16	9.3
	第二家	0.053	0.0014	2.6	0.225	0.0081	3.6	1.20	0.047	3.9
	第三家	0.031	0.0023	7.6	0.181	0.016	8.7	1.27	0.13	10



目标化 合物	实验 室号	低浓度 (加标 0.05)			中浓度 (加标 0.25)			高浓度 (加标 1.80)		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第四家	0.042	0.0032	7.7	0.192	0.015	8.0	1.30	0.094	7.3
	第五家	0.038	0.0035	9.1	0.162	0.017	10	1.29	0.17	13
	第六家	0.045	0.0042	9.2	0.248	0.030	12	1.57	0.16	10
$\bar{x}$		0.042			0.203			1.39		
$S'$		0.0074			0.031			0.19		
RSD' (%)		18			15			14		
重复性限 $r$		0.0079			0.049			0.37		
再现性限 $R$		0.022			0.098			0.64		
MC-WR	第一家	0.041	0.0040	9.7	0.189	0.020	11	1.52	0.17	11
	第二家	0.040	0.0043	11	0.227	0.0020	0.87	1.22	0.059	4.8
	第三家	0.034	0.0014	4.2	0.201	0.016	7.8	1.28	0.073	5.7
	第四家	0.039	0.0029	7.3	0.194	0.014	7.4	1.38	0.10	6.9
	第五家	0.034	0.0034	10	0.132	0.018	14	1.02	0.16	16
	第六家	0.031	0.0033	11	0.251	0.027	11	1.65	0.21	13
$\bar{x}$		0.037			0.199			1.35		
$S'$		0.0042			0.040			0.23		
RSD' (%)		11			20			17		
重复性限 $r$		0.0093			0.050			0.39		
再现性限 $R$		0.014			0.12			0.73		
MC-LA	第一家	0.033	0.0053	16	0.225	0.028	12	1.34	0.26	19
	第二家	0.036	0.0042	12	0.248	0.0084	3.4	1.46	0.067	4.8
	第三家	0.031	0.0020	6.4	0.179	0.017	9.3	1.47	0.16	11
	第四家	0.033	0.0034	10	0.163	0.014	8.5	1.32	0.13	9.8
	第五家	0.035	0.0014	3.9	0.181	0.013	7.0	1.30	0.12	9.3
	第六家	0.031	0.0034	11	0.152	0.015	9.6	1.35	0.23	17
$\bar{x}$		0.033			0.191			1.37		
$S'$		0.0021			0.037			0.073		
RSD' (%)		6.5			20			5.3		
重复性限 $r$		0.010			0.047			0.48		
再现性限 $R$		0.011			0.11			0.49		
MC-LY	第一家	0.038	0.0038	10	0.177	0.0269	15	1.43	0.27	19
	第二家	0.041	0.0042	10	0.245	0.019	7.7	1.27	0.12	9.5
	第三家	0.040	0.0022	5.5	0.234	0.019	8.1	1.55	0.13	8.3
	第四家	0.027	0.0029	10	0.179	0.017	9.6	1.33	0.15	11
	第五家	0.048	0.0038	7.9	0.186	0.019	10	1.12	0.17	15

目标化合物	实验室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第六家	0.035	0.0088	25	0.158	0.028	18	1.76	0.29	16
	$\bar{x}$	0.038			0.197			1.41		
	$S'$	0.0070			0.035			0.22		
	RSD' (%)	18			18			16		
	重复性限 $r$	0.013			0.061			0.55		
	再现性限 $R$	0.023			0.11			0.80		
MC-LW	第一家	0.034	0.0039	12	0.163	0.0064	3.9	1.29	0.20	16
	第二家	0.048	0.00092	1.9	0.212	0.010	4.9	1.24	0.082	6.7
	第三家	0.038	0.0015	4.0	0.235	0.016	6.8	1.70	0.20	12
	第四家	0.043	0.0011	2.7	0.169	0.010	5.6	1.28	0.22	17
	第五家	0.030	0.0029	9.6	0.152	0.016	10	1.13	0.095	8.4
	第六家	0.034	0.0025	7.2	0.138	0.0082	6.0	1.46	0.13	9.1
	$\bar{x}$	0.038			0.178			1.35		
	$S'$	0.0067			0.037			0.20		
	RSD' (%)	18			21			15		
	重复性限 $r$	0.0067			0.033			0.46		
	再现性限 $R$	0.020			0.11			0.71		
MC-LF	第一家	0.041	0.0076	19	0.219	0.027	12	1.55	0.17	11
	第二家	0.040	0.0022	5.6	0.227	0.017	7.5	1.28	0.055	4.3
	第三家	0.031	0.0017	5.5	0.185	0.014	7.8	1.42	0.11	8.0
	第四家	0.033	0.0030	9.2	0.169	0.022	13	1.24	0.13	10
	第五家	0.034	0.0024	7.2	0.180	0.012	6.7	1.19	0.14	12
	第六家	0.031	0.0037	12	0.154	0.013	8.2	1.58	0.14	9.2
	$\bar{x}$	0.035			0.189			1.38		
	$S'$	0.0043			0.029			0.16		
	RSD' (%)	12			15			12		
	重复性限 $r$	0.011			0.051			0.37		
	再现性限 $R$	0.016			0.094			0.57		

附表 337 方法精密度测试数据汇总表（地下水样品）

单位：μg/L

目标化合物	实验室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
MC-RR	第一家	0.041	0.0038	9.3	0.217	0.011	5.2	1.32	0.12	8.9

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第二家	0.047	0.0019	4.2	0.222	0.010	4.6	1.23	0.072	5.9
	第三家	0.043	0.0036	8.3	0.199	0.019	9.7	1.26	0.11	8.8
	第四家	0.041	0.0037	8.9	0.203	0.014	6.8	1.32	0.11	8.1
	第五家	0.028	0.0066	23	0.194	0.022	11	1.26	0.13	10
	第六家	0.041	0.0023	5.5	0.223	0.016	7.0	1.63	0.19	12
$\bar{x}$		0.040			0.210			1.34		
$S'$		0.0063			0.012			0.15		
RSD' (%)		16			5.9			11		
重复性限 $r$		0.011			0.044			0.35		
再现性限 $R$		0.020			0.053			0.53		
MC-YR	第一家	0.039	0.0050	13	0.221	0.015	6.7	1.67	0.096	5.7
	第二家	0.053	0.0029	5.5	0.238	0.013	5.4	1.26	0.13	10
	第三家	0.042	0.0053	13	0.205	0.021	10	1.36	0.056	4.1
	第四家	0.034	0.0049	14	0.193	0.0084	4.3	1.29	0.11	8.2
	第五家	0.033	0.0063	19	0.168	0.024	14	1.34	0.21	15
	第六家	0.041	0.0025	6.0	0.194	0.030	15	1.49	0.13	9.0
$\bar{x}$		0.040			0.203			1.40		
$S'$		0.0070			0.024			0.15		
RSD' (%)		17			12			11		
重复性限 $r$		0.013			0.056			0.36		
再现性限 $R$		0.023			0.085			0.54		
MC-Hty R	第一家	0.037	0.0040	11	0.198	0.014	6.9	1.41	0.077	5.5
	第二家	0.042	0.0043	10	0.227	0.014	6.3	1.27	0.10	8.2
	第三家	0.040	0.0043	11	0.186	0.018	9.9	1.21	0.13	11
	第四家	0.036	0.0036	9.9	0.196	0.022	11	1.26	0.17	13
	第五家	0.027	0.0065	24	0.204	0.018	8.7	1.21	0.15	12
	第六家	0.038	0.0048	12	0.237	0.017	7.1	1.55	0.13	8.2
$\bar{x}$		0.037			0.208			1.32		
$S'$		0.0051			0.020			0.13		
RSD' (%)		14			9.5			10		
重复性限 $r$		0.013			0.049			0.36		
再现性限 $R$		0.018			0.071			0.50		
MC-LR	第一家	0.047	0.0063	14	0.214	0.014	6.7	1.55	0.21	14
	第二家	0.053	0.0018	3.3	0.233	0.015	6.3	1.24	0.073	5.9
	第三家	0.046	0.0044	9.5	0.182	0.022	12	1.32	0.063	4.8

目标化 合物	实验 室号	低浓度 (加标 0.05)			中浓度 (加标 0.25)			高浓度 (加标 1.80)		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第四家	0.037	0.0045	12	0.202	0.022	11	1.30	0.19	15
	第五家	0.035	0.0057	16	0.167	0.019	11	1.26	0.14	11
	第六家	0.041	0.0026	6.3	0.234	0.013	5.4	1.65	0.10	5.9
$\bar{x}$		0.043			0.205			1.39		
$S'$		0.0068			0.027			0.17		
RSD' (%)		16			13			12		
重复性限 $r$		0.013			0.050			0.39		
再现性限 $R$		0.022			0.088			0.60		
MC-WR	第一家	0.038	0.0050	13	0.238	0.027	12	1.60	0.20	13
	第二家	0.043	0.0043	10	0.227	0.016	6.9	1.23	0.073	6.0
	第三家	0.040	0.0046	11	0.199	0.019	9.3	1.28	0.093	7.3
	第四家	0.028	0.0039	14	0.199	0.035	18	1.30	0.23	18
	第五家	0.033	0.0053	16	0.136	0.018	13	0.969	0.13	13
	第六家	0.028	0.0050	18	0.232	0.046	20	1.66	0.27	16
$\bar{x}$		0.035			0.205			1.34		
$S'$		0.0062			0.038			0.25		
RSD' (%)		18			18			19		
重复性限 $r$		0.013			0.081			0.51		
再现性限 $R$		0.021			0.13			0.85		
MC-LA	第一家	0.040	0.0077	19	0.216	0.029	13	1.24	0.20	16
	第二家	0.037	0.0038	10	0.256	0.020	7.6	1.42	0.092	6.5
	第三家	0.029	0.0025	8.7	0.205	0.027	13	1.52	0.082	5.4
	第四家	0.032	0.0041	13	0.157	0.030	19	1.21	0.075	6.2
	第五家	0.035	0.0056	16	0.187	0.017	8.9	1.30	0.095	7.3
	第六家	0.033	0.0026	7.8	0.178	0.022	12	1.72	0.20	11
$\bar{x}$		0.034			0.200			1.40		
$S'$		0.0038			0.034			0.20		
RSD' (%)		11			17			14		
重复性限 $r$		0.013			0.069			0.38		
再现性限 $R$		0.016			0.11			0.65		
MC-LY	第一家	0.035	0.0057	16	0.213	0.025	12	1.62	0.23	14
	第二家	0.036	0.0031	8.5	0.255	0.0083	3.3	1.36	0.12	8.9
	第三家	0.036	0.0050	14	0.231	0.015	6.4	1.48	0.17	12
	第四家	0.030	0.0054	18	0.164	0.023	14	1.23	0.27	22
	第五家	0.050	0.0057	12	0.199	0.016	8.0	1.13	0.15	14

