

# 中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 834-2017

---

## 土壤和沉积物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法

Soil and sediment - Determination of semivolatile organic compounds  
- Gas chromatography /Mass spectrometry  
(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版社出版的正式标准文本为准。

2017-07-18发布

2017-09-01实施

---

环 境 保 护 部 发 布

# 目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	3
6 样品.....	3
7 分析步骤.....	5
8 结果计算与表示.....	8
9 精密度和准确度.....	9
10 质量保证和质量控制.....	10
11 废弃物的处理.....	10
12 注意事项.....	10
附录 A（规范性附录） 方法检出限和测定下限.....	12
附录 B（资料性附录） 硅酸镁和硅胶层析柱净化方法.....	14
附录 C（资料性附录） 目标化合物的测定参考参数.....	17
附录 D（资料性附录） 方法的精密度和准确度.....	19

## 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范土壤和沉积物中半挥发性有机物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤和沉积物中半挥发性有机物的气相色谱-质谱法。

本标准首次发布。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B~附录 D 为资料性附录。

本标准由环境保护部环境监测司、科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：河南省环境监测中心。

本标准验证单位：河南省新乡市环境监测站、河南省环境科学研究院、河南出入境检验检疫局技术中心、开封市环境监测站、中国地质科学院水文地质环境地质研究所、河南省环境监测中心。

本标准环境保护部 2017 年 7 月 18 日批准。

本标准自 2017 年 9 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

# 土壤和沉积物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法

警告：试验中所用有机溶剂和标准物质为有毒有害物质，标准溶液配制及样品前处理过程应在通风橱中进行；操作时应按规定佩戴防护器具，避免有机溶剂和标准物质直接接触皮肤和衣物。

## 1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中半挥发性有机物的气相色谱-质谱法。

本方法适用于土壤和沉积物中氯代烃类、邻苯二甲酸酯类、亚硝胺类、醚类、卤醚类、酮类、苯胺类、吡啶类、喹啉类、硝基芳香烃类、酚类包括硝基酚类、有机氯农药类、多环芳烃类等半挥发性有机物的筛查鉴定和定量分析，对于特定类别的化合物，应在此筛选基础上选用专属的分析方法测定。

取样量为 20.0 g，定容体积为 1.0 ml，采用全扫描方式测定时，方法检出限为 0.06 mg/kg~0.3 mg/kg，测定下限为 0.24 mg/kg~1.20 mg/kg。详见附录 A。

## 2 规范性引用文件

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

GB 17378.3	海洋监测规范 第 3 部分：样品采集、贮存与运输
GB 17378.5	海洋监测规范 第 5 部分：沉积物分析
HJ 613	土壤 干物质和水分的测定 重量法
HJ 783	土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法
HJ/T 166	土壤环境监测技术规范

## 3 方法原理

土壤或沉积物中半挥发性有机物采用适合的萃取方法（索氏提取、加压流体萃取等）提取，根据样品基体干扰情况选择合适的净化方法（凝胶渗透色谱或柱净化）对提取液净化、浓缩、定容，经气相色谱分离、质谱检测。根据保留时间、碎片离子质荷比及其丰度定性，内标法定量。

## 4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂。实验用水为新制备的超纯水或蒸馏水。

- 4.1 丙酮（ $C_3H_6O$ ）：农残级。
- 4.2 二氯甲烷（ $CH_2Cl_2$ ）：农残级。
- 4.3 乙酸乙酯（ $C_4H_8O_2$ ）：农残级。
- 4.4 环己烷（ $C_6H_{12}$ ）：农残级。
- 4.5 二氯甲烷-丙酮混合溶剂：1+1。

用二氯甲烷（4.2）和丙酮（4.1）按 1:1 体积比混合。

4.6 凝胶渗透色谱流动相：用乙酸乙酯（4.3）和环己烷（4.4）按 1+1 体积比混合，或按仪器说明书配制其他溶剂体系。

4.7 硝酸： $\rho$ （ $\text{HNO}_3$ ）=1.42 g/ml，优级纯。

4.8 硝酸溶液：1+1。

用优级纯硝酸（4.7）与实验用水按 1:1 体积比混合。

4.9 铜粉（Cu）：纯度为 99.5%

使用前用硝酸溶液（4.8）去除铜粉表面的氧化物，用实验用水冲洗除酸，并用丙酮（4.1）清洗后，再用高纯氮气缓缓吹干待用，每次临用前处理，保持铜粉表面光亮。

4.10 半挥发性有机物标准贮备液： $\rho$ =1000 mg/L~5000 mg/L，市售有证标准溶液。

4.11 半挥发性有机物标准中间液： $\rho$ =200  $\mu\text{g/ml}$ ~500  $\mu\text{g/ml}$ 。

用二氯甲烷-丙酮混合溶剂（4.5）稀释半挥发性有机物标准贮备液（4.10）。

4.12 内标贮备液： $\rho$ =5000 mg/L

1,4-二氯苯- $\text{d}_4$ 、萘- $\text{d}_8$ 、萘- $\text{d}_{10}$ 、菲- $\text{d}_{10}$ 、蒽- $\text{d}_{12}$  和芘- $\text{d}_{12}$ ，市售有证标准溶液。亦可选用其他性质相近的半挥发性有机物做内标。

4.13 内标中间液： $\rho$ =200  $\mu\text{g/ml}$ ~500  $\mu\text{g/ml}$ 。

用二氯甲烷-丙酮混合溶剂（4.5）稀释配置内标贮备液（4.12），并混匀。

4.14 替代物贮备液： $\rho$ =1000 mg/L~4000 mg/L。

苯酚- $\text{d}_6$ 、2-氟苯酚、2,4,6-三溴苯酚、硝基苯- $\text{d}_5$ 、2-氟联苯、4'4'-三联苯- $\text{d}_{14}$  等市售有证标准溶液。

4.15 替代物中间液： $\rho$ =200  $\mu\text{g/ml}$ ~500  $\mu\text{g/ml}$ 。

用二氯甲烷-丙酮混合溶剂（4.5）稀释配置替代物贮备液（4.14），并混匀。

4.16 十氟三苯基膦（DFTPP）： $\rho$ =50 mg/L，市售标准溶液。

其他浓度用二氯甲烷（4.2）稀释成 50 mg/L 并混匀。

4.17 凝胶渗透色谱校准溶液：含有玉米油（25 mg/ml）、邻苯二甲酸二（2-二乙基己基）酯（1 mg/ml）、甲氧滴滴涕（200 mg/L）、芘（20 mg/L）和硫（80 mg/L）的混合溶液。市售。

注：4.10~4.17 中的所有标准贮备液均应参照制造商的产品说明保存方法，所有配置的中间液应于-10  $^{\circ}\text{C}$  以下避光保存。使用前应检查其变化情况，一旦蒸发或降解应重新配制，使用前应恢复至室温、混匀。

4.18 干燥剂：优级纯无水硫酸钠（ $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ）或粒状硅藻土 250  $\mu\text{m}$ ~150  $\mu\text{m}$ （60 目~100 目）。

置于马弗炉中 400  $^{\circ}\text{C}$  烘烤 4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中密封，于干燥器中保存。

4.19 玻璃层析柱：内径 20 mm，长 10 cm~20 cm，具聚四氟乙烯活塞。

4.20 石英砂：150  $\mu\text{m}$ ~830  $\mu\text{m}$ （100 目~20 目）。

置于马弗炉中 400  $^{\circ}\text{C}$  烘烤 4 h，冷却后装入具塞磨口玻璃瓶中密封保存。

4.21 玻璃棉或玻璃纤维滤膜：使用前用二氯甲烷（4.2）浸洗，待二氯甲烷（4.2）挥发干后，于具塞磨口玻璃瓶中密封保存。

4.22 索氏提取套筒：玻璃纤维或天然纤维材质套筒。使用前，玻璃纤维套筒置于马弗炉中 400  $^{\circ}\text{C}$  烘烤 4 h，天然纤维套筒应用与样品提取相同的溶剂净化。