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第六家	0.033	0.0047	14	0.194	0.039	20	1.83	0.15	8.3
	$\bar{x}$	0.037			0.209			1.44		
	$S'$	0.0067			0.032			0.26		
	RSD' (%)	18			15			18		
	重复性限 $r$	0.014			0.065			0.53		
	再现性限 $R$	0.023			0.11			0.87		
MC-LW	第一家	0.036	0.0046	13	0.174	0.026	15	1.27	0.32	26
	第二家	0.048	0.0035	7.2	0.216	0.023	11	1.27	0.12	9.2
	第三家	0.039	0.0065	17	0.230	0.014	6.2	1.63	0.078	4.8
	第四家	0.045	0.0055	12	0.174	0.017	10	1.24	0.15	12
	第五家	0.033	0.0068	21	0.156	0.023	15	1.12	0.16	14
	第六家	0.037	0.0035	9.3	0.167	0.019	11	1.62	0.18	11
	$\bar{x}$	0.040			0.186			1.36		
	$S'$	0.0058			0.030			0.21		
	RSD' (%)	15			16			16		
	重复性限 $r$	0.015			0.058			0.52		
	再现性限 $R$	0.021			0.099			0.76		
MC-LF	第一家	0.040	0.0065	16	0.217	0.037	17	1.48	0.28	19
	第二家	0.039	0.0029	7.5	0.245	0.014	5.6	1.28	0.072	5.7
	第三家	0.033	0.0043	13	0.200	0.013	6.5	1.38	0.15	11
	第四家	0.034	0.0039	12	0.175	0.026	15	1.25	0.19	15
	第五家	0.035	0.0051	15	0.188	0.016	8.4	1.18	0.13	11
	第六家	0.030	0.0039	13	0.163	0.024	15	1.57	0.36	23
	$\bar{x}$	0.035			0.198			1.36		
	$S'$	0.0039			0.030			0.15		
	RSD' (%)	11			15			11		
	重复性限 $r$	0.013			0.065			0.61		
	再现性限 $R$	0.016			0.10			0.70		

附表 338 方法精密度测试数据汇总表（海水样品）

单位：μg/L

目标化合 物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
MC-RR	第一家	0.045	0.00087	1.9	0.236	0.0038	1.6	1.46	0.11	7.7

目标化 合物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第二家	0.048	0.0018	3.8	0.242	0.016	6.6	1.35	0.043	3.2
	第三家	0.034	0.0074	22	0.183	0.016	8.9	1.32	0.12	9.4
	第四家	0.040	0.00043	1.1	0.208	0.011	5.4	1.49	0.037	2.5
	第五家	0.041	0.0061	15	0.245	0.039	16	1.80	0.15	8.4
	第六家	0.042	0.0015	3.5	0.217	0.018	8.3	1.73	0.084	4.9
$\bar{x}$		0.042			0.222			1.53		
$S'$		0.0046			0.024			0.20		
RSD' (%)		11			11			13		
重复性限 $r$		0.011			0.058			0.28		
再现性限 $R$		0.017			0.086			0.61		
MC-YR	第一家	0.041	0.0038	9.3	0.233	0.021	8.9	1.74	0.20	11
	第二家	0.041	0.0039	9.4	0.261	0.015	5.6	1.37	0.043	3.1
	第三家	0.039	0.0070	18	0.202	0.022	11	1.30	0.090	7.0
	第四家	0.032	0.0029	9.1	0.208	0.025	12	1.42	0.17	12
	第五家	0.035	0.0048	14	0.153	0.022	15	1.52	0.19	12
	第六家	0.043	0.0046	11	0.210	0.025	12	1.42	0.12	8.2
$\bar{x}$		0.038			0.211			1.46		
$S'$		0.0042			0.036			0.15		
RSD' (%)		11			17			11		
重复性限 $r$		0.013			0.061			0.41		
再现性限 $R$		0.017			0.11			0.57		
MC-Hty R	第一家	0.037	0.0028	7.5	0.199	0.0084	4.2	1.45	0.034	2.3
	第二家	0.054	0.0016	2.9	0.251	0.013	5.2	1.33	0.059	4.4
	第三家	0.036	0.0070	19	0.187	0.023	12	1.24	0.10	7.7
	第四家	0.039	0.0034	8.8	0.203	0.033	16	1.44	0.10	7.0
	第五家	0.038	0.0058	15	0.241	0.038	16	1.70	0.13	7.8
	第六家	0.038	0.0047	12	0.215	0.013	5.8	1.46	0.19	13
$\bar{x}$		0.040			0.216			1.44		
$S'$		0.0066			0.025			0.15		
RSD' (%)		16			12			11		
重复性限 $r$		0.013			0.068			0.32		
再现性限 $R$		0.022			0.094			0.52		
MC-LR	第一家	0.046	0.0010	2.2	0.244	0.0066	2.7	1.84	0.18	9.6
	第二家	0.042	0.0021	4.9	0.253	0.015	5.9	1.33	0.039	2.9
	第三家	0.034	0.0077	22	0.177	0.021	12	1.20	0.075	6.2

目标化 合物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第四家	0.038	0.0027	7.2	0.207	0.019	9.2	1.38	0.11	8.0
	第五家	0.038	0.0066	17	0.162	0.023	14	1.44	0.14	9.6
	第六家	0.045	0.0020	4.5	0.252	0.028	11	1.81	0.15	8.3
$\bar{x}$		0.041			0.216			1.50		
$S'$		0.0045			0.040			0.27		
RSD' (%)		11			18			18		
重复性限 $r$		0.012			0.056			0.35		
再现性限 $R$		0.017			0.12			0.81		
MC-WR	第一家	0.036	0.0040	11	0.235	0.022	9.5	1.60	0.085	5.3
	第二家	0.055	0.0015	2.7	0.262	0.016	6.3	1.34	0.048	3.6
	第三家	0.038	0.0090	23	0.199	0.024	12	1.21	0.068	5.6
	第四家	0.031	0.0043	14	0.221	0.025	11	1.36	0.10	7.1
	第五家	0.034	0.0030	8.9	0.121	0.016	13	1.12	0.18	16
	第六家	0.034	0.0091	27	0.219	0.029	13	1.49	0.091	6.1
$\bar{x}$		0.038			0.209			1.35		
$S'$		0.0084			0.048			0.18		
RSD' (%)		22			23			13		
重复性限 $r$		0.016			0.064			0.29		
再现性限 $R$		0.028			0.15			0.56		
MC-LA	第一家	0.039	0.0046	12	0.234	0.014	6.0	1.35	0.22	16
	第二家	0.039	0.0042	11	0.284	0.012	4.2	1.55	0.055	3.5
	第三家	0.035	0.0074	21	0.185	0.018	10	1.41	0.15	11
	第四家	0.021	0.0038	18	0.157	0.016	10	1.37	0.12	9.1
	第五家	0.038	0.0038	10	0.181	0.018	10	1.37	0.16	11
	第六家	0.035	0.0037	11	0.158	0.025	16	1.56	0.12	7.8
$\bar{x}$		0.034			0.200			1.43		
$S'$		0.0067			0.050			0.096		
RSD' (%)		20			25			6.7		
重复性限 $r$		0.013			0.050			0.41		
再现性限 $R$		0.022			0.15			0.46		
MC-LY	第一家	0.038	0.0038	10	0.212	0.030	14	1.44	0.17	12
	第二家	0.060	0.0056	9.3	0.269	0.020	7.6	1.42	0.040	2.8
	第三家	0.047	0.010	23	0.246	0.027	11	1.58	0.10	6.2
	第四家	0.032	0.0046	14	0.186	0.017	9.1	1.63	0.10	5.9
	第五家	0.047	0.0029	6.2	0.170	0.012	6.9	1.28	0.11	8.6

目标化 合物	实验 室号	低浓度（加标 0.05）			中浓度（加标 0.25）			高浓度（加标 1.80）		
		$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
	第六家	0.032	0.0044	14	0.170	0.036	21	1.81	0.089	4.9
	$\bar{x}$	0.043			0.209			1.53		
	$S'$	0.011			0.041			0.19		
	RSD' (%)	26			20			12		
	重复性限 $r$	0.016			0.070			0.30		
	再现性限 $R$	0.034			0.13			0.59		
MC-LW	第一家	0.036	0.0040	11	0.190	0.010	5.5	1.43	0.27	19
	第二家	0.050	0.00088	1.7	0.243	0.017	6.9	1.37	0.049	3.6
	第三家	0.047	0.011	23	0.210	0.016	7.5	1.56	0.091	5.8
	第四家	0.044	0.0031	7.0	0.181	0.022	12	1.33	0.078	5.9
	第五家	0.028	0.0014	4.8	0.141	0.019	13	1.01	0.13	13
	第六家	0.032	0.0028	8.8	0.150	0.027	18	1.53	0.15	9.6
	$\bar{x}$	0.040			0.186			1.37		
	$S'$	0.0088			0.038			0.20		
	RSD' (%)	22			20			15		
	重复性限 $r$	0.014			0.054			0.41		
	再现性限 $R$	0.028			0.12			0.67		
MC-LF	第一家	0.035	0.0042	12	0.235	0.028	12	1.37	0.19	14
	第二家	0.044	0.0045	10	0.218	0.027	13	1.40	0.039	2.8
	第三家	0.036	0.0073	20	0.193	0.019	10	1.53	0.10	6.6
	第四家	0.034	0.0034	10	0.176	0.014	8.1	1.51	0.27	18
	第五家	0.034	0.0024	7.2	0.159	0.011	6.8	1.37	0.078	5.7
	第六家	0.035	0.0029	8.3	0.164	0.038	23	1.57	0.078	4.9
	$\bar{x}$	0.036			0.191			1.46		
	$S'$	0.0037			0.030			0.089		
	RSD' (%)	10			16			6.1		
	重复性限 $r$	0.012			0.069			0.42		
	再现性限 $R$	0.015			0.11			0.45		

结论：

一、内标为节球藻毒素

6家实验室分别对加标浓度为0.05 μg/L、0.25 μg/L和1.80 μg/L的空白样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为5.5%~11%、2.8%~19%和1.3%~18%；实验室内相对标准偏差分别为4.8%~15%、8.0%~14%和11%~15%；重复性限分别为0.0074 μg/L~0.010 μg/L、0.034 μg/L~0.067 μg/L和0.32 μg/L~0.42 μg/L；再现性限分别为0.0087 μg/L~



0.019 µg/L、0.065 µg/L~0.11 µg/L和0.56 µg/L~0.74 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的地表水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为1.3%~18%、0.75%~20%和4.4%~26%；实验室间相对标准偏差分别为9.0%~24%、7.1%~21%和12%~23%；重复性限分别为0.0045 µg/L~0.015 µg/L、0.032 µg/L~0.070 µg/L和0.31µg/L~0.57 µg/L；再现性限分别为0.012 µg/L~0.028 µg/L、0.052 µg/L~0.14 µg/L和0.60 µg/L~1.1 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的地下水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为3.0%~22%、2.2%~19%和2.7%~25%；实验室间相对标准偏差分别为8.2%~26%、8.6%~21%和11%~19%；重复性限分别为0.011 µg/L~0.020 µg/L、0.038 µg/L~0.093 µg/L和0.30 µg/L~0.62 µg/L；再现性限分别为0.016 µg/L~0.033 µg/L、0.064µg/L~0.15 µg/L和0.56 µg/L~0.86 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的海水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为1.5%~17%、2.1%~20%和1.2%~21%；实验室间相对标准偏差分别为11%~26%、9.5%~23%和11%~23%；重复性限分别为0.0042 µg/L~0.013 µg/L、0.040 µg/L~0.069 µg/L和0.19 µg/L~0.48 µg/L；再现性限分别为0.015 µg/L~0.031 µg/L、0.073 µg/L~0.14 µg/L和0.56 µg/L~1.0 µg/L。

## 二、以亮氨酸脑啡肽为内标时的精密度

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的空白样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为5.0%~11%、2.2%~23%和1.4%~21%；实验室间相对标准偏差分别为5.7%~21%、4.6%~17%和10%~18%；重复性限分别为0.0081 µg/L~0.0098 µg/L、0.036 µg/L~0.071 µg/L和0.31 µg/L~0.62 µg/L；再现性限分别为0.010 µg/L~0.027 µg/L、0.043 µg/L~0.12 µg/L和0.50 µg/L~0.89 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的地表水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为0.86%~24%、1.5%~18%和3.8%~19%；实验室间相对标准偏差分别为5.2%~20%、3.6%~20%和10%~23%；重复性限分别为0.0031 µg/L~0.014 µg/L、0.023 µg/L~0.057 µg/L和0.29 µg/L~0.52 µg/L；再现性限分别为0.0064 µg/L~0.027 µg/L、0.032 µg/L~0.12 µg/L和0.51 µg/L~1.0 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的地下水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为1.5%~21%、1.5%~18%和4.1%~22%；实验室间相对标准偏差分别为8.0%~21%、3.1%~23%和8.7%~20%；重复性限分别为0.0066 µg/L~0.014 µg/L、0.034 µg/L~0.078 µg/L和0.29 µg/L~0.71µg/L；再现性限分别为0.011 µg/L~0.028 µg/L、0.046 µg/L~0.14 µg/L和0.43 µg/L~0.89 µg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的海水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为2.2%~20%、1.5%~23%和0.82%~19%；实验室间相对标准偏差分别为5.4%~25%、2.8%~23%和10%~22%；重复性限分别为0.0049 µg/L~0.013 µg/L、0.034 µg/L~0.071 µg/L和0.22 µg/L~0.54 µg/L；再现性限分别为0.0076 µg/L~0.030 µg/L、0.035 µg/L~0.14 µg/L和0.52 µg/L~1.0 µg/L。

## 三、以环孢菌素-A,<sup>13</sup>C<sub>2</sub>,d<sub>4</sub>为内标时的精密度

6家实验室分别对加标浓度为0.05 µg/L、0.25 µg/L和1.80 µg/L的空白样品进行了6次重

复测定：实验室内相对标准偏差分别为4.9%~12%、4.2%~19%和0.82%~17%；实验室间相对标准偏差分别为5.3%~16%、4.1%~19%和9.3%~18%；重复性限分别为0.0077 μg/L~0.010 μg/L、0.040 μg/L~0.067 μg/L和0.24 μg/L~0.45 μg/L；再现性限分别为0.0093 μg/L~0.021 μg/L、0.060 μg/L~0.13 μg/L和0.41 μg/L~0.79 μg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 μg/L、0.25 μg/L和1.80 μg/L的地表水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为1.6%~26%、0.87%~18%和3.7%~19%；实验室间相对标准偏差分别为6.5%~18%、8.6%~21%和4.6%~17%；重复性限分别为0.0038 μg/L~0.015 μg/L、0.033 μg/L~0.061 μg/L和0.32 μg/L~0.55 μg/L；再现性限分别为0.011 μg/L~0.023 μg/L、0.061 μg/L~0.12 μg/L和0.47 μg/L~0.80 μg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 μg/L、0.25 μg/L和1.80 μg/L的地下水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为3.3%~24%、3.3%~20%和4.1%~26%；实验室间相对标准偏差分别为11%~18%、5.9%~18%和10%~19%；重复性限分别为0.011 μg/L~0.015 μg/L、0.044 μg/L~0.081 μg/L和0.35 μg/L~0.61 μg/L；再现性限分别为0.016 μg/L~0.023 μg/L、0.053 μg/L~0.13 μg/L和0.50 μg/L~0.87 μg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 μg/L、0.25 μg/L和1.80 μg/L的海水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为1.1%~27%、1.6%~23%和2.3%~19%；实验室间相对标准偏差分别为10%~26%、11%~25%和6.1%~18%；重复性限分别为0.011 μg/L~0.016 μg/L、0.050 μg/L~0.070 μg/L和0.28 μg/L~0.42 μg/L；再现性限分别为0.015 μg/L~0.034 μg/L、0.086 μg/L~0.15 μg/L和0.45 μg/L~0.81 μg/L。

### 3.2.3 方法正确度数据汇总

#### 3.2.3.1 以节球藻毒素为内标定量的方法正确度数据汇总

附表 339、表 340 为 6 家实验室方法验证结果的正确度测试数据汇总表，具体如下：

附表 339 方法正确度数据汇总表 单位：μg/L

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		空白样品			地表水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
MC-RR	第一家	90.9	102	75.3	91.1	96.1	76.3
	第二家	79.5	80.0	59.2	80.7	81.1	60.2
	第三家	76.9	93.5	88.6	78.7	87.6	81.6
	第四家	86.4	88.1	89.4	79.7	82.0	86.5
	第五家	76.8	83.3	78.9	69.9	81.2	76.3
	第六家	84.0	81.4	88.2	91.3	90.8	90.3
$\bar{P}$ (%)		82.4	88.0	79.9	81.9	86.4	78.5
$S_{\bar{P}}$ (%)		5.7	8.4	11.7	8.2	6.1	10.6

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		空白样品			地表水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
$2S_p$ (%)		11.4	16.9	23.4	16.3	12.3	21.1
MC-YR	第一家	85.7	101	82.4	87.5	94.5	90.7
	第二家	84.2	85.6	59.1	93.5	85.7	61.9
	第三家	80.1	93.8	79.8	87.3	96.7	88.8
	第四家	78.2	88.1	91.7	80.5	76.6	91.6
	第五家	75.4	81.4	92.2	72.3	60.1	71.9
	第六家	82.5	98.9	85.1	90.4	108	95.8
$\bar{P}$ (%)		81.0	91.5	81.7	85.3	86.9	83.4
$S_p$ (%)		3.9	7.8	12.1	7.7	16.8	13.4
$2S_p$ (%)		7.7	15.7	24.2	15.4	33.6	26.8
MC-HtyR	第一家	84.8	72.2	70.7	89.8	70.4	81.4
	第二家	84.1	81.2	59.3	90.6	83.0	59.7
	第三家	74.5	86.8	76.5	80.8	90.4	81.3
	第四家	76.8	79.6	77.1	71.7	76.5	79.4
	第五家	74.8	84.6	75.0	66.4	83.3	71.7
	第六家	75.1	91.4	87.6	85.2	101	88.4
$\bar{P}$ (%)		78.3	82.6	74.4	80.7	84.1	77.0
$S_p$ (%)		4.8	6.6	9.2	9.9	10.7	10.0
$2S_p$ (%)		9.7	13.3	18.5	19.7	21.4	20.0
MC-LR	第一家	78.4	100	91.8	69.7	86.8	95.3
	第二家	84.8	83.1	57.7	93.3	83.8	59.8
	第三家	74.7	87.0	78.0	76.6	88.6	83.0
	第四家	83.2	82.6	86.6	77.9	76.1	82.0
	第五家	69.7	83.1	89.2	80.1	65.8	74.1
	第六家	94.8	95.2	86.3	107	103	84.1
$\bar{P}$ (%)		80.9	88.5	81.6	84.1	84.0	79.7
$S_p$ (%)		8.7	7.4	12.6	13.6	12.6	11.9
$2S_p$ (%)		17.5	14.9	25.2	27.2	25.1	23.8
MC-WR	第一家	83.5	102	84.3	84.0	93.3	75.1
	第二家	81.2	86.2	58.9	96.1	84.5	60.8
	第三家	81.7	96.1	76.0	86.1	98.6	84.6
	第四家	81.9	87.8	79.7	73.4	78.9	87.7
	第五家	66.3	78.9	87.5	61.8	58.1	52.9

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		空白样品			地表水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
	第六家	71.9	99.2	89.6	80.7	112	94.9
	$\bar{P}$ (%)	77.8	91.7	79.3	80.3	87.6	76.0
	$S_{\bar{P}}$ (%)	7.0	8.9	11.2	11.7	18.5	16.3
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	13.9	17.8	22.4	23.5	37.0	32.6
MC-LA	第一家	81.5	95.0	90.5	78.7	79.0	80.5
	第二家	79.7	101	75.0	117	93.3	70.3
	第三家	74.6	93.6	91.8	77.5	87.9	96.3
	第四家	58.3	68.4	69.8	57.4	63.0	79.5
	第五家	75.2	81.9	76.1	75.0	73.0	74.5
	第六家	93.1	79.1	84.5	83.6	72.1	89.9
	$\bar{P}$ (%)	77.0	86.5	81.3	81.6	78.0	81.8
	$S_{\bar{P}}$ (%)	11.4	12.1	9.0	19.6	11.1	9.7
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	22.7	24.3	18.0	39.2	22.2	19.3
MC-LY	第一家	84.2	83.8	79.6	78.3	74.5	72.1
	第二家	79.8	85.8	57.9	110	91.3	63.4
	第三家	79.8	95.8	84.0	100	115	102
	第四家	66.4	73.8	83.2	68.6	71.7	78.4
	第五家	76.2	95.2	85.4	98.3	74.8	64.1
	第六家	83.5	90.0	88.1	101	74.7	97.1
	$\bar{P}$ (%)	78.3	87.4	79.7	92.8	83.7	79.6
	$S_{\bar{P}}$ (%)	6.5	8.2	11.0	15.8	16.9	16.6
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	13.0	16.4	22.1	31.5	33.8	33.3
MC-LW	第一家	77.6	103	80.8	74.5	101	96.5
	第二家	74.6	77.6	58.4	82.9	78.5	61.3
	第三家	71.9	91.6	76.4	94.5	89.2	111
	第四家	91.6	77.6	72.8	96.6	68.9	78.2
	第五家	75.4	86.9	79.5	63.2	62.1	65.4
	第六家	85.0	69.0	84.5	74.7	66.5	88.5
	$\bar{P}$ (%)	79.3	84.3	75.4	81.1	77.7	83.5
	$S_{\bar{P}}$ (%)	7.5	12.2	9.2	12.9	15.0	19.0
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	14.9	24.4	18.4	25.7	29.9	37.9
MC-LF	第一家	89.3	96.0	70.8	93.4	85.2	70.3
	第二家	76.5	97.5	69.2	116	89.8	64.8

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		空白样品			地表水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
	第三家	72.8	89.0	88.5	78.4	90.6	93.3
	第四家	79.1	72.9	80.6	77.5	69.9	76.3
	第五家	76.9	88.3	86.0	72.9	72.7	68.4
	第六家	106	90.2	97.5	94.5	66.8	94.9
	$\bar{P}$ (%)	83.4	89.0	82.1	88.7	79.2	78.0
	$S_{\bar{P}}$ (%)	12.3	8.7	10.9	15.9	10.6	13.0
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	24.7	17.5	21.7	31.8	21.2	26.1

附表 340 方法正确度数据汇总表

单位:  $\mu\text{g/L}$

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		地下水			海水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
MC-RR	第一家	90.4	98.6	75.7	104	112	83.5
	第二家	83.3	81.5	61.4	81.8	86.6	66.1
	第三家	97.4	96.3	79.5	82.7	94.6	98.8
	第四家	82.6	86.2	82.6	85.4	87.2	90.3
	第五家	70.5	82.8	75.4	76.4	84.2	88.8
	第六家	79.9	82.1	87.5	94.1	91.8	97.0
	$\bar{P}$ (%)	84.0	87.9	77.0	87.4	92.7	87.4
	$S_{\bar{P}}$ (%)	9.2	7.6	8.9	10.1	10.0	11.8
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	18.4	15.2	17.8	20.1	20.0	23.7
MC-YR	第一家	90.4	100	91.9	94.9	110	94.8
	第二家	95.6	87.9	64.8	95.5	94.1	67.5
	第三家	94.2	99.1	85.9	95.6	104	96.9
	第四家	81.3	82.9	83.1	80.7	88.7	90.8
	第五家	75.7	64.9	71.0	66.5	73.2	67.1
	第六家	73.1	95.4	83.8	94.0	111	91.2
	$\bar{P}$ (%)	85.1	88.4	80.1	87.9	96.9	84.7
	$S_{\bar{P}}$ (%)	9.7	13.3	10.1	11.9	14.6	13.7
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	19.3	26.6	20.2	23.9	29.3	27.4