4.23 高纯氮气：纯度为 99.999%。

4.24 载气：高纯氦气，纯度为 99.999%。

## 5 仪器和设备

5.1 气相色谱/质谱仪：具电子轰击（EI）电离源。

5.2 色谱柱：石英毛细管柱，长 30 m，内径 0.25 mm，膜厚 0.25 μm，固定相为 5%-苯基-甲基聚硅氧烷，或其他等效的毛细管色谱柱。

5.3 提取装置：索氏提取或加压流体萃取仪等性能相当的设备。

5.4 凝胶渗透色谱仪（GPC）：具 254 nm 固定波长紫外检测器，填充凝胶填料的净化柱。

5.5 浓缩装置：旋转蒸发仪、氮吹仪或其他同等性能的设备。

5.6 真空冷冻干燥仪：空载真空度达 13 Pa 以下。

5.7 固相萃取装置。

5.8 一般实验室常用仪器和设备。

## 6 样品

### 6.1 样品的采集与保存

土壤样品按照 HJ/T 166 的相关要求采集和保存，沉积物样品按照 GB 17378.3 的相关要求采集和保存。样品应于洁净的具塞磨口棕色玻璃瓶中保存。运输过程中应密封、避光、4℃以下冷藏。运至实验室后，若不能及时分析，应于 4℃以下冷藏、避光、密封保存，保存时间不超过 10 天。

### 6.2 水分的测定

土壤样品干物质含量测定按照 HJ 613 执行，沉积物样品含水率测定按照 GB 17378.5 执行。

### 6.3 试样的制备

#### 6.3.1 样品准备

将样品放在搪瓷盘或不锈钢盘上，混匀，除去枝棒、叶片、石子等异物，按照 HJ/T 166 进行四分法粗分。用于筛选污染物为目的的样品，应对新鲜样品进行处理。自然干燥不影响分析目的时，也可将样品自然干燥。新鲜土壤或沉积物样品可采用冷冻干燥和干燥剂方法干燥。如果土壤或沉积物样品中水分含量较高（大于 30%），应先进行离心分离出水相，再进行干燥处理。

方法一：冻干法。取适量混匀后样品，放入真空冷冻干燥仪（5.6）中进行干燥脱水。干燥后的样品需研磨、过 0.25 mm 孔径的筛子，均化处理成 250 μm（60 目）左右的颗粒。然后称取 20 g（精确到 0.01 g）样品，全部转移至提取器中待用。

方法二：干燥剂法。称取 20 g（精确到 0.01 g）的新鲜样品，加入一定量的干燥剂（4.18）混匀、脱水并研磨成细小颗粒，充分拌匀直到散粒状，全部转移至提取容器中待用。

#### 6.3.2 提取

提取方法可选择索氏提取、加压流体萃取及其他等效萃取方法。

a) 索氏提取：将制备好的土壤或沉积物样品全部转移入索氏提取套筒（4.22），加入校准曲线中间点以上浓度的替代物中间液（4.15），小心置于索氏提取器回流管中，在圆底溶剂瓶中加入 100 ml 二氯甲烷-丙酮混合溶剂（4.5），提取 16 h~18 h，回流速度控制在每小时 4 次~6 次。然后停止加热回流，取出圆底溶剂瓶，待浓缩。

b) 加压流体萃取：按照 HJ 783 执行。

注：如果上述提取液中存在明显水分，需要进一步过滤和脱水。在玻璃漏斗上垫一层玻璃棉或玻璃纤维滤膜（4.21），加入约 5 g 无水硫酸钠（4.18），将提取液过滤至浓缩器皿中。再用少量二氯甲烷-丙酮混合溶剂（4.5）洗涤提取容器 3 次，洗涤液并入漏斗中过滤，最后再用少量二氯甲烷-丙酮混合溶剂（4.5）冲洗漏斗，全部收集至浓缩器皿中，待浓缩。

### 6.3.3 浓缩

浓缩方法推荐使用以下两种方式，其他方法经验证效果优于或等效时也可使用。

#### a) 氮吹浓缩

在室温条件下，开启氮气至溶剂表面有气流波动（避免形成气涡），用二氯甲烷（4.2）多次洗涤氮吹过程中已露出的浓缩器管壁。浓缩至约 2 ml，停止浓缩。

当选用凝胶渗透色谱法净化时，加入约 5 ml 凝胶渗透色谱流动相（4.6）进行溶剂转换，再浓缩至约 1 ml，待净化。

当需对特定种类半挥发性有机物进行净化时，可按附录 B 的方法进行溶剂转换，再浓缩至 1 ml 左右待净化。

#### b) 旋转蒸发浓缩

加热温度设置在 40℃ 左右，将提取液（6.3.2）浓缩至约 2 ml，停止浓缩。用一次性滴管将浓缩液转移至具刻度浓缩器皿，并用少量二氯甲烷-丙酮混合溶剂（4.5）将旋转蒸发瓶底部冲洗 2 次，合并全部的浓缩液，再用氮吹浓缩至约 1 ml，待净化。

当选用凝胶渗透色谱法净化时，当上述浓缩液氮吹至 2 ml 时，加入约 5 ml 凝胶渗透色谱流动相（4.6）进行溶剂转换，再浓缩至约 1 ml，待净化。

当需对特定种类半挥发性有机物进行净化时，可按附录 B 的方法进行溶剂转换，再浓缩至 1 ml 左右待净化。

### 6.3.4 净化

#### 6.3.4.1 凝胶渗透色谱净化

当分析的目的是筛查全部半挥发性有机物时，应选用凝胶渗透色谱净化方法。

##### a) 凝胶渗透色谱柱的校准

按照仪器说明书对凝胶渗透色谱柱进行校准，凝胶渗透色谱校准溶液（4.17）得到的色谱峰应满足以下条件：所有峰形均匀对称；玉米油和邻苯二甲酸二（2-二乙基己基）酯的色谱峰之间分辨率大于 85%；邻苯二甲酸二（2-二乙基己基）酯和甲氧滴滴涕的色谱峰之间分辨率大于 85%；甲氧滴滴涕和茈的色谱峰之间分辨率大于 85%；茈和硫的色谱峰不能重叠，基线分离大于 90%。

##### b) 确定收集时间

半挥发性有机物的收集时间初步定在玉米油出峰之后至硫出峰之前，茈洗脱出以后，立即停止收集。然后用半挥发性有机物标准中间液（4.11）进样形成标准物质谱图，根据标准物质谱图进一步确定起始和停止收集时间，并测定其回收率。沸点较低的半挥发性有机物的回收率受浓缩等因素影响导致回收率下降，当大部分的目标物回收率均大于 90% 时，即可按此收集时间和仪器条件净化样品，否则需继续调整收集时间和其他条件。

##### c) 提取液净化

用凝胶渗透色谱流动相（4.6）将浓缩后的提取液（6.3.3）定容至凝胶渗透色谱仪定量环需要的体积，按照确定后的收集时间自动净化、收集流出液，待再次浓缩（6.3.5）。

#### 6.3.4.2 层析柱净化

当分析目的只关注半挥发性有机物中的某一类化合物时，可采用含有不同吸附剂的层析柱进行净化。

不同目标物推荐使用的净化方法见表 1。具体操作步骤参见附录 B。其他方法验证效果优于或等效时也可使用。

表 1 目标分析物类别及适用净化方法

目标化合物	氧化铝柱	硅酸镁柱	硅胶柱	凝胶渗透色谱
苯胺和苯胺衍生物		✓		
苯酚类			✓	✓
邻苯二甲酸酯类	✓	✓		✓
亚硝基胺类	✓	✓		✓
有机氯农药	✓	✓	✓	✓
硝基芳烃和环酮类		✓		✓
多环芳烃类	✓	✓	✓	✓
卤代醚类		✓		✓
氯代烃类		✓		✓
其他半挥发性有机物				✓

#### 6.3.5 浓缩、加内标

净化后的试液（6.3.4）再次按照氮吹浓缩或旋转蒸发浓缩（6.3.3）的步骤进行浓缩、加入适量内标中间液（4.13），并定容至 1.0 ml，混匀后转移至 2 ml 样品瓶中，待测。

#### 6.4 空白试样的制备

用石英砂（4.20）代替实际样品，按照与试样的制备（6.3）相同步骤制备空白试样。

### 7 分析步骤

#### 7.1 仪器参考条件

##### 7.1.1 气相色谱参考条件

进样口温度：280 °C，不分流；

进样量：1.0 µl，柱流量：1.0 ml/min（恒流）；

柱温：35 °C 开始保持 2 min；以 15 °C/min 升温至 150 °C，保持 5 min；以 3 °C/min 升温至 290 °C，保持 2.0 min。

注：保持到最后一个目标物苯并(ghi)芘出峰后。

##### 7.1.2 质谱参考条件

电子轰击源（EI）；

离子源温度：230 °C；

离子化能量：70 eV；



接口温度：280 ℃；

四级杆温度：150 ℃

质量扫描范围：35 amu~450 amu；

溶剂延迟时间：5 min。

数据采集方式：全扫描(Scan)或选择离子模式（SIM）模式。

## 7.2 校准

### 7.2.1 质谱性能检查

每次分析前，应进行质谱自动调谐，再将气相色谱和质谱仪设定至分析方法要求的仪器条件，并处于待机状态，通过气相色谱进样口直接注入 1.0 μl 十氟三苯基膦（DFTPP）（4.16）溶液，得到十氟三苯基膦质谱图，其质量碎片的离子丰度应全部符合表 2 中的要求。否则须清洗质谱仪离子源。

表 2 十氟三苯基膦（DFTPP）离子丰度规范要求

质荷比 (m/z)	相对丰度规范	质荷比 (m/z)	相对丰度规范
51	198 峰（基峰）的 30-60%	199	198 峰的 5-9%
68	小于 69 峰的 2%	275	基峰的 10-30%
70	小于 69 峰的 2%	365	大于基峰的 1%
127	基峰的 40-60%	441	存在且小于 443 峰
197	小于 198 峰的 1%	442	基峰或大于 198 峰的 40%
198	基峰，丰度 100%	443	442 峰的 17-23%

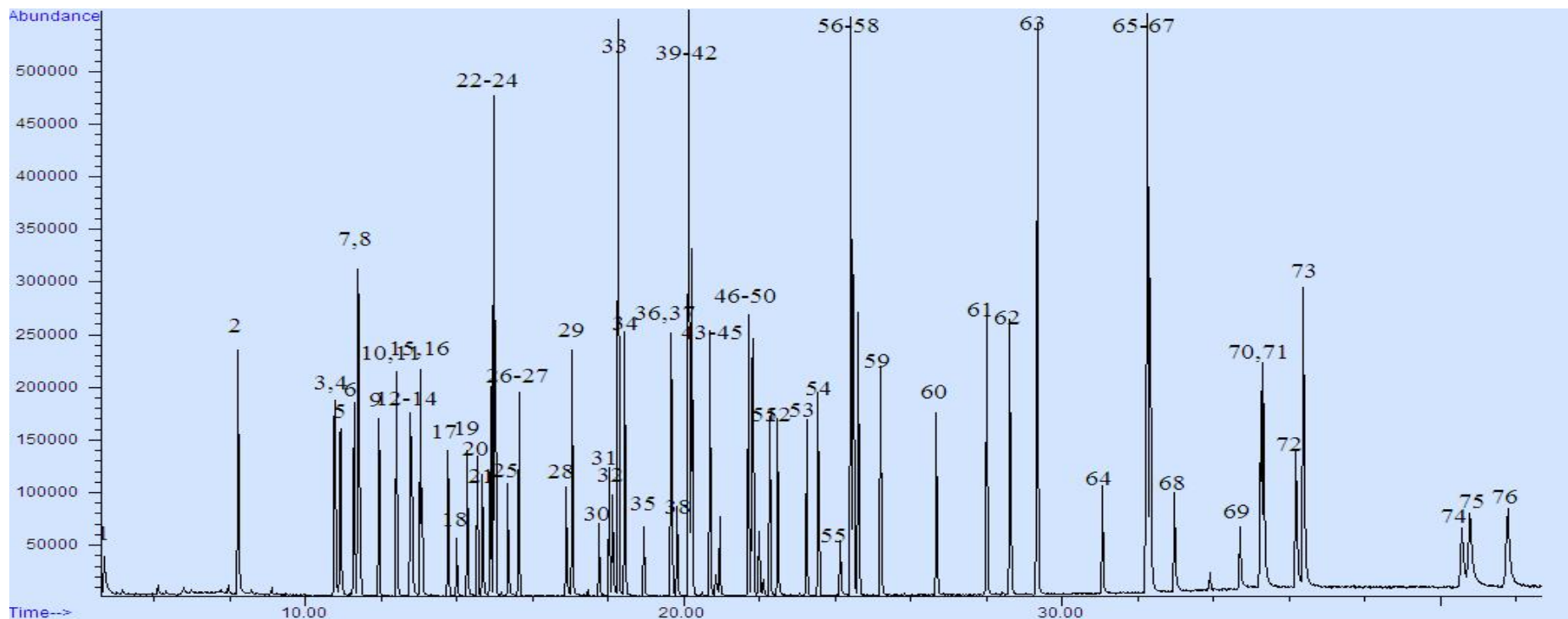
### 7.2.2 校准曲线的绘制

取 5 个 5 ml 容量瓶，预先加入 2 ml 二氯甲烷溶剂（4.2），分别量取适量的半挥发性有机物标准中间液（4.11）、替代物中间液（4.15）和内标中间液（4.13），用二氯甲烷溶剂（4.2）定容后混匀，配制成至少 5 个浓度点的标准系列。半挥发有机物和替代物的质量浓度均分别为 1.0 μg/ml、5.0 μg/ml、10.0 μg/ml、20.0 μg/ml、50.0 μg/ml，内标质量浓度均为 40.0 μg/ml。也可根据仪器灵敏度或样品中目标物浓度配制成其他气相色谱-质谱仪适合的浓度水平的校准系列。

按照仪器参考条件（7.1），从低浓度到高浓度依次进样分析。以目标化合物浓度为横坐标；以目标化合物与内标化合物定量离子响应值的比值和内标化合物质量浓度的乘积为纵坐标，绘制校准曲线。

### 7.2.3 标准样品的色谱/质谱图

在本标准推荐的仪器参考条件下，目标物的总离子流色谱图见图 1。



1. N-亚硝基二甲胺；2. 2-氟酚(替代物)；3. 苯酚-d<sub>6</sub>(替代物)；4. 苯酚；5. 双(2-氯乙基)醚；6. 2-氯苯酚；7. 1,3-二氯苯；8. 1,4-二氯苯-d<sub>4</sub>(内标)；9. 1,4-二氯苯；10. 1,2-二氯苯；11. 2-甲基苯酚；12. 二(2-氯异丙基)醚；13. 六氯乙烷；14. N-亚硝基二正丙胺；15. 4-甲基苯酚；16. 硝基苯-d<sub>5</sub>(替代物)；17. 硝基苯；18. 异佛尔酮；19. 2-硝基苯酚；20. 2,4-二甲基苯酚；21. 二(2-氯乙氧基)甲烷；22. 2,4-二氯苯酚；23. 1,2,4-三氯苯；24. 萘-d<sub>8</sub>(内标)；25. 萘；26. 4-氯苯胺；27. 六氯丁二烯；28. 4-氯-3-甲基苯酚；29. 2-甲基萘；30. 六氯环戊二烯；31. 2,4,6-三氯苯酚；32. 2,4,5-三氯苯酚；33. 2-氟联苯(替代物)；34. 2-氯萘；35. 2-硝基苯胺；36. 萘烯；37. 邻苯二甲酸二甲酯；38. 2,6-二硝基甲苯；39. 萘-d<sub>10</sub>(内标)；40. 3-硝基苯胺；41. 2,4-二硝基苯酚；42. 萘；43. 二苯并呋喃；44. 4-硝基苯酚；45. 2,4-二硝基甲苯；46. 芴；47. 邻苯二甲酸二乙酯；48. 4-氯苯基苯基醚；49. 4-硝基苯胺；50. 4,6-二硝基-2-甲基苯酚；51. 偶氮苯；52. 2,4,6-三溴苯酚(替代物)；53. 4-溴二苯基醚；54. 六氯苯；55. 五氯苯酚；56. 菲-d<sub>10</sub>(内标)；57. 菲；58. 蒽；59. 咪唑；60. 邻苯二甲酸二正丁酯；61. 荧蒽；62. 芘；63. 4,4'-三联苯-d<sub>14</sub>(替代物)；64. 邻苯二甲酸丁基苯基酯；65. 苯并(a)蒽；66. 蒽-d<sub>12</sub>(内标)；67. 蒽；68. 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯；69. 邻苯二甲酸二正辛酯；70. 苯并(b)荧蒽；71. 苯并(k)荧蒽；72. 苯并(a)芘；73. 芘-d<sub>12</sub>(内标)；74. 茚并(1,2,3-cd)芘；75. 二苯并(ah)蒽；76. 苯并(ghi)芘