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		地下水			海水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
MC-HtyR	第一家	87.0	69.0	87.7	97.4	82.2	78.6
	第二家	95.7	83.7	63.8	94.4	90.4	65.6
	第三家	87.9	90.0	76.8	88.0	96.4	93.0
	第四家	75.4	77.2	78.8	84.3	75.4	87.4
	第五家	70.1	88.6	73.6	71.2	84.1	85.2
	第六家	74.1	91.0	83.6	89.2	95.8	88.8
$\bar{P}$ (%)		81.7	83.2	77.4	87.4	87.4	83.1
$S_{\bar{P}}$ (%)		9.9	8.6	8.3	9.2	8.3	9.8
$2S_{\bar{P}}$ (%)		19.9	17.3	16.6	18.4	16.6	19.6
MC-LR	第一家	85.8	108	103	88.6	112	102
	第二家	96.9	86.0	62.4	95.9	91.1	65.4
	第三家	80.7	88.1	82.9	82.6	91.3	89.5
	第四家	77.6	82.8	80.7	87.1	87.0	83.5
	第五家	80.5	70.9	75.2	72.5	56.8	71.3
	第六家	87.2	87.8	84.6	109	105	87.0
$\bar{P}$ (%)		84.8	87.3	81.4	89.2	90.5	83.1
$S_{\bar{P}}$ (%)		6.9	12.1	13.2	12.2	19.1	13.2
$2S_{\bar{P}}$ (%)		13.9	24.3	26.4	24.4	38.2	26.4
MC-WR	第一家	97.9	89.6	84.3	98.4	101	68.3
	第二家	99.9	83.7	61.9	99.2	94.4	65.9
	第三家	86.4	96.5	80.6	92.1	103	90.6
	第四家	78.6	86.3	80.7	88.0	89.4	85.7
	第五家	64.5	51.8	52.7	57.8	77.4	50.1
	第六家	70.6	92.5	87.7	85.5	101	87.9
$\bar{P}$ (%)		83.0	83.4	74.6	86.8	94.4	74.8
$S_{\bar{P}}$ (%)		14.4	16.1	14.0	15.2	9.8	15.9
$2S_{\bar{P}}$ (%)		28.8	32.3	28.0	30.5	19.5	31.9
MC-LA	第一家	75.1	95.6	93.5	81.8	98.8	82.8
	第二家	123	95.3	71.6	124	103	76.8
	第三家	88.5	98.8	96.1	85.2	95.5	105
	第四家	57.3	65.1	71.7	60.2	66.8	77.5
	第五家	81.6	79.1	77.2	71.7	63.2	67.6
	第六家	78.9	69.2	88.4	89.1	71.9	83.9

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		地下水			海水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
$\bar{P}$ (%)		84.1	83.9	83.1	85.3	83.3	82.3
$S_{\bar{P}}$ (%)		21.7	14.7	11.0	21.5	17.9	12.7
$2S_{\bar{P}}$ (%)		43.4	29.4	21.9	42.9	35.7	25.4
MC-LY	第一家	84.8	78.8	92.6	85.4	74.9	81.6
	第二家	106	94.5	69.3	106	97.1	70.1
	第三家	92.2	113	93.8	112	86.9	118
	第四家	72.6	71.0	73.3	81.9	77.7	85.9
	第五家	109	84.0	67.8	88.7	59.9	63.3
	第六家	113	80.8	90.1	100	81.9	84.8
$\bar{P}$ (%)		96.2	87.0	81.2	95.8	79.7	84.0
$S_{\bar{P}}$ (%)		15.8	14.8	12.2	12.3	12.5	19.1
$2S_{\bar{P}}$ (%)		31.6	29.6	24.5	24.5	24.9	38.1
MC-LW	第一家	84.9	99.0	89.1	73.8	112	78.4
	第二家	86.5	79.5	63.5	86.9	87.3	67.3
	第三家	120	113	103	112	87.2	98.0
	第四家	101	77.6	73.1	102	73.8	77.0
	第五家	75.5	66.8	67.7	55.9	57.4	50.5
	第六家	78.7	72.4	87.4	67.6	70.1	78.7
$\bar{P}$ (%)		91.0	84.7	80.5	83.1	81.3	75.0
$S_{\bar{P}}$ (%)		16.7	17.5	14.9	21.4	18.8	15.6
$2S_{\bar{P}}$ (%)		33.3	35.0	29.9	42.9	37.5	31.2
MC-LF	第一家	91.6	82.9	75.8	101	95.8	71.8
	第二家	97.1	92.6	65.7	93.9	101	70.5
	第三家	106	97.7	87.4	86.1	99.7	90.5
	第四家	80.6	75.0	74.1	81.9	72.7	81.2
	第五家	83.2	79.7	70.7	65.1	66.4	67.8
	第六家	114	76.1	84.9	118	75.9	81.6
$\bar{P}$ (%)		95.3	84.0	76.4	91.1	85.3	77.2
$S_{\bar{P}}$ (%)		12.9	9.2	8.3	18.1	15.3	8.7
$2S_{\bar{P}}$ (%)		25.8	18.5	16.6	36.2	30.6	17.3

### 3.2.3.2 以亮氨酸脑啡肽为内标定量的方法正确度数据汇总

附表 341、表 342 为 6 家实验室方法验证结果的正确度测试数据汇总表，具体如下：

附表 341 方法正确度数据汇总表

单位：μg/L

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		空白样品			地表水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
MC-RR	第一家	83.5	81.0	82.2	83.5	81.0	82.2
	第二家	80.7	82.9	62.0	80.7	82.9	62.0
	第三家	73.9	92.5	90.1	73.9	92.5	90.1
	第四家	78.3	86.1	78.5	78.3	86.1	78.5
	第五家	76.3	84.6	79.0	76.3	84.6	79.0
	第六家	86.0	86.5	82.9	86.0	86.5	82.9
$\bar{P}$ (%)		79.8	85.6	79.1	79.8	85.6	79.1
$S_{\bar{P}}$ (%)		4.5	3.9	9.3	4.5	3.9	9.3
$2S_{\bar{P}}$ (%)		9.1	7.9	18.7	9.1	7.9	18.7
MC-YR	第一家	78.5	79.7	66.8	78.5	79.7	66.8
	第二家	90.4	88.5	61.9	90.4	88.5	61.9
	第三家	78.9	94.7	82.8	78.9	94.7	82.8
	第四家	78.2	85.9	80.3	78.2	85.9	80.3
	第五家	74.2	85.9	96.4	74.2	85.9	96.4
	第六家	91.7	81.6	67.1	91.7	81.6	67.1
$\bar{P}$ (%)		82.0	86.1	75.9	82.0	86.1	75.9
$S_{\bar{P}}$ (%)		7.2	5.3	13.0	7.2	5.3	13.0
$2S_{\bar{P}}$ (%)		14.5	10.7	25.9	14.5	10.7	25.9
MC-HtyR	第一家	78.8	92.4	89.8	78.8	92.4	89.8
	第二家	85.9	84.0	62.1	85.9	84.0	62.1
	第三家	76.3	87.5	79.2	76.3	87.5	79.2
	第四家	69.3	85.6	80.0	69.3	85.6	80.0
	第五家	76.0	84.2	73.8	76.0	84.2	73.8
	第六家	79.0	96.0	79.8	79.0	96.0	79.8
$\bar{P}$ (%)		77.6	88.3	77.4	77.6	88.3	77.4
$S_{\bar{P}}$ (%)		5.4	4.9	9.1	5.4	4.9	9.1
$2S_{\bar{P}}$ (%)		10.8	9.8	18.3	10.8	9.8	18.3
MC-LR	第一家	94.0	101	99.4	94.0	101	99.4
	第二家	91.0	86.0	60.4	91.0	86.0	60.4
	第三家	75.2	87.4	80.6	75.2	87.4	80.6



目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		空白样品			地表水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
	第四家	80.3	83.6	89.5	80.3	83.6	89.5
	第五家	71.3	95.2	101	71.3	95.2	101
	第六家	94.3	100	76.0	94.3	100	76.0
	$\bar{P}$ (%)	84.4	92.3	84.5	84.4	92.3	84.5
	$S_{\bar{P}}$ (%)	10.1	7.6	15.5	10.1	7.6	15.5
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	20.1	15.2	30.9	20.1	15.2	30.9
MC-WR	第一家	76.7	99.0	81.0	76.7	99.0	81.0
	第二家	92.3	89.1	61.7	92.3	89.1	61.7
	第三家	80.8	95.8	77.8	80.8	95.8	77.8
	第四家	79.9	89.5	76.5	79.9	89.5	76.5
	第五家	66.9	80.7	88.5	66.9	80.7	88.5
	第六家	80.7	107	72.9	80.7	107	72.9
	$\bar{P}$ (%)	79.6	93.5	76.4	79.6	93.5	76.4
	$S_{\bar{P}}$ (%)	8.2	9.1	8.9	8.2	9.1	8.9
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	16.4	18.3	17.8	16.4	18.3	17.8
MC-LA	第一家	69.5	81.1	107	69.5	81.1	107
	第二家	112	104	78.5	112	104	78.5
	第三家	74.8	92.6	93.2	74.8	92.6	93.2
	第四家	65.6	67.7	73.7	65.6	67.7	73.7
	第五家	76.5	83.9	75.8	76.5	83.9	75.8
	第六家	84.0	67.2	86.8	84.0	67.2	86.8
	$\bar{P}$ (%)	80.4	82.8	85.9	80.4	82.8	85.9
	$S_{\bar{P}}$ (%)	16.7	14.3	12.7	16.7	14.3	12.7
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	33.4	28.7	25.5	33.4	28.7	25.5
MC-LY	第一家	68.8	87.7	84.2	68.8	87.7	84.2
	第二家	94.6	88.8	60.6	94.6	88.8	60.6
	第三家	76.3	96.2	86.7	76.3	96.2	86.7
	第四家	67.7	71.4	84.9	67.7	71.4	84.9
	第五家	73.9	95.9	85.3	73.9	95.9	85.3
	第六家	84.9	85.4	97.8	84.9	85.4	97.8
	$\bar{P}$ (%)	77.7	87.6	83.2	77.7	87.6	83.2
	$S_{\bar{P}}$ (%)	10.3	9.1	12.2	10.3	9.1	12.2
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	20.7	18.1	24.4	20.7	18.1	24.4

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		空白样品			地表水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
MC-LW	第一家	82.2	77.1	73.5	82.2	77.1	73.5
	第二家	81.5	80.4	61.2	81.5	80.4	61.2
	第三家	74.9	97.8	83.7	74.9	97.8	83.7
	第四家	98.5	70.9	73.8	98.5	70.9	73.8
	第五家	72.5	87.6	79.0	72.5	87.6	79.0
	第六家	81.3	76.4	78.7	81.3	76.4	78.7
$\bar{P}$ (%)		81.8	81.7	75.0	81.8	81.7	75.0
$S_p$ (%)		9.1	9.6	7.7	9.1	9.6	7.7
$2S_p$ (%)		18.2	19.2	15.5	18.2	19.2	15.5
MC-LF	第一家	99.0	81.5	90.3	99.0	81.5	90.3
	第二家	122	99.9	71.9	122	99.9	71.9
	第三家	72.4	89.0	90.8	72.4	89.0	90.8
	第四家	79.1	69.6	89.4	79.1	69.6	89.4
	第五家	76.0	89.3	85.7	76.0	89.3	85.7
	第六家	88.0	89.1	106	88.0	89.1	106
$\bar{P}$ (%)		89.4	86.4	89.1	89.4	86.4	89.1
$S_p$ (%)		18.6	10.1	11.0	18.6	10.1	11.0
$2S_p$ (%)		37.2	20.2	22.0	37.2	20.2	22.0

附表 342 方法正确度数据汇总表

单位:  $\mu\text{g/L}$

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		地下水			海水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
MC-RR	第一家	75.6	77.3	79.8	85.9	82.0	85.3
	第二家	85.8	81.0	61.7	84.1	86.2	66.0
	第三家	95.1	92.2	76.8	74.6	87.6	93.0
	第四家	83.3	85.6	76.0	83.7	88.1	82.7
	第五家	78.2	83.2	77.7	79.9	84.6	87.1
	第六家	82.2	84.1	75.0	86.3	87.7	89.6
$\bar{P}$ (%)		83.4	83.9	74.5	82.4	86.0	84.0
$S_p$ (%)		6.8	5.0	6.5	4.4	2.4	9.5

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		地下水			海水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
$2S_p$ (%)		13.6	9.9	13.0	8.9	4.7	19.0
MC-YR	第一家	68.1	78.1	71.9	77.4	79.9	71.9
	第二家	97.7	87.3	64.0	97.4	93.5	67.3
	第三家	93.3	96.9	84.6	88.0	88.5	93.1
	第四家	85.7	81.1	75.4	79.0	85.3	79.3
	第五家	82.4	67.6	76.1	69.8	51.4	69.0
	第六家	82.0	76.4	71.9	86.8	88.5	86.7
$\bar{P}$ (%)		84.9	81.2	74.0	83.1	81.2	77.9
$S_p$ (%)		10.3	10.0	6.7	9.7	15.3	10.3
$2S_p$ (%)		20.6	20.0	13.5	19.4	30.5	20.7
MC-HtyR	第一家	73.4	81.8	79.8	83.0	96.3	91.8
	第二家	97.7	83.1	64.1	96.3	89.9	65.5
	第三家	87.1	87.7	75.5	80.9	91.0	89.1
	第四家	77.8	85.0	83.7	82.7	89.6	91.1
	第五家	78.0	87.0	74.1	74.5	82.8	81.5
	第六家	65.0	87.9	68.3	73.0	85.7	85.3
$\bar{P}$ (%)		79.8	85.4	74.2	81.7	89.2	84.1
$S_p$ (%)		11.4	2.6	7.2	8.3	4.6	9.9
$2S_p$ (%)		22.7	5.1	14.4	16.6	9.3	19.8
MC-LR	第一家	91.9	108	107	106	104	103
	第二家	99.0	85.4	62.6	97.8	90.5	65.2
	第三家	79.8	85.7	81.3	75.7	86.0	85.6
	第四家	84.7	85.2	84.1	91.7	89.8	89.7
	第五家	87.0	80.3	89.8	73.7	63.9	81.5
	第六家	82.6	88.8	76.8	92.4	99.4	89.3
$\bar{P}$ (%)		87.5	88.9	83.6	89.5	88.9	85.8
$S_p$ (%)		7.0	9.7	14.7	12.6	13.9	12.4
$2S_p$ (%)		13.9	19.4	29.5	25.2	27.9	24.9
MC-WR	第一家	77.4	80.2	78.1	79.9	84.3	82.0
	第二家	102	83.1	62.1	101	93.9	65.8
	第三家	84.6	93.1	78.5	83.7	96.1	86.0
	第四家	80.5	87.8	80.3	86.3	94.9	85.9
	第五家	75.5	72.8	81.0	61.0	53.3	73.6

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		地下水			海水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
	第六家	71.7	96.1	77.9	87.4	97.8	85.5
	$\bar{P}$ (%)	81.9	85.5	76.3	83.2	86.7	79.8
	$S_{\bar{P}}$ (%)	10.7	8.6	7.1	13.0	17.0	8.3
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	21.4	17.2	14.2	26.0	34.0	16.7
MC-LA	第一家	66.4	80.7	107	68.6	78.1	91.9
	第二家	92.6	94.4	71.8	91.4	103	76.5
	第三家	86.2	94.6	92.7	76.8	88.5	99.2
	第四家	69.6	68.4	80.9	68.6	66.9	81.1
	第五家	88.4	79.2	79.2	74.3	63.4	66.3
	第六家	77.6	64.5	85.5	79.1	69.5	84.5
	$\bar{P}$ (%)	80.1	80.3	86.1	76.5	78.1	83.2
	$S_{\bar{P}}$ (%)	10.6	12.6	12.3	8.5	15.0	11.6
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	21.3	25.3	24.5	16.9	29.9	23.1
MC-LY	第一家	77.4	82.1	80.8	81.1	72.4	82.8
	第二家	108	93.8	68.7	108	96.4	69.9
	第三家	82.8	109	92.0	103	113	113
	第四家	73.8	71.9	79.4	82.9	76.8	95.3
	第五家	115	83.7	70.0	89.9	59.9	62.0
	第六家	71.1	78.9	76.1	62.4	75.0	93.7
	$\bar{P}$ (%)	87.9	86.6	77.8	87.9	82.2	86.1
	$S_{\bar{P}}$ (%)	18.5	13.3	8.5	16.5	19.0	18.6
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	37.0	26.5	16.9	32.9	38.0	37.2
MC-LW	第一家	78.4	73.0	75.0	82.7	76.9	66.8
	第二家	88.8	79.0	63.8	89.0	86.8	67.1
	第三家	104	109	107	109	79.6	82.0
	第四家	102	70.3	76.1	104	69.1	77.9
	第五家	80.7	66.6	69.0	58.3	45.6	49.4
	第六家	73.3	59.5	71.3	62.8	64.7	91.1
	$\bar{P}$ (%)	87.8	76.3	77.0	84.3	70.4	72.4
	$S_{\bar{P}}$ (%)	12.7	17.4	15.2	20.8	14.5	14.6
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	25.4	34.8	30.5	41.5	28.9	29.1
MC-LF	第一家	76.0	70.1	88.4	82.1	75.4	85.9
	第二家	93.4	91.4	65.5	93.5	79.9	69.8

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		地下水			海水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
	第三家	104	94.4	85.2	78.5	83.3	109
	第四家	82.7	74.6	87.5	83.3	74.7	104
	第五家	90.5	79.8	72.9	67.7	56.6	66.4
	第六家	64.2	67.4	75.9	70.2	66.1	85.0
	$\bar{P}$ (%)	85.2	79.6	79.2	79.2	72.7	86.6
	$S_{\bar{P}}$ (%)	14.1	11.2	9.3	9.4	9.8	17.2
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	28.1	22.3	18.5	18.8	19.6	34.4

### 3.2.3.3 以环孢菌素-A, $^{13}\text{C}_2$ , $d_4$ 为内标定量的方法正确度数据汇总

附表 343、表 344 为 6 家实验室方法验证结果的正确度测试数据汇总表，具体如下：

附表 343 方法正确度数据汇总表 单位： $\mu\text{g/L}$

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		空白样品			地表水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
MC-RR	第一家	85.1	90.9	75.3	80.9	88.8	75.8
	第二家	80.2	82.5	64.4	94.0	87.7	67.5
	第三家	71.5	94.6	93.2	62.7	71.3	68.9
	第四家	78.5	85.1	78.6	75.2	79.3	75.9
	第五家	74.7	76.7	73.1	64.1	80.0	73.6
	第六家	85.6	79.1	84.3	83.3	89.0	88.0
	$\bar{P}$ (%)	79.3	84.8	78.2	76.7	82.7	74.9
	$S_{\bar{P}}$ (%)	5.6	6.9	9.9	12.0	7.1	7.3
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	11.2	13.8	19.8	24.0	14.2	14.6
MC-YR	第一家	82.5	90.3	86.4	77.0	79.2	94.3
	第二家	92.8	87.8	64.2	81.7	92.2	69.2
	第三家	75.9	94.9	84.0	69.6	78.8	75.3
	第四家	67.6	85.1	78.1	64.0	75.3	77.4
	第五家	71.2	83.6	96.0	68.7	65.1	78.3
	第六家	85.9	71.8	83.5	84.8	77.6	75.9
	$\bar{P}$ (%)	79.3	85.6	82.0	74.3	78.0	78.4

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		空白样品			地表水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
$S_{\bar{P}}$ (%)		9.5	7.8	10.6	8.2	8.7	8.4
$2S_{\bar{P}}$ (%)		19.0	15.7	21.1	16.3	17.4	16.8
MC-HtyR	第一家	86.3	79.9	81.7	77.7	72.5	77.7
	第二家	93.7	83.3	64.3	86.3	89.2	66.7
	第三家	74.9	87.8	80.5	64.4	73.6	68.4
	第四家	66.5	81.8	68.4	77.8	80.0	69.8
	第五家	71.0	76.5	68.7	59.9	80.8	67.9
	第六家	78.9	88.2	83.3	76.5	97.3	83.2
$\bar{P}$ (%)		78.5	82.9	74.5	73.8	82.2	72.3
$S_{\bar{P}}$ (%)		10.1	4.5	8.2	9.8	9.5	6.6
$2S_{\bar{P}}$ (%)		20.1	9.1	16.5	19.5	19.0	13.3
MC-LR	第一家	68.8	91.6	96.7	86.0	85.0	93.5
	第二家	91.9	85.2	62.5	106	90.1	66.9
	第三家	72.4	88.0	82.1	61.2	72.2	70.4
	第四家	76.7	82.0	77.0	84.6	76.9	72.2
	第五家	69.2	77.0	82.6	76.5	64.8	71.7
	第六家	93.9	90.5	80.1	90.2	99.1	87.2
$\bar{P}$ (%)		78.8	85.7	80.2	84.1	81.4	77.0
$S_{\bar{P}}$ (%)		11.3	5.5	11.0	14.8	12.5	10.7
$2S_{\bar{P}}$ (%)		22.6	11.1	22.0	29.7	25.0	21.5
MC-WR	第一家	71.5	88.6	82.2	83.0	75.6	84.7
	第二家	89.2	88.3	63.8	80.1	90.8	68.0
	第三家	77.2	97.2	79.9	68.7	80.3	71.3
	第四家	77.2	87.3	71.1	77.7	77.8	76.4
	第五家	66.9	90.4	105	67.1	52.6	56.4
	第六家	81.9	87.8	75.0	61.8	101	91.8
$\bar{P}$ (%)		77.3	89.9	79.4	73.1	79.6	74.8
$S_{\bar{P}}$ (%)		7.8	3.7	14.0	8.4	16.2	12.5
$2S_{\bar{P}}$ (%)		15.6	7.4	27.9	16.7	32.4	25.1
MC-LA	第一家	80.8	103	71.4	66.5	89.9	74.4
	第二家	85.2	103	80.9	72.3	99.3	81.0
	第三家	76.6	94.6	96.6	61.9	71.6	81.6
	第四家	66.5	66.2	65.3	65.1	65.2	73.1

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		空白样品			地表水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
	第五家	70.8	77.2	70.9	70.5	72.3	72.3
	第六家	81.3	70.4	87.8	62.0	60.8	75.1
	$\bar{P}$ (%)	76.9	85.7	78.8	66.4	76.5	76.3
	$S_{\bar{P}}$ (%)	7.1	16.4	11.8	4.3	14.9	4.0
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	14.1	32.8	23.7	8.6	29.9	8.1
MC-LY	第一家	72.7	85.4	90.1	75.5	70.8	79.7
	第二家	85.4	87.9	62.6	82.1	97.8	70.8
	第三家	76.4	96.9	88.4	80.1	93.7	86.1
	第四家	63.0	71.5	77.8	54.5	71.8	73.7
	第五家	67.4	89.4	79.6	96.7	74.6	62.3
	第六家	78.1	79.2	102	70.0	63.2	97.6
	$\bar{P}$ (%)	73.8	85.1	83.5	76.5	78.6	78.4
	$S_{\bar{P}}$ (%)	8.0	8.8	13.5	14.0	13.9	12.4
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	16.0	17.6	27.0	28.0	27.7	24.8
MC-LW	第一家	65.9	74.1	79.5	67.3	65.4	71.8
	第二家	80.5	79.9	63.5	95.3	84.7	68.7
	第三家	73.5	92.9	80.5	75.5	94.0	94.4
	第四家	90.2	72.5	68.2	86.6	67.6	71.0
	第五家	69.5	80.3	73.2	59.3	60.9	62.8
	第六家	82.4	66.9	78.3	68.2	55.1	81.2
	$\bar{P}$ (%)	77.0	77.8	73.9	75.4	71.3	75.0
	$S_{\bar{P}}$ (%)	9.0	8.9	6.9	13.4	14.9	11.2
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	18.0	17.9	13.8	26.8	29.9	22.5
MC-LF	第一家	91.7	91.6	80.7	81.4	87.8	86.3
	第二家	82.0	98.0	73.5	80.2	91.0	71.0
	第三家	73.0	90.0	93.1	62.5	73.8	78.6
	第四家	69.1	69.8	75.4	65.4	67.4	68.7
	第五家	70.9	82.2	80.0	68.2	72.0	66.3
	第六家	84.8	76.4	96.9	62.3	61.4	87.6
	$\bar{P}$ (%)	78.6	84.7	83.3	70.0	75.6	76.4
	$S_{\bar{P}}$ (%)	9.0	10.5	9.6	8.6	11.6	9.1
	$2S_{\bar{P}}$ (%)	18.0	21.0	19.1	17.3	23.1	18.3