图 1 半挥发性有机物标准样品的总离子流谱图

### 7.3 试样的测定

按照与校准曲线绘制相同的仪器分析条件（7.1）测定待测的试样（6.3.5）。

### 7.4 空白试验

按照与试样测定相同的仪器分析条件（7.1）测定空白试样（6.4）

## 8 结果计算与表示

### 8.1 定性分析

通过样品中目标物与标准系列中目标物的保留时间、质谱图、碎片离子质荷比及其丰度等信息比较，对目标物进行定性分析。应多次分析标准溶液得到目标物的保留时间均值，以平均保留时间±3 倍的标准偏差为保留时间窗口，样品中目标物的保留时间应在其范围内。

目标物标准质谱图中相对丰度高于 30% 的所有离子应在样品质谱图中存在，样品质谱图和标准质谱图中上述特征离子的相对丰度偏差应在±30% 之内。一些特殊的离子如分子离子峰，即使其相对丰度低于 30%，也应该作为判别化合物的依据。

对没有标准物质或纯品的半挥发性有机物，可通过获得的全扫描质谱图与 NIST 标准谱库谱图检索进行定性鉴别。（1）分子离子峰应出现在样品中；（2）标准质谱图中相对丰度高于 30% 的特征离子应在样品质谱图中存在；（3）谱库检索可信度至少大于 70%。定性结果仅适用于污染初步筛查和未知物初步定性，并在报告中给出结果的可信度。

注：如果实际样品存在明显的背景干扰，应扣除背景影响。

### 8.2 定量分析

在对目标物定性判断的基础上，根据定量离子的峰面积，采用内标法进行定量。当样品中目标化合物的定量离子有干扰时，可使用辅助离子定量。定量离子、辅助离子参见附录 C。

### 8.3 结果计算

#### 8.3.1 平均相对响应因子（ $\overline{RRF}$ ）的计算

校准系列第  $i$  点中目标化合物的相对响应因子（ $RRF_i$ ），按照公式（1）计算。

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

式中：

$RRF_i$ ——校准系列中第  $i$  点目标化合物的相对响应因子；

$A_i$ ——校准系列中第  $i$  点目标化合物定量离子的响应值；

$A_{ISi}$ ——校准系列中第  $i$  点与目标化合物相对应内标定量离子的响应值；

$\rho_{ISi}$ ——校准系列中内标物的质量浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；

$\rho_i$ ——校准系列中第  $i$  点目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/ml}$ 。

校准系列中目标化合物的平均相对响应因子  $\overline{RRF}$ ，按照公式（2）计算。

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

式中：

$\overline{RRF}$ ——校准系列中目标化合物的平均相对响应因子；  
 $RRF_i$ ——校准系列中第  $i$  点目标化合物的相对响应因子；  
 $n$  —— 校准系列点数。

### 8.3.2 土壤样品的结果计算

土壤样品中的目标化合物含量  $\omega$  (mg/kg)，按照公式 (3) 进行计算。

$$\omega = \frac{A_x \times \rho_{IS} \times V_x}{A_{IS} \times \overline{RRF} \times m \times W_{dm}} \quad (3)$$

式中：

$\omega$ ——样品中的目标物含量，mg/kg；  
 $A_x$ ——试样中目标化合物定量离子的峰面积；  
 $A_{IS}$ ——试样中内标化合物定量离子的峰面积；  
 $\rho_{IS}$ ——试样中内标的浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；  
 $\overline{RRF}$ ——校准系列中目标化合物的平均相对响应因子；  
 $V_x$ ——试样的定容体积，ml；  
 $m$  —— 样品的称取量，g；  
 $W_{dm}$ ——样品干物质含量，%。

### 8.3.3 沉积物样品的结果计算

沉积物样品中的目标化合物含量  $\omega$  (mg/kg)，按照公式 (4) 计算。

$$\omega = \frac{A_x \times \rho_{IS} \times V_x}{A_{IS} \times \overline{RRF} \times m \times (1-w)} \quad (4)$$

式中：

$\omega$ ——样品中的目标物含量，mg/kg；  
 $A_x$ ——试样中目标化合物定量离子的峰面积；  
 $A_{IS}$ ——试样中内标化合物定量离子的峰面积；  
 $\rho_{IS}$ ——试样中内标的浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；  
 $\overline{RRF}$ ——校准曲线的平均相对响应因子；  
 $V_x$ ——浓缩定容体积，ml；  
 $m$ ——样品量，g；  
 $w$ ——样品的含水率，%。

## 8.4 结果表示

当测定结果小于 1 mg/kg 时，小数位数的保留与方法检出限一致；当测定结果大于或等于 1 mg/kg 时，结果最多保留三位有效数字。

## 9 精密度和准确度

### 9.1 精密度

6 家实验室分别对加标浓度为 0.25 mg/kg、0.5 mg/kg 和 1.0 mg/kg 的统一样品进行了测定，实验室内相对标准偏差分别为：4.7%~44%，3.9%~29%和 2.9%~30%；

实验室间相对标准偏差分别为：10%~40%，7%~36%和7%~35%；

重复性限范围分别为：0.04 mg/kg~0.12 mg/kg，0.08 mg/kg~0.24 mg/kg 和 0.13 mg/kg~0.47 mg/kg；

再现性限范围分别为：0.07 mg/kg~0.31 mg/kg，0.10 mg/kg~0.44 mg/kg 和 0.25 mg/kg~0.84 mg/kg。

## 9.2 准确度

6家实验室分别对20g实际土壤和沉积物加标样品（浓度为1.0mg/kg）分析测定。目标物的加标回收率平均值范围分别为47%~119%和46%~114%。

精密度和准确度数据详见附录D。

## 10 质量保证和质量控制

### 10.1 空白实验

每20个样品至少做一个空白试验，测定结果中目标物浓度不应超过方法检出限。

### 10.2 仪器性能检查

配制含有4,4'-DDT、五氯苯酚和联苯胺浓度均为50 μg/ml的混合溶液。用此标准溶液来检查气相色谱仪注射入口的惰性。DDT到DDE和DDD的降解率不应超过15%。如果DDT衰减过多或出现较差的色谱峰，则需要清洗或更换进样口，同时还应截取毛细管柱前端约5cm。联苯胺和五氯苯酚等极性化合物在进样口易出现分解，峰形出现拖尾分裂等现象，也应进行同样的处理。

### 10.3 校准曲线检查

初始校准曲线中目标化合物相对响应因子的相对标准偏差应不大于30%，或相关系数大于等于0.990。

每24小时分析一次校准曲线中间点浓度，其测定值和初始测定值的相对偏差应小于30%。

10.4 每20个样品至少应分析1个平行样，浓度水平在定量下限以上的平行样测定结果的相对偏差应小于40%。

10.5 每批样品至少做1个基体加标样，加标浓度为原样品浓度的1-5倍或曲线中间浓度点。目标物和替代物加标回收率的控制指标参见附录D。

### 10.6 替代物的回收率

实验室应建立替代物加标回收控制图，按同一批样品（20至30个样品）进行统计，剔除离群值，计算替代物的平均回收率 $\bar{p}$ 及相对标准偏差 $s$ ，替代物的平均应控制在 $\bar{p} \pm 3s$ 内。

## 11 废弃物的处理

试验中所产生的所有废液和其它废弃物（包括检测后的残液）应集中密封存放，并附警示标志，委托有资质单位集中处置。

## 12 注意事项

12.1 未知高浓度样品在分析前，应先在相同色谱柱的气相色谱仪（FID检测器）或者气相色谱仪（ECD检测器）上进行初步检查，防止高浓度有机物对气相色谱-质谱系统的污染。

12.2 六氯环戊二烯在气相色谱仪进样口处会发生热分解，在丙酮溶液中发生化学反应以及光化学分解；N-二甲基亚硝胺易与溶剂共流出，与二苯胺难以分离，且在气相色谱仪入口处易

发生热分解。回收率不稳定。

**12.3** 彻底清洗所用的任何玻璃器皿，以消除干扰物质。先用热水加清洁剂清洗，再用自来水和不含有机物的试剂水淋洗，在 130 °C 下烘 2-3 h，或用甲醇淋洗后晾干。干燥的玻璃器皿必须在干净的环境中保存。

附录 A  
(规范性附录)

方法检出限和测定下限

表 A.1 给出了全扫描目标化合物的出峰顺序、方法检出限和测定下限。

表 A.1 方法检出限和测定下限 单位: mg/kg

序号	名称	检出限	测定下限
1	N-亚硝基二甲胺	0.08	0.32
2	2-氟酚(替代物)	0.1	0.4
3	苯酚-d <sub>6</sub> (替代物)	0.1	0.4
4	苯酚	0.1	0.4
5	二(2-氯乙基)醚	0.09	0.36
6	2-氯苯酚	0.06	0.24
7	1,3-二氯苯	0.08	0.32
8	1,4-二氯苯	0.08	0.32
9	1,2-二氯苯	0.08	0.32
10	2-甲基苯酚	0.1	0.4
11	二(2-氯异丙基)醚	0.1	0.4
12	六氯乙烷	0.1	0.4
13	N-亚硝基二正丙胺	0.07	0.28
14	4-甲基苯酚	0.1	0.4
15	硝基苯-d <sub>5</sub> (替代物)	0.1	0.4
16	硝基苯	0.09	0.36
17	异佛尔酮	0.07	0.28
18	2-硝基苯酚	0.2	0.8
19	2,4-二甲基苯酚	0.09	0.36
20	二(2-氯乙氧基)甲烷	0.08	0.32
21	2,4-二氯苯酚	0.07	0.28
22	1,2,4-三氯苯	0.07	0.28
23	萘	0.09	0.36
24	4-氯苯胺	0.09	0.36
25	六氯丁二烯	0.06	0.24
26	4-氯-3-甲基苯酚	0.06	0.24
27	2-甲基萘	0.08	0.32
28	六氯环戊二烯	0.1	0.4
29	2,4,6-三氯苯酚	0.1	0.4
30	2,4,5-三氯苯酚	0.1	0.4
31	2-氟联苯(替代物)	0.1	0.4
32	2-氯萘	0.1	0.4
33	2-硝基苯胺	0.08	0.32
34	萘烯	0.09	0.36
35	邻苯二甲酸二甲酯	0.07	0.28
36	2,6-二硝基甲苯	0.08	0.36
37	3-硝基苯胺	0.1	0.4

序号	名称	检出限	测定下限
38	2,4-二硝基苯酚	0.1	0.4
39	茚	0.1	0.4
40	二苯并呋喃	0.09	0.36
41	4-硝基苯酚	0.09	0.36
42	2,4-二硝基甲苯	0.2	0.8
43	芴	0.08	0.32
44	邻苯二甲酸二乙酯	0.3	1.2
45	4-氯苯基苯基醚	0.1	0.4
46	4-硝基苯胺	0.1	0.4
47	4,6-二硝基-2-甲基苯酚	0.1	0.4
48	偶氮苯	0.1	0.4
49	2,4,6-三溴苯酚(替代物)	0.2	0.8
50	4-溴二苯基醚	0.1	0.4
51	六氯苯	0.1	0.4
52	五氯苯酚	0.2	0.8
53	菲	0.1	0.4
54	蒽	0.1	0.4
55	咔唑	0.1	0.4
56	邻苯二甲酸二正丁酯	0.1	0.4
57	荧蒽	0.2	0.8
58	芘	0.1	0.4
59	4,4'-三联苯-d <sub>14</sub> (替代物)	0.1	0.4
60	邻苯二甲酸丁基苄基酯	0.2	0.8
61	苯并(a)蒽	0.1	0.4
62	蒽	0.1	0.4
63	邻苯二甲酸二(2-二乙基己基)酯	0.1	0.4
64	邻苯二甲酸二正辛酯	0.2	0.8
65	苯并(b)荧蒽	0.2	0.8
66	苯并(k)荧蒽	0.1	0.4
67	苯并(a)芘	0.1	0.4
68	茚并(1,2,3-cd)芘	0.1	0.4
69	二苯并(ah)蒽	0.1	0.4
70	苯并(ghi)芘	0.1	0.4

注：试验为 20 克空白样品，提取方法加压流体萃取，浓缩为旋转蒸发和氮吹浓缩，净化为凝胶渗透色谱。



## 附录 B

### (资料性附录)

#### 硅酸镁和硅胶层析柱净化方法

##### B.1 硅酸镁层析柱净化方法

B.1.1 硅酸镁填料：农药残留物（PR）级（60 或 100 目），贮存于带磨口玻璃塞或衬箔的螺旋盖玻璃容器中。

##### B.1.2 硅酸镁填料的脱活

用于邻苯二甲酸酯类净化，放入 100g 硅酸镁填料于 500 ml 烧杯中，并在 140℃加热大约 16h。加热后，转移至 500 ml 试剂瓶中。密封并冷却至室温。冷却后，加 3 ml 试剂水。摇荡或转动 10min 以充分混合，放置至少 2h，将瓶密封严密。

用于亚硝胺类、有机氯农药类和多氯联苯类（PCBs）、硝基芳香烃类、卤醚类、氯代烃类等净化。使用前，用玻璃容器盛装硅酸镁填料，用铝箔轻盖上面，在 130℃烘至少 16h。然后放入干燥器中冷却。

B.1.3 月桂酸值的测定：准确称取 2 g（精确至 0.01 g）活化的硅酸镁于 125 ml 具塞玻璃锥形瓶中，向瓶中加入 20.0 ml 月桂酸溶液，加盖，间歇震荡 15min。静置、澄清，取 10.0 ml 上清液于 125 ml 锥形瓶中。向烧瓶中加入 60 ml 的乙醇和 3 滴酚酞指示剂。

标定：用 0.05 mol/L 的氢氧化钠溶液滴定烧杯中的溶液，直至滴定终点（烧杯中溶液显示指示剂颜色 1min）。则月桂酸值用下式计算：

$$\text{月桂酸值} = 200 - \text{NaOH 滴定体积} \times \text{NaOH 浓度}$$

##### B.1.4 硅酸镁填料用量

从不同的批次或不同来源的硅酸镁载体，其吸附能力可能不同。吸附能力用月桂酸值评价，测定每克硅酸镁载体吸附正己烷溶液中月桂酸的量（mg）。

每批柱子所需硅酸镁用量（g）=月桂酸值/110×20 g

##### B.1.5 制备净化柱

将 10~20 g 活化的硅酸镁放入玻璃层析柱（4.19）中，轻敲柱子以填实硅酸镁填料，并加入大约 5 mm 的干燥剂（4.18）至柱顶部，待用。

##### B.1.6 邻苯二甲酸酯类的净化

B.1.6.1 在净化之前，将样品提取液（6.3.2）浓缩至 2 ml（参照 6.3.3），并将提取液（6.3.2）溶剂转换为正己烷，然后再次浓缩至 1 ml。

B.1.6.2 用 40 ml-60 ml 正己烷预淋洗净化柱（B.1.5）。洗脱速度大约为 2 ml/min。弃去这部分洗脱液，在柱顶端加入约 2 g 铜粉（4.9），再加入 10 ml 正己烷至刚好浸没铜粉时关闭活塞。定量转移 2 ml 样品提取液至柱上，再用 2 ml 正己烷清洗并完成转移，打开活塞，当铜粉层刚要暴露于空气之前，加 40 ml 正己烷并继续洗脱柱子，弃去此正己烷洗脱液。

用 100 ml 乙醚-正己烷混合溶剂（20+60）洗脱柱子，收集全部流出液，所洗脱的化合物有：①邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯；②邻苯二甲酸丁基苄基酯；邻苯二甲酸二正丁酯；③邻苯二甲酸二乙酯；④邻苯二甲酸二甲酯；⑤邻苯二甲酸二正辛酯。浓缩至 1ml，待用。

##### B.1.7 亚硝胺类的净化

B.1.7.1 在净化之前，将样品提取液（6.3.2）浓缩至 2 ml（参照 6.3.3），并将提取液（6.3.2）

溶剂转换为戊烷，然后再次浓缩至 1 ml。

**B. 1. 7. 2** 用 40 ml 乙醚-戊烷混合溶剂 (15+85) 淋洗净化柱 (B.1.5)，弃去洗脱液，在柱顶端加入约 2 g 铜粉 (4.9)，再加入 10 ml 乙醚-戊烷混合溶剂 (15+85) 淋洗，至铜粉暴露于空气之前定量地转移 2 ml 样品提取浓缩液至柱上，再用另外 2 ml 戊烷清洗并完全转移。