附表 344 方法正确度数据汇总表

单位:  $\mu\text{g/L}$ 

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		地下水			海水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
MC-RR	第一家	82.0	86.8	73.1	89.6	94.5	81.1
	第二家	93.9	88.7	68.2	95.7	96.8	75.0
	第三家	86.3	79.5	69.9	68.5	73.1	73.6
	第四家	82.5	81.3	73.3	79.9	83.1	82.6
	第五家	56.3	77.8	70.2	82.2	98.1	100
	第六家	82.4	89.2	90.7	84.3	86.7	96.2
$\bar{P}$ (%)		80.6	83.9	74.2	83.4	88.7	84.7
$S_{\bar{P}}$ (%)		12.7	5.0	8.3	9.2	9.6	11.0
$2S_{\bar{P}}$ (%)		25.4	9.9	16.6	18.4	19.3	21.9
MC-YR	第一家	77.4	88.5	93.0	81.1	93.0	96.6
	第二家	106	95.2	70.2	82.6	105	76.3
	第三家	83.2	81.9	75.7	78.7	80.6	72.0
	第四家	68.9	77.1	71.6	63.9	83.2	78.8
	第五家	66.4	67.4	74.5	69.2	61.4	84.5
	第六家	82.9	77.7	82.6	85.6	84.1	78.9
$\bar{P}$ (%)		80.7	81.3	77.9	76.8	84.5	81.2
$S_{\bar{P}}$ (%)		14.0	9.7	8.6	8.4	14.3	8.6
$2S_{\bar{P}}$ (%)		28.1	19.4	17.1	16.9	28.6	17.1
MC-HtyR	第一家	73.6	79.3	78.1	74.8	79.7	80.7
	第二家	83.8	90.6	70.6	108	100	74.1
	第三家	79.4	74.2	67.5	72.6	74.7	69.1
	第四家	72.7	78.6	70.0	77.2	81.1	80.2
	第五家	54.5	81.6	67.1	76.2	96.4	94.3
	第六家	76.2	94.9	86.0	76.4	86.2	81.2
$\bar{P}$ (%)		73.4	83.2	73.2	80.8	86.4	79.9
$S_{\bar{P}}$ (%)		10.1	7.9	7.4	13.3	10.1	8.5
$2S_{\bar{P}}$ (%)		20.2	15.8	14.8	26.6	20.1	17.0
MC-LR	第一家	93.1	85.4	85.9	92.1	97.5	102
	第二家	107	93.2	69.0	84.4	101	73.9
	第三家	91.8	72.9	73.1	68.5	70.7	66.5
	第四家	73.4	80.8	72.2	76.2	82.9	76.6



目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		地下水			海水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
	第五家	70.6	67.0	69.9	76.5	64.9	80.0
	第六家	82.2	93.5	91.8	89.2	101	101
	$\bar{P}$ (%)	86.3	82.1	77.0	81.2	86.3	83.4
	$S_p$ (%)	13.6	10.8	9.5	9.0	15.9	14.8
	$2S_p$ (%)	27.2	21.5	19.0	18.0	31.8	29.6
MC-WR	第一家	75.3	95.0	88.9	72.1	93.8	88.7
	第二家	86.2	90.6	68.4	109	105	74.5
	第三家	80.3	79.6	70.9	76.4	79.7	67.3
	第四家	56.3	79.7	72.3	62.6	88.4	75.8
	第五家	66.2	54.4	53.8	67.9	48.3	62.0
	第六家	56.6	92.9	92.2	68.5	87.4	82.9
	$\bar{P}$ (%)	70.1	82.0	74.4	76.1	83.7	75.2
	$S_p$ (%)	12.5	15.1	14.2	16.8	19.2	9.8
	$2S_p$ (%)	25.0	30.2	28.3	33.6	38.4	19.6
MC-LA	第一家	79.6	86.5	69.0	77.5	93.5	75.0
	第二家	73.4	102	78.8	78.1	114	86.3
	第三家	58.0	81.9	84.6	70.5	73.9	78.2
	第四家	63.7	62.8	67.2	42.4	62.8	75.9
	第五家	69.3	74.7	72.0	75.3	72.4	76.3
	第六家	66.4	71.3	95.6	69.4	63.4	86.6
	$\bar{P}$ (%)	68.4	79.9	77.8	68.9	79.9	79.7
	$S_p$ (%)	7.6	13.7	10.9	13.5	19.9	5.3
	$2S_p$ (%)	15.2	27.5	21.7	27.0	39.8	10.6
MC-LY	第一家	70.4	85.2	89.9	75.9	84.6	80.3
	第二家	72.4	102	75.5	121	108	79.1
	第三家	72.8	92.5	82.4	93.0	98.3	88.0
	第四家	60.1	65.6	68.5	63.4	74.4	90.4
	第五家	99.4	79.8	62.7	94.0	68.0	71.0
	第六家	66.9	77.6	101	63.7	67.9	101
	$\bar{P}$ (%)	73.6	83.8	80.1	85.1	83.5	84.9
	$S_p$ (%)	13.4	12.6	14.3	22.0	16.5	10.3
	$2S_p$ (%)	26.9	25.3	28.5	44.0	33.1	20.6
MC-LW	第一家	71.4	69.7	70.6	71.6	76.0	79.3

目标化合物	实验室编号	加标回收率 $P_i$ (%)					
		地下水			海水		
		低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)	低浓度 (加标 0.05)	中浓度 (加标 0.25)	高浓度 (加标 1.80)
	第二家	96.4	86.5	70.4	100	97.3	76.2
	第三家	77.1	91.9	90.6	93.3	84.0	86.7
	第四家	89.4	69.7	68.6	88.9	72.5	73.9
	第五家	65.4	62.2	62.4	56.7	56.5	55.9
	第六家	74.9	66.8	90.0	63.3	60.0	84.9
	$\bar{P}$ (%)	79.1	74.5	75.4	79.0	74.4	76.1
	$S_p$ (%)	11.6	11.9	11.9	17.7	15.2	11.1
	$2S_p$ (%)	23.2	23.7	23.8	35.3	30.3	22.1
MC-LF	第一家	80.3	86.7	82.5	70.0	94.0	76.3
	第二家	78.7	98.0	71.2	87.1	87.2	78.0
	第三家	66.0	80.1	76.8	71.2	77.1	85.0
	第四家	67.9	69.9	69.4	67.8	70.2	84.0
	第五家	70.4	75.1	65.4	67.3	63.7	76.1
	第六家	59.7	65.0	87.3	70.3	65.8	87.5
	$\bar{P}$ (%)	70.5	79.1	75.4	72.3	76.3	81.1
	$S_p$ (%)	7.8	11.9	8.4	7.4	12.2	4.9
	$2S_p$ (%)	15.6	23.9	16.7	14.8	24.3	9.9

结论:

一、内标为节球藻毒素时的正确度

6家实验室分别对加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$  的空白样品进行了 6 次重复测定: 加标回收率范围分别为 58.3%~106%、68.4%~103%和 57.7%~97.5%, 加标回收率最终值分别为 (77.0 $\pm$ 23)%~(83.4 $\pm$ 25)%、(82.6 $\pm$ 13)%~(91.7 $\pm$ 18)%和 (74.4 $\pm$ 19)%~(82.1 $\pm$ 22)%。

6家实验室分别对加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$  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 57.4%~117%、58.1%~115%和 52.9%~111%, 加标回收率最终值分别为 (80.3 $\pm$ 24)%~(92.8 $\pm$ 32)%、(77.7 $\pm$ 30)%~(87.6 $\pm$ 37)和 (76.0 $\pm$ 33)%~(83.5 $\pm$ 38)%。

6家实验室分别对加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$  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 57.3%~123%、51.8%~113%和 52.7%~103%, 加标回收率最终值分别为 (81.7 $\pm$ 20)%~(96.2 $\pm$ 32)%、(83.2 $\pm$ 17)%~(88.4 $\pm$ 27)%和 (74.6 $\pm$ 28)%~(83.1 $\pm$ 22)%。

6家实验室分别对加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$  的海水样品进行了 6 次重复测定: 加标回收率范围分别为 55.9%~124%、56.8%~112%和 50.1%~118%, 加标

回收率最终值分别为 (83.1±43)%~(95.8±25)%、(79.7±25)%~(96.9±29)%和 (74.8±32)%~(87.4±24)%。

## 二、以亮氨酸脑啡肽为内标时的正确度

6家实验室分别对加标浓度为 0.05 µg/L、0.25 µg/L 和 1.80 µg/L 的空白样品进行了 6次重复测定：加标回收率范围分别为 65.6%~122%、67.2%~107%和 60.4%~107%，加标回收率最终值分别为 (77.6±11)%~(89.4±37)%、(81.7±19)%~(93.5±18)%和 (75.0±16)%~(89.1±22)%。

6家实验室分别对加标浓度为 0.05 µg/L、0.25 µg/L 和 1.80 µg/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 64.2%~113%、57.6%~110%和 60.1%~113%，加标回收率最终值分别为 (74.7±19)%~(87.3±34)%、(70.7±23)%~(85.3±24)和 (76.1±17)%~(83.2±17)%。

6家实验室分别对加标浓度为 0.05 µg/L、0.25 µg/L 和 1.80 µg/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 64.2%~115%、59.5%~109%和 61.7%~107%，加标回收率最终值分别为 (79.8±25)%~(87.9±37)%、(76.3±35)%~(88.9±19)%和 (74.0±14)%~(86.1±25)%。

6家实验室分别对加标浓度为 0.05 µg/L、0.25 µg/L 和 1.80 µg/L 的海水样品进行了 6次重复测定：加标回收率范围分别为 58.3%~109%、45.6%~113%和 49.4%~113%，加标回收率最终值分别为 (76.5±17)%~(89.5±25)%、(70.4±29)%~(89.2±9.3)%和 (72.4±29)%~(86.6±34)%。

## 三、以环孢菌素-A,<sup>13</sup>C<sub>2</sub>,d<sub>4</sub>为内标时的正确度

6家实验室分别对加标浓度为 0.05 µg/L、0.25 µg/L 和 1.80 µg/L 的空白样品进行了 6次重复测定：加标回收率范围分别为 63.0%~93.9%、66.2%~103%和 62.5%~105%，加标回收率最终值分别为 (73.8±16)%~(79.3±11)%、(77.8±18)%~(89.9±7.4)%和 (73.9±14)%~(83.5±27)%。

6家实验室分别对加标浓度为 0.05 µg/L、0.25 µg/L 和 1.80 µg/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 54.5%~106%、52.6%~101%和 56.4%~97.6%，加标回收率最终值分别为 (66.4±8.6)%~(84.1±30)%、(71.3±30)%~(82.2±19)和 (72.3±13)%~(78.4±25)%。

6家实验室分别对加标浓度为 0.05 µg/L、0.25 µg/L 和 1.80 µg/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 54.5%~107%、54.4%~102%和 53.8%~101%，加标回收率最终值分别为 (68.4±15)%~(86.3±27)%、(74.5±24)%~(83.9±9.9)%和 (73.2±15)%~(80.1±29)%。

6家实验室分别对加标浓度为 0.05 µg/L、0.25 µg/L 和 1.80 µg/L 的海水样品进行了 6次重复测定：加标回收率范围分别为 42.4%~121%、48.3%~114%和 55.9%~101%，加标回收率最终值分别为 (72.3±15)%~(85.1±44)%、(74.4±30)%~(88.7±19)%和 (76.1±22)%~(84.9±21)%。