用 90 ml 乙醚-戊烷混合溶剂 (15+85) 淋洗，收集洗脱液，此级流分将包含二苯胺。

再用 100 ml 丙酮-乙醚混合溶剂 (5+95) 洗脱柱子，收集全部流出液，此洗脱液含所有亚硝酸类化合物。合并或分别浓缩上述淋洗液至 1 ml，待用。

#### **B. 1. 8 硝基芳香烃类和异佛尔酮的净化**

**B. 1. 8. 1** 在净化之前，将样品提取液 (6.3.2) 浓缩至 2 ml (参照 6.3.3)，并将提取液 (6.3.2) 溶剂转换为正己烷，然后再次浓缩至 1 ml。

**B. 1. 8. 2** 用 30 ml 二氯甲烷-正己烷混合溶剂 (1+9) 淋洗净化柱 (B.1.5)，弃去洗脱液，在柱顶端加入约 2 g 铜粉 (4.9)，然后将 2 ml 样品提取浓缩液全部转移至净化柱。再用 30 ml 二氯甲烷-正己烷混合溶剂 (1+9) 淋洗，弃去此部分淋洗液。

再用 90 ml 乙醚-戊烷混合溶剂 (15+85) 淋洗，这部分洗脱液含有二苯胺。

用 100 ml 的丙酮-乙醚混合溶剂 (5+95) 洗脱柱子，这部分洗脱液中包含所有硝基芳香烃类化合物。

用 30 ml 丙酮-二氯甲烷混合溶剂 (1+9) 洗脱，该部分洗脱的化合物为：①2,4-二硝基甲苯；②2,6-二硝基甲苯；③异佛尔酮；④硝基苯。合并或分别浓缩上述淋洗液至 1 ml，待用。

#### **B. 1. 9 氯代烃类的净化**

**B. 1. 9. 1** 在净化之前，将样品提取液 (6.3.2) 浓缩至 2 ml (参照 6.3.3)，并将提取液 (6.3.2) 溶剂转换为戊烷，然后再次浓缩至 1 ml。

**B. 1. 9. 2** 用 100 ml 石油醚淋洗净化柱 (B.1.5)，弃去洗脱液，在柱顶端加入约 2 g 铜粉 (4.9)，将浓缩后提取液全部转入净化柱，弃去这部分淋洗液。再用 200ml 石油醚淋洗，并收集洗脱液，包含所有氯代烃类：①2-氯萘；②1,2-二氯苯；③1,3-二氯苯；④1,4-二氯苯；⑤六氯苯；⑥六氯丁二烯；⑦六氯环戊二烯；⑧六氯乙烷；⑨1,2,4-三氯苯。浓缩淋洗液待用。

### **B. 2 硅胶净化酚类化合物**

**B. 2. 1** 硅胶：75 μm~150 μm 左右 (200 目-100 目)，色谱纯级，用前需在 130℃活化 16 h。

#### **B. 2. 2 酚类化合物的衍生化**

先将样品提取液 (6.3.2) 浓缩至 1 ml，并将原溶剂转换为正己烷，并用丙酮稀释至 4 ml。

然后将提取液的丙酮溶液全部转移到带有刻度和磨塞口的浓缩管中，加入 5%五氟苯基溴 (PFBBR) 丙酮溶液 1 ml，并补加 4 ml 丙酮。盖好塞子，并轻轻摇晃，放置 60℃水浴中加热 1h。反应结束后，用氮吹将衍生液浓缩至 1 ml，再加入 3 ml 正己烷进行溶剂转换，并浓缩至 1ml，待净化。用于校准的酚类标准物质应进行同样的衍生化。

#### **B. 2. 3 净化**

将 4 g 活性硅胶加入内径 10 mm 的玻璃层析柱内。轻敲层析柱使硅胶填实并在硅胶的顶部加入 2 g 无水硫酸钠。

以 6 ml 正己烷预淋洗净化柱。淋洗速度应控制在 2 ml/min。弃去淋洗液，在硫酸钠层将暴露于空气之前，将 1 ml 衍生化后正己烷萃取样品全部转移于柱上。用 10.0 ml 的正己烷淋

洗并弃去淋洗液。

用如下溶液依次淋洗净化柱：10.0 ml 含 15% 甲苯的正己烷溶液（成分 1）；10.0 ml 含 40% 甲苯的正己烷溶液（成分 2）；10.0 ml 含 75% 甲苯的正己烷溶液（成分 3）和 10.0 ml 含 15% 异丙醇的甲苯溶液（成分 4）。所有的淋洗液溶剂以体积比配制。分步收集淋洗液，根据需要，混合或分别浓缩后分析。酚类衍生物的分段淋洗成分列于表 B.1

表 B.1 PFBBr 衍生物的硅胶分离

化合物	各组中不同成分的百分回收率 (%)			
	1	2	3	4
2-氯苯酚		90	1	
2-硝基苯酚			9	90
苯酚		90	10	
2,4-二甲基苯酚		95	7	
2,4-二氯苯酚		95	1	
2,4,5-三氯苯酚	50	50		
4-氯-3-三甲基苯酚		84	14	
五氯苯酚	75	20		
4-硝基苯酚			1	90

## 附录 C

(资料性附录)

## 目标化合物的测定参考参数

表 C.1 按出峰顺序给出了目标化合物、内标、替代物的化学文摘登记号 CAS、定量离子和辅助离子。

表 C.1 目标化合物的出峰顺序和测定参数

序号	名称	CAS No.	出峰顺序	定量内标	定量离子 (m/z)	辅助离子 (m/z)
1	N-亚硝基二甲胺	621-64-7	1	1	42	74、43
2	2-氟酚 (替代物)	367-12-4	2	1	112	64、92
3	苯酚-d <sub>6</sub> (替代物)	13127-88-3	3	1	99	71
4	苯酚	108-95-2	4	1	94	66、40
5	双(2-氯乙基)醚	111-44-4	5	1	93	63、95
6	2-氯苯酚	95-57-8	6	1	128	93、63
7	1,3-二氯苯	541-73-1	7	1	146	111、75
8	1,4-二氯苯-D <sub>4</sub> (内标1)	3855-82-1	8		150	115
9	1,4-二氯苯	106-46-7	9	1	146	148、111
10	1,2-二氯苯	95-50-1	10	1	146	148、111
11	2-甲基苯酚	95-48-7	11	1	108	107、77
12	二(2-氯异丙基)醚	108-60-1	12	1	121	123、77、79
13	六氯乙烷	118-74-1	13	1	117	109、201
14	N-亚硝基二正丙胺	621-64-7	14	1	43	70、130
15	4-甲基苯酚	106-44-5	15	1	107	108、77
16	硝基苯-d <sub>5</sub> (替代物)	4165-60-0	16	1	82	128、54
17	硝基苯	98-95-3	17	1	77	123、51
18	异佛尔酮	78-59-1	18	1	82	138、54
19	2-硝基苯酚	88-75-5	19	2	139	65 81
20	2,4-二甲基苯酚	105-67-9	20	2	107	122 77
21	二(2-氯乙氧基)甲烷	111-91-1	21	2	93	63 123
22	2,4-二氯苯酚	120-83-2	22	2	162	164 63
23	1,2,4-三氯苯	120-82-1	23	2	147	74 109
24	萘-d <sub>8</sub> (内标2)	1146-65-2	24	2	136	108
25	萘	92-20-3	25	2	128	129
26	4-氯苯胺	106-47-8	26	2	127	129 65
27	六氯丁二烯	87-68-3	27	2	118	260 223
28	4-氯-3-甲基苯酚	59-50-7	28	2	107	142 144 77
29	2-甲基萘	91-57-6	29	2	142	141 115
30	六氯环戊二烯	77-47-4	30	3	130	239 235
31	2,4,6-三氯苯酚	88-06-2	31	3	196	198 200
32	2,4,5-三氯苯酚	95-95-4	32	3	196	198 200
33	2-氟联苯 (替代物)	321-60-8	33	3	172	171 170
34	2-氯萘	91-58-7	34	3	162	127
35	2-硝基苯胺	88-74-4	35	3	138	65 92
36	蒎烯	208-96-8	36	3	152	76

序号	名称	CAS No.	出峰顺序	定量内标	定量离子 (m/z)	辅助离子 (m/z)
37	邻苯二甲酸二甲酯	131-11-3	37	3	163	77
38	2,6-二硝基甲苯	606-20-2	38	3	165	63 89
39	蒈-d <sub>10</sub> (内标3)	15067-26-2	39	3	164	162 160
40	3-硝基苯胺	99-09-2	40	3	65	92 138
41	2,4-二硝基苯酚	51-28-5	41	3	184	63 154
42	蒈	83-32-9	42	3	153	76
43	二苯并呋喃	132-64-9	43	3	168	139
44	4-硝基苯酚	100-02-7	44	3	139	65 109
45	2,4-二硝基甲苯	121-14-2	45	3	165	89 63
46	芴	86-73-7	46	3	166	163 82
47	邻苯二甲酸二乙酯	84-66-2	47	3	149	177
48	4-氯苯基苯基醚	7005-72-3	48	3	204	141 77
49	4-硝基苯胺	100-01-6	49	3	65	138 108
50	4,6-二硝基-2-甲基苯酚	534-52-1	50	3	198	51 105
51	偶氮苯	103-33-3	51	3	77	182 51
52	2,4,6-三溴苯酚 (替代物)	118-79-6	52	3	332	62 143
53	4-溴二苯基醚	101-55-3	53	4	250	141 77
54	六氯苯	118-74-1	54	4	284	286 282
55	五氯苯酚	87-86-5	55	4	266	184
56	菲-d <sub>10</sub> (内标4)	1517-22-2	56	4	188	80
57	菲	85-01-8	57	4	178	176 179
58	蒽	120-12-7	58	4	178	176 179
59	喹唑	86-74-8	59	4	167	166 139
60	邻苯二甲酸二正丁酯	84-74-2	60	4	149	150 76
61	荧蒽	206-44-0	61	4	202	200 203
62	芘	129-00-0	62	5	202	200 201
63	4,4'-三联苯-d <sub>14</sub> (替代物)	1718-51-0	63	5	244	245 243
64	邻苯二甲酸丁基苯基酯	85-68-7	64	5	149	91 206
65	苯并(a)蒽	56-55-3	65	5	228	226 229
66	蒽-d <sub>12</sub> (内标5)	1719-03-5	66	5	240	236 241
67	蒽	218-01-9	67	5	228	226 229
68	邻苯二甲酸二(2-二乙基己基)酯	117-81-7	68	5	149	167 57
69	邻苯二甲酸二正辛酯	117-84-0	69	6	149	279
70	苯并(b)荧蒽	205-99-2	70	6	252	126 250
71	苯并(k)荧蒽	207-08-9	71	6	252	126 250
72	苯并(a)芘	50-32-8	72	6	252	250 253
73	芘-d <sub>12</sub> (内标6)	1520-96-3	73	6	264	260 263
74	茚并(1,2,3-cd)芘	193-39-5	74	6	276	138 274
75	二苯并(ah)蒽	53-70-3	75	6	278	139 276
76	苯并(ghi)芘	191-24-2	76	6	276	138 274

附录 D  
(资料性附录)  
方法的精密度和准确度

表 D.1、D.2 给出了方法的精密度、准确度汇总数据。

表 D.1 方法的精密度汇总表

序号	组分名称	加标水平 (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差%	实验室间相对 标准偏差%	重复性限r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)
1	N-亚硝基二甲胺	0.25	8.5~32	28	0.06	0.09
		0.5	8.8~22	24	0.11	0.19
		1.0	6.9~14	24	0.13	0.31
2	2-氟酚(替代物)	0.25	8.8~16	39	0.06	0.15
		0.5	11~17	31	0.09	0.25
		1.0	6.3~22	35	0.34	0.70
3	苯酚-d <sub>6</sub> (替代物)	0.25	12~26	34	0.08	0.15
		0.5	7.7~20	20	0.14	0.21
		1.0	10~29	35	0.39	0.70
4	苯酚	0.25	11~19	34	0.06	0.15
		0.5	5.8~24	13	0.16	0.19
		1.0	7.1~28	23	0.30	0.48
5	二(2-氯乙基)醚	0.25	7.8~17	31	0.05	0.12
		0.5	15~27	16	0.17	0.21
		1.0	9.4~27	25	0.35	0.56
6	2-氯苯酚	0.25	7.8~17	36	0.04	0.16
		0.5	7.0~15	29	0.10	0.27
		1.0	9.4~14	30	0.20	0.55
7	1,3-二氯苯	0.25	8.6~18	40	0.04	0.12
		0.5	10~25	26	0.11	0.22
		1.0	7.6~27	25	0.32	0.53
8	1,4-二氯苯	0.25	9.8~18	30	0.04	0.10
		0.5	6.7~24	29	0.09	0.24
		1.0	7.1~21	20	0.27	0.43
9	1,2-二氯苯	0.25	6.7~15	40	0.04	0.11
		0.5	6.1~25	26	0.12	0.23
		1.0	13~21	21	0.28	0.44
10	2-甲基苯酚	0.25	8.2~28	37	0.06	0.13
		0.5	7.4~19	30	0.10	0.22
		1.0	6.5~23	32	0.21	0.55
11	二(2-氯异丙基)醚	0.25	6.7~23	24	0.06	0.11

序号	组分名称	加标水平 (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差%	实验室间相对 标准偏差%	重复性限r (mg/kg)	再现性限 R(mg/kg)
		0.5	9.1~25	13	0.15	0.18
		1.0	10~21	16	0.26	0.37
12	六氯乙烷	0.25	6.3~14	25	0.04	0.10
		0.5	12~23	27	0.14	0.26
		1.0	7.0~23	21	0.31	0.45
13	N-亚硝基二正丙胺	0.25	7.9~17	34	0.05	0.15
		0.5	10~22	32	0.14	0.30
		1.0	8~27	19	0.30	0.44
14	4-甲基苯酚	0.25	5.2~17	39	0.04	0.13
		0.5	7.8~17	27	0.11	0.26
		1.0	9~26	13	0.32	0.37
15	硝基苯-d <sub>5</sub> (替代物)	0.25	9.9~23	14	0.08	0.10
		0.5	3.9~23	24	0.16	0.29
		1.0	10~20	12	0.29	0.35
16	硝基苯	0.25	9.5~21	39	0.05	0.14
		0.5	8.1~19	18	0.12	0.19
		1.0	11~20	12	0.26	0.31
17	异佛尔酮	0.25	6.3~14	25	0.05	0.11
		0.5	6.4~18	19	0.11	0.21
		1.0	7.0~14	20	0.20	0.40
18	2-硝基苯酚	0.25	7.6~36	36	0.08	0.16
		0.5	8.9~18	25	0.12	0.26
		1.0	7.0~30	18	0.29	0.38
19	2,4-二甲基苯酚	0.25	4.9~38	23	0.04	0.07
		0.5	11~17	11	0.10	0.13
		1.0	8.0~24	20	0.28	0.41
20	二(2-氯乙氧基)甲烷	0.25	9.2~16	29	0.05	0.12
		0.5	9.6~25	20	0.17	0.24
		1.0	11~19	15	0.26	0.34
21	2,4-二氯苯酚	0.25	8.2~19	40	0.05	0.18
		0.5	5.8~25	29	0.17	0.29
		1.0	8.0~12	22	0.17	0.36
22	1,2,4-三氯苯	0.25	8.3~24	31	0.05	0.12
		0.5	7.9~26	12	0.15	0.18
		1.0	12~18	15	0.27	0.36
23	萘	0.25	6.4~12	34	0.05	0.17
		0.5	10~23	14	0.18	0.21