附表 345 校准控制指标数据汇总表（以亮氨酸脑啡肽为内标）

目标化合物	实验室编号	校准曲线相关系数	平均相对响应因子 相对标准偏差 (%)	中间点浓度测定偏差 (%)
MC-RR	第一家	0.9996	3.7	2.6
	第二家	0.9995	6.5	0.5
	第三家	0.9999	2.4	12
	第四家	0.9994	3.7	3.4
	第五家	0.9995	5.9	0.4
	第六家	0.9995	4.3	3.6
MC-YR	第一家	0.9993	5.5	7.3
	第二家	0.9990	4.9	13
	第三家	0.9998	3.7	14
	第四家	0.995	16	10
	第五家	0.998	6.8	5.3
	第六家	0.9991	5.8	1.9
MC-HtyR	第一家	0.997	4.4	3.7
	第二家	0.996	12	0.5
	第三家	0.9999	6.6	7.1
	第四家	0.998	4.4	5.2
	第五家	0.996	12	2.9
	第六家	0.998	10	7.2
MC-LR	第一家	0.9990	7.8	8.8
	第二家	0.9992	8.9	12
	第三家	0.9998	5.1	1.4
	第四家	0.996	19	0.9
	第五家	0.995	10	1.5
	第六家	0.9991	4.7	6.1
MC-WR	第一家	0.995	14	11
	第二家	0.994	11	9.8
	第三家	0.9995	8.0	0.6
	第四家	0.995	15	7.2
	第五家	0.991	17	5.4
	第六家	0.997	12	8.0
MC-LA	第一家	0.9992	16	1.4
	第二家	0.993	13	10
	第三家	0.9997	8.9	2.6
	第四家	0.998	16	5.6
	第五家	0.996	10	2.1
	第六家	0.9992	5.3	1.5

目标化合物	实验室编号	校准曲线相关系数	平均相对响应因子 相对标准偏差 (%)	中间点浓度测定偏差 (%)
MC-LY	第一家	0.997	8.8	10
	第二家	0.997	6	6.4
	第三家	0.9998	8.6	3.6
	第四家	0.995	18	0.03
	第五家	0.998	8.7	6.9
	第六家	0.997	12	5.9
MC-LW	第一家	0.995	12	1.3
	第二家	0.9991	6.8	13
	第三家	0.9999	11	22
	第四家	0.997	6.9	5.1
	第五家	0.997	6.3	16
	第六家	0.997	7.7	1.0
MC-LF	第一家	0.998	10	1.0
	第二家	0.994	5.5	10
	第三家	0.9999	8.2	0.2
	第四家	0.998	15	4.7
	第五家	0.995	11	10
	第六家	0.997	8.6	17

附表 346 校准控制指标数据汇总表（以节球藻毒素为内标）

目标化合物	实验室编号	校准曲线相关系数	平均相对响应因子 相对标准偏差 (%)	中间点浓度测定偏差 (%)
MC-RR	第一家	0.9992	3.7	0.7
	第二家	0.9997	8.6	1.3
	第三家	0.9999	2.8	1.1
	第四家	0.998	3.7	4.3
	第五家	0.9991	8.8	0.1
	第六家	0.9995	4.7	3.5
MC-YR	第一家	0.9996	6.8	6.1
	第二家	0.9992	4.3	14
	第三家	0.9999	3.6	1.4
	第四家	0.995	9.8	14
	第五家	0.997	1.8	4.8
	第六家	0.996	11	2.5
MC-HtyR	第一家	0.9992	6.5	7.5

目标化合物	实验室编号	校准曲线相关系数	平均相对响应因子 相对标准偏差 (%)	中间点浓度测定偏差 (%)
	第二家	0.9995	6.5	3.5
	第三家	0.998	6.5	8.9
	第四家	0.998	6.5	8.6
	第五家	0.997	4.3	3.3
	第六家	0.9990	6.8	0.1
	MC-LR	第一家	0.9993	8.8
第二家		0.998	6.7	12
第三家		0.998	5.1	6.8
第四家		0.995	9.9	12
第五家		0.9994	16	12
第六家		0.9997	3.5	1.1
MC-WR	第一家	0.9996	15	11
	第二家	0.996	11	9.4
	第三家	0.9994	8.0	3.8
	第四家	0.993	18	11
	第五家	0.995	19	6.0
	第六家	0.9998	2.6	0.4
MC-LA	第一家	0.998	13	8.3
	第二家	0.9992	8.9	8.8
	第三家	0.9998	8.2	1.9
	第四家	0.998	13	4.5
	第五家	0.9995	8.7	2.9
	第六家	0.9997	1.7	4.8
MC-LY	第一家	0.9990	3.6	0.5
	第二家	0.9991	7.6	10
	第三家	0.998	8.3	1.0
	第四家	0.995	7.2	1.3
	第五家	0.9993	6.4	8.3
	第六家	0.992	12	0.8
MC-LW	第一家	0.9992	8.8	5.7
	第二家	0.995	11	8.9
	第三家	0.9995	11	5.8
	第四家	0.997	11	3.7
	第五家	0.996	12	11
	第六家	0.9990	8.8	11
MC-LF	第一家	0.9991	6.8	10

目标化合物	实验室编号	校准曲线相关系数	平均相对响应因子 相对标准偏差 (%)	中间点浓度测定偏差 (%)
	第二家	0.998	4.7	9.1
	第三家	0.9995	7.6	4.5
	第四家	0.9993	6.6	3.6
	第五家	0.996	6.2	15
	第六家	0.9992	9.7	20

附表 347 校准控制指标数据汇总表（以环孢菌素-A,  $^{13}\text{C}_2, \text{d}_4$  为内标）

目标化合物	实验室编号	校准曲线相关系数	平均相对响应因子 相对标准偏差 (%)	中间点浓度测定偏差 (%)
MC-RR	第一家	0.9995	6.7	1.3
	第二家	0.9995	4.3	8.7
	第三家	0.9999	2.6	0.5
	第四家	0.997	6.7	8.2
	第五家	0.998	2.7	5.1
	第六家	0.9999	4.3	0.04
MC-YR	第一家	0.9992	16	6.7
	第二家	0.996	5.8	7.1
	第三家	0.998	5.0	0.9
	第四家	0.997	16	0.2
	第五家	0.997	8.9	5.1
	第六家	0.997	8.1	6.1
MC-HtyR	第一家	0.994	9.8	13
	第二家	0.997	6.9	11
	第三家	0.998	7.0	3.0
	第四家	0.995	9.8	11
	第五家	0.996	15	11
	第六家	0.997	11	1.3
MC-LR	第一家	0.998	11	5.0
	第二家	0.9991	8.9	7.2
	第三家	0.9990	5.3	6.7
	第四家	0.996	18	8.5
	第五家	0.998	1.6	7.6
	第六家	0.996	13	1.6
MC-WR	第一家	0.993	22	15
	第二家	0.993	4.3	12

目标化合物	实验室编号	校准曲线相关系数	平均相对响应因子 相对标准偏差 (%)	中间点浓度测定偏差 (%)
	第三家	0.9993	9.9	9.3
	第四家	0.997	16	4.7
	第五家	0.995	22	1.7
	第六家	0.994	8.8	1.3
MC-LA	第一家	0.996	12	7.4
	第二家	0.996	19	3.4
	第三家	0.9997	9.8	2.4
	第四家	0.9995	8.1	0.6
	第五家	0.998	11	1.4
	第六家	0.998	6.7	2.6
MC-LY	第一家	0.997	14	0.8
	第二家	0.998	11	16
	第三家	0.9990	9.4	1.6
	第四家	0.994	13	5.6
	第五家	0.997	12	10
	第六家	0.997	13	5.0
MC-LW	第一家	0.9993	6.8	6.3
	第二家	0.992	13	3.9
	第三家	0.998	12	5.2
	第四家	0.998	17	0.7
	第五家	0.994	18	19
	第六家	0.996	18	8.0
MC-LF	第一家	0.991	12	10
	第二家	0.993	8.3	3.8
	第三家	0.9996	8.8	5.0
	第四家	0.998	7.1	0.4
	第五家	0.9994	2.8	8.6
	第六家	0.994	5.8	20

结论：6家实验室校准曲线的相关系数均 $\geq 0.990$ ，平均相对响应因子相对标准偏差均 $\leq 30\%$ ，中间浓度点测定偏差均 $\leq 25\%$ 。

### 3.3 方法验证结论

编制组在统计6家方法验证数据时，所有数据全部采用，未取舍。6家实验室验证结果如下：

#### (1) 检出限及测定下限



汇总了6家实验室方法验证的检出限测试数据,可得各目标化合物检出限为0.01 μg/L~0.02 μg/L,测定下限为0.04 μg/L~0.08 μg/L,测定下限满足环境质量标准对微囊藻毒素的限值规定。

## (2) 精密度

### ① 内标为节球藻毒素

6家实验室分别对加标浓度为0.05 μg/L、0.25 μg/L和1.80 μg/L的空白样品进行了6次重复测定:实验室内相对标准偏差分别为5.5%~11%、2.8%~19%和1.3%~18%;实验室间相对标准偏差分别为4.8%~15%、8.0%~14%和11%~15%;重复性限分别为0.0074 μg/L~0.010 μg/L、0.034 μg/L~0.067 μg/L和0.32 μg/L~0.42 μg/L;再现性限分别为0.0087 μg/L~0.019 μg/L、0.065 μg/L~0.11 μg/L和0.56 μg/L~0.74 μg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 μg/L、0.25 μg/L和1.80 μg/L的地表水样品进行了6次重复测定:实验室内相对标准偏差分别为1.3%~18%、0.75%~20%和4.4%~26%;实验室间相对标准偏差分别为9.0%~24%、7.1%~21%和12%~23%;重复性限分别为0.0045 μg/L~0.015 μg/L、0.032 μg/L~0.070 μg/L和0.31 μg/L~0.57 μg/L;再现性限分别为0.012 μg/L~0.028 μg/L、0.052 μg/L~0.14 μg/L和0.60 μg/L~1.1 μg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 μg/L、0.25 μg/L和1.80 μg/L的地下水样品进行了6次重复测定:实验室内相对标准偏差分别为3.0%~22%、2.2%~19%和2.7%~25%;实验室间相对标准偏差分别为8.2%~26%、8.6%~21%和11%~19%;重复性限分别为0.011 μg/L~0.020 μg/L、0.038 μg/L~0.093 μg/L和0.30 μg/L~0.62 μg/L;再现性限分别为0.016 μg/L~0.033 μg/L、0.064 μg/L~0.15 μg/L和0.56 μg/L~0.86 μg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 μg/L、0.25 μg/L和1.80 μg/L的海水样品进行了6次重复测定:实验室内相对标准偏差分别为1.5%~17%、2.1%~20%和1.2%~21%;实验室间相对标准偏差分别为11%~26%、9.5%~23%和11%~23%;重复性限分别为0.0042 μg/L~0.013 μg/L、0.040 μg/L~0.069 μg/L和0.19 μg/L~0.48 μg/L;再现性限分别为0.015 μg/L~0.031 μg/L、0.073 μg/L~0.14 μg/L和0.56 μg/L~1.0 μg/L。

### ② 以亮氨酸脑啡肽为内标时的精密度

6家实验室分别对加标浓度为0.05 μg/L、0.25 μg/L和1.80 μg/L的空白样品进行了6次重复测定:实验室内相对标准偏差分别为5.0%~11%、2.2%~23%和1.4%~21%;实验室间相对标准偏差分别为5.7%~21%、4.6%~17%和10.3%~18%;重复性限分别为0.0081 μg/L~0.0098 μg/L、0.036 μg/L~0.071 μg/L和0.31 μg/L~0.62 μg/L;再现性限分别为0.010 μg/L~0.027 μg/L、0.043 μg/L~0.12 μg/L和0.50 μg/L~0.89 μg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 μg/L、0.25 μg/L和1.80 μg/L的地表水样品进行了6次重复测定:实验室内相对标准偏差分别为0.86%~24%、1.5%~18%和3.8%~19%;实验室间相对标准偏差分别为5.2%~20%、3.6%~20%和10%~23%;重复性限分别为0.0031 μg/L~0.014 μg/L、0.023 μg/L~0.057 μg/L和0.29 μg/L~0.52 μg/L;再现性限分别为0.0064 μg/L~0.027 μg/L、0.032 μg/L~0.12 μg/L和0.51 μg/L~1.0 μg/L。

6家实验室分别对加标浓度为0.05 μg/L、0.25 μg/L和1.80 μg/L的地下水样品进行了6次重复测定:实验室内相对标准偏差分别为1.5%~21%、1.5%~18%和4.1%~22%;实验室间相对标准偏差分别为8.0%~21%、3.1%~23%和8.7%~20%;重复性限分别为0.0066

$\mu\text{g/L}\sim 0.014\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.034\ \mu\text{g/L}\sim 0.078\ \mu\text{g/L}$ 和 $0.29\ \mu\text{g/L}\sim 0.71\ \mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 $0.011\ \mu\text{g/L}\sim 0.028\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.046\ \mu\text{g/L}\sim 0.14\ \mu\text{g/L}$ 和 $0.43\ \mu\text{g/L}\sim 0.89\ \mu\text{g/L}$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 $0.05\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.25\ \mu\text{g/L}$ 和 $1.80\ \mu\text{g/L}$ 的海水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 $2.2\%\sim 20\%$ 、 $1.5\%\sim 23\%$ 和 $0.82\%\sim 19\%$ ；实验室间相对标准偏差分别为 $5.4\%\sim 25\%$ 、 $2.8\%\sim 23\%$ 和 $10\%\sim 22\%$ ；重复性限分别为 $0.0049\ \mu\text{g/L}\sim 0.013\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.034\ \mu\text{g/L}\sim 0.071\ \mu\text{g/L}$ 和 $0.22\ \mu\text{g/L}\sim 0.54\ \mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 $0.0076\ \mu\text{g/L}\sim 0.030\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.035\ \mu\text{g/L}\sim 0.14\ \mu\text{g/L}$ 和 $0.52\ \mu\text{g/L}\sim 1.0\ \mu\text{g/L}$ 。

### ③以环孢菌素-A, $^{13}\text{C}_2,\text{d}_4$ 为内标时的精密度

6家实验室分别对加标浓度为 $0.05\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.25\ \mu\text{g/L}$ 和 $1.80\ \mu\text{g/L}$ 的空白样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 $4.9\%\sim 12\%$ 、 $4.2\%\sim 19\%$ 和 $0.82\%\sim 17\%$ ；实验室间相对标准偏差分别为 $5.3\%\sim 16\%$ 、 $4.1\%\sim 19\%$ 和 $9.3\%\sim 18\%$ ；重复性限分别为 $0.0077\ \mu\text{g/L}\sim 0.010\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.040\ \mu\text{g/L}\sim 0.067\ \mu\text{g/L}$ 和 $0.24\ \mu\text{g/L}\sim 0.45\ \mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 $0.0093\ \mu\text{g/L}\sim 0.021\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.060\ \mu\text{g/L}\sim 0.13\ \mu\text{g/L}$ 和 $0.41\ \mu\text{g/L}\sim 0.79\ \mu\text{g/L}$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 $0.05\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.25\ \mu\text{g/L}$ 和 $1.80\ \mu\text{g/L}$ 的地表水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 $1.6\%\sim 26\%$ 、 $0.87\%\sim 18\%$ 和 $3.7\%\sim 19\%$ ；实验室间相对标准偏差分别为 $6.5\%\sim 18\%$ 、 $8.6\%\sim 21\%$ 和 $4.6\%\sim 17\%$ ；重复性限分别为 $0.0038\ \mu\text{g/L}\sim 0.015\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.033\ \mu\text{g/L}\sim 0.061\ \mu\text{g/L}$ 和 $0.32\ \mu\text{g/L}\sim 0.55\ \mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 $0.011\ \mu\text{g/L}\sim 0.023\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.061\ \mu\text{g/L}\sim 0.12\ \mu\text{g/L}$ 和 $0.47\ \mu\text{g/L}\sim 0.80\ \mu\text{g/L}$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 $0.05\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.25\ \mu\text{g/L}$ 和 $1.80\ \mu\text{g/L}$ 的地下水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 $3.3\%\sim 24\%$ 、 $3.3\%\sim 20\%$ 和 $4.1\%\sim 26\%$ ；实验室间相对标准偏差分别为 $11\%\sim 18\%$ 、 $5.9\%\sim 18\%$ 和 $10\%\sim 19\%$ ；重复性限分别为 $0.011\ \mu\text{g/L}\sim 0.015\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.044\ \mu\text{g/L}\sim 0.081\ \mu\text{g/L}$ 和 $0.35\ \mu\text{g/L}\sim 0.61\ \mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 $0.016\ \mu\text{g/L}\sim 0.023\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.053\ \mu\text{g/L}\sim 0.13\ \mu\text{g/L}$ 和 $0.50\ \mu\text{g/L}\sim 0.87\ \mu\text{g/L}$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 $0.05\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.25\ \mu\text{g/L}$ 和 $1.80\ \mu\text{g/L}$ 的海水样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 $1.1\%\sim 27\%$ 、 $1.6\%\sim 23\%$ 和 $2.3\%\sim 19\%$ ；实验室间相对标准偏差分别为 $10\%\sim 26\%$ 、 $11\%\sim 25\%$ 和 $6.1\%\sim 18\%$ ；重复性限分别为 $0.011\ \mu\text{g/L}\sim 0.016\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.050\ \mu\text{g/L}\sim 0.070\ \mu\text{g/L}$ 和 $0.28\ \mu\text{g/L}\sim 0.42\ \mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 $0.015\ \mu\text{g/L}\sim 0.034\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.086\ \mu\text{g/L}\sim 0.15\ \mu\text{g/L}$ 和 $0.45\ \mu\text{g/L}\sim 0.81\ \mu\text{g/L}$ 。

## (3) 正确度

### ①内标为节球藻毒素时的正确度

6家实验室分别对加标浓度为 $0.05\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.25\ \mu\text{g/L}$ 和 $1.80\ \mu\text{g/L}$ 的空白样品进行了6次重复测定：加标回收率范围分别为 $58.3\%\sim 106\%$ 、 $68.4\%\sim 103\%$ 和 $57.7\%\sim 97.5\%$ ，加标回收率最终值分别为 $(77.0\pm 23)\%$ 、 $(83.4\pm 25)\%$ 、 $(82.6\pm 13)\%$ 、 $(91.7\pm 18)\%$ 和 $(74.4\pm 19)\%$ 、 $(82.1\pm 22)\%$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 $0.05\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.25\ \mu\text{g/L}$ 和 $1.80\ \mu\text{g/L}$ 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 $57.4\%\sim 117\%$ 、 $58.1\%\sim 115\%$ 和 $52.9\%\sim 111\%$ ，加标回收率最终值分别为 $(80.3\pm 24)\%$ 、 $(92.8\pm 32)\%$ 、 $(77.7\pm 30)\%$ 、 $(87.6\pm 37)$ 和 $(76.0\pm 33)\%$ 、 $(83.5\pm 38)\%$ 。

6家实验室分别对加标浓度为 $0.05\ \mu\text{g/L}$ 、 $0.25\ \mu\text{g/L}$ 和 $1.80\ \mu\text{g/L}$ 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 57.3%~123%、51.8%~113%和 52.7%~103%，加标回收率最终值分别为  $(81.7 \pm 20)\%$ ~ $(96.2 \pm 32)\%$ 、 $(83.2 \pm 17)\%$ ~ $(88.4 \pm 27)\%$ 和  $(74.6 \pm 28)\%$ ~ $(83.1 \pm 22)\%$ 。

6 家实验室分别对加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$  的海水样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 55.9%~124%、56.8%~112%和 50.1%~118%，加标回收率最终值分别为  $(83.1 \pm 43)\%$ ~ $(95.8 \pm 25)\%$ 、 $(79.7 \pm 25)\%$ ~ $(96.9 \pm 29)\%$ 和  $(74.8 \pm 32)\%$ ~ $(87.4 \pm 24)\%$ 。

### ②以亮氨酸脑啡肽为内标时的正确度

6 家实验室分别对加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$  的空白样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 65.6%~122%、67.2%~107%和 60.4%~107%，加标回收率最终值分别为  $(77.6 \pm 11)\%$ ~ $(89.4 \pm 37)\%$ 、 $(81.7 \pm 19)\%$ ~ $(93.5 \pm 18)\%$ 和  $(75.0 \pm 16)\%$ ~ $(89.1 \pm 22)\%$ 。

6 家实验室分别对加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$  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 64.2%~113%、57.6%~110%和 60.1%~113%，加标回收率最终值分别为  $(74.7 \pm 19)\%$ ~ $(87.3 \pm 34)\%$ 、 $(70.7 \pm 23)\%$ ~ $(85.3 \pm 24)$ 和  $(76.1 \pm 17)\%$ ~ $(83.2 \pm 17)\%$ 。

6 家实验室分别对加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$  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 64.2%~115%、59.5%~109%和 61.7%~107%，加标回收率最终值分别为  $(79.8 \pm 25)\%$ ~ $(87.9 \pm 37)\%$ 、 $(76.3 \pm 35)\%$ ~ $(88.9 \pm 19)\%$ 和  $(74.0 \pm 14)\%$ ~ $(86.1 \pm 25)\%$ 。

6 家实验室分别对加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$  的海水样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 58.3%~109%、45.6%~113%和 49.4%~113%，加标回收率最终值分别为  $(76.5 \pm 17)\%$ ~ $(89.5 \pm 25)\%$ 、 $(70.4 \pm 29)\%$ ~ $(89.2 \pm 9.3)\%$ 和  $(72.4 \pm 29)\%$ ~ $(86.6 \pm 34)\%$ 。

### ③以环孢菌素-A,<sup>13</sup>C<sub>2</sub>,d<sub>4</sub>为内标时的正确度

6 家实验室分别对加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$  的空白样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 63.0%~93.9%、66.2%~103%和 62.5%~105%，加标回收率最终值分别为  $(73.8 \pm 16)\%$ ~ $(79.3 \pm 11)\%$ 、 $(77.8 \pm 18)\%$ ~ $(89.9 \pm 7.4)\%$ 和  $(73.9 \pm 14)\%$ ~ $(83.5 \pm 27)\%$ 。

6 家实验室分别对加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$  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 54.5%~106%、52.6%~101%和 56.4%~97.6%，加标回收率最终值分别为  $(66.4 \pm 8.6)\%$ ~ $(84.1 \pm 30)\%$ 、 $(71.3 \pm 30)\%$ ~ $(82.2 \pm 19)$ 和  $(72.3 \pm 13)\%$ ~ $(78.4 \pm 25)\%$ 。

6 家实验室分别对加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$  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 54.5%~107%、54.4%~102%和 53.8%~101%，加标回收率最终值分别为  $(68.4 \pm 15)\%$ ~ $(86.3 \pm 27)\%$ 、 $(74.5 \pm 24)\%$ ~ $(83.9 \pm 9.9)\%$ 和  $(73.2 \pm 15)\%$ ~ $(80.1 \pm 29)\%$ 。

6 家实验室分别对加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/L}$ 、0.25  $\mu\text{g/L}$  和 1.80  $\mu\text{g/L}$  的海水样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 42.4%~121%、48.3%~114%和 55.9%~101%，加标

回收率最终值分别为  $(72.3 \pm 15)\%$  ~  $(85.1 \pm 44)\%$ 、 $(74.4 \pm 30)\%$  ~  $(88.7 \pm 19)\%$  和  $(76.1 \pm 22)\%$  ~  $(84.9 \pm 21)\%$ 。