序号	组分名称	加标水平 (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差%	实验室间相对 标准偏差%	重复性限r (mg/kg)	再现性限 R(mg/kg)
		1.0	14~22	17	0.31	0.40
24	4-氯苯胺	0.25	14~20	16	0.07	0.08
		0.5	11~17	8	0.09	0.10
		1.0	7.0~18	22	0.24	0.41
25	六氯丁二烯	0.25	7.4~15	39	0.04	0.14
		0.5	15~25	20	0.17	0.23
		1.0	7.0~19	17	0.24	0.36
26	4-氯-3-甲基苯酚	0.25	7.5~17	38	0.05	0.17
		0.5	9.0~13	23	0.08	0.17
		1.0	8.0~12	14	0.19	0.31
27	2-甲基萘	0.25	7.3~16	34	0.05	0.16
		0.5	9.3~25	17	0.17	0.24
		1.0	9.0~18	17	0.28	0.40
28	六氯环戊二烯	0.25	9.3~22	17	0.05	0.07
		0.5	14~25	27	0.19	0.31
		1.0	7.0~23	15	0.31	0.40
29	2,4,6-三氯苯酚	0.25	13~17	38	0.07	0.18
		0.5	11~28	31	0.20	0.33
		1.0	7.0~24	19	0.28	0.38
30	2,4,5-三氯苯酚	0.25	8.2~16	32	0.07	0.15
		0.5	7.1~24	34	0.18	0.35
		1.0	10~20	23	0.23	0.41
31	2-氟联苯(替代物)	0.25	9.3~18	32	0.08	0.18
		0.5	8.9~15	32	0.13	0.44
		1.0	8~28	21	0.43	0.60
32	2-氯萘	0.25	8.5~17	32	0.06	0.17
		0.5	11~26	19	0.19	0.26
		1.0	10~19	7	0.25	0.25
33	2-硝基苯胺	0.25	7.6~18	34	0.05	0.18
		0.5	11~22	20	0.14	0.22
		1.0	6.0~18	23	0.27	0.52
34	萘烯	0.25	5.6~28	32	0.05	0.15
		0.5	12~27	22	0.20	0.28
		1.0	11~16	17	0.27	0.42
35	邻苯二甲酸二甲酯	0.25	8.1~15	32	0.06	0.18
		0.5	9.1~26	28	0.17	0.33
		1.0	9.0~24	11	0.31	0.35



序号	组分名称	加标水平 (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差%	实验室间相对 标准偏差%	重复性限r (mg/kg)	再现性限 R(mg/kg)
36	2,6-二硝基甲苯	0.25	7.4~18	27	0.06	0.15
		0.5	11~29	18	0.24	0.27
		1.0	7.0~12	26	0.25	0.64
37	3-硝基苯胺	0.25	9.9~28	25	0.07	0.10
		0.5	12~26	12	0.13	0.15
		1.0	8.0~15	13	0.19	0.26
38	2,4-二硝基苯酚	0.25	6.4~15	30	0.07	0.15
		0.5	9.0~14	19	0.1	0.2
		1.0	10~19	15	0.27	0.38
39	茛	0.25	9.3~32	31	0.12	0.07
		0.5	11~20	21	0.11	0.25
		1.0	8.0~20	14	0.39	0.65
40	二苯并呋喃	0.25	5.0~15	10	0.06	0.07
		0.5	7.6~26	15	0.18	0.24
		1.0	7.0~13	14	0.20	0.33
41	4-硝基苯酚	0.25	5.4~24	37	0.06	0.31
		0.5	10~25	16	0.19	0.22
		1.0	13~24	17	0.25	0.33
42	2,4-二硝基甲苯	0.25	8.1~25	22	0.08	0.11
		0.5	10~25	33	0.19	0.34
		1.0	9.0~17	18	0.24	0.38
43	芴	0.25	5.7~21	37	0.06	0.21
		0.5	6.7~25	31	0.18	0.42
		1.0	7.0~12	17	0.21	0.40
44	邻苯二甲酸二乙酯	0.25	6.9~22	34	0.11	0.22
		0.5	8.6~29	15	0.23	0.26
		1.0	11~28	16	0.44	0.52
45	4-氯苯基苯基醚	0.25	4.7~17	28	0.06	0.15
		0.5	8.0~24	18	0.16	0.24
		1.0	5.0~11	19	0.17	0.41
46	4-硝基苯胺	0.25	7.4~44	31	0.07	0.12
		0.5	12~19	19	0.12	0.17
		1.0	10~23	16	0.29	0.37
47	4,6-二硝基-2-甲基 苯酚	0.25	15~38	25	0.08	0.12
		0.5	7.8~20	12	0.11	0.13
		1.0	10~18	32	0.19	0.49
48	偶氮苯	0.25	5.6~28	30	0.07	0.14

序号	组分名称	加标水平 (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差%	实验室间相对 标准偏差%	重复性限r (mg/kg)	再现性限 R(mg/kg)
		0.5	6.6~28	18	0.17	0.23
		1.0	6.0~10	19	0.19	0.45
49	2,4,6-三溴苯酚 (替代物)	0.25	10~28	32	0.09	0.16
		0.5	15~28	34	0.18	0.36
		1.0	11~25	30	0.34	0.58
50	4-溴二苯基醚	0.25	4.6~16	32	0.05	0.19
		0.5	7.5~24	23	0.14	0.3
		1.0	7.0~10	18	0.19	0.45
51	六氯苯	0.25	5.2~16	24	0.06	0.15
		0.5	9.6~24	20	0.19	0.31
		1.0	6.0~14	15	0.2	0.38
52	五氯苯酚	0.25	9.0~27	39	0.1	0.21
		0.5	10~28	22	0.16	0.23
		1.0	8.0~23	34	0.28	0.59
53	菲	0.25	5.7~16	37	0.06	0.23
		0.5	7.1~26	27	0.2	0.4
		1.0	7.0~12	19	0.21	0.48
54	蒽	0.25	6.7~17	30	0.06	0.18
		0.5	6.6~28	25	0.19	0.37
		1.0	8.0~16	22	0.29	0.59
55	喹唑	0.25	5.7~17	27	0.07	0.15
		0.5	7.5~21	15	0.18	0.26
		1.0	9.0~13	17	0.29	0.47
56	邻苯二甲酸二正丁 酯	0.25	6.4~15	28	0.07	0.19
		0.5	12~22	18	0.24	0.36
		1.0	11~14	10	0.31	0.36
57	荧蒽	0.25	7.2~18	25	0.09	0.2
		0.5	9.2~27	7	0.2	0.2
		1.0	8.0~15	9	0.3	0.35
58	茈	0.25	3.7~17	21	0.08	0.15
		0.5	5.6~28	15	0.2	0.27
		1.0	7.0~19	12	0.3	0.39
59	4,4'-三联苯-d <sub>14</sub> (替 代物)	0.25	9.0~19	40	0.11	0.29
		0.5	7.3~20	24	0.2	0.37
		1.0	5.0~12	15	0.22	0.43
60	邻苯二甲酸丁基苄 基酯	0.25	8.4~19	29	0.08	0.17
		0.5	16~20	36	0.17	0.39

序号	组分名称	加标水平 (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差%	实验室间相对 标准偏差%	重复性限r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)
		1.0	3.0~13	10	0.21	0.29
61	苯并(a)蒽	0.25	11~18	23	0.08	0.13
		0.5	8.1~13	9	0.14	0.18
		1.0	9.0~14	15	0.33	0.51
62	蒽	0.25	7.8~17	29	0.07	0.19
		0.5	7.8~23	11	0.21	0.24
		1.0	5.0~12	15	0.23	0.43
63	邻苯二甲酸二(2- 二乙基己基)酯	0.25	9.4~19	25	0.08	0.16
		0.5	7.7~26	25	0.24	0.42
		1.0	8.0~19	9	0.34	0.38
64	邻苯二甲酸二正辛 酯	0.25	10~29	23	0.1	0.17
		0.5	12~19	22	0.18	0.3
		1.0	10~29	8	0.47	0.47
65	苯并(b)荧蒽	0.25	6.2~16	28	0.08	0.17
		0.5	6.3~20	25	0.16	0.4
		1.0	19~28	14	0.38	0.47
66	苯并(k)荧蒽	0.25	9.5~18	30	0.07	0.18
		0.5	7.4~12	17	0.12	0.24
		1.0	8.0~10	32	0.25	0.84
67	苯并(a)芘	0.25	7.7~28	24	0.06	0.1
		0.5	11~20	29	0.14	0.28
		1.0	6.0~19	17	0.28	0.39
68	茚并(1,2,3-cd)芘	0.25	10~22	39	0.07	0.21
		0.5	5.7~15	22	0.13	0.34
		1.0	8.0~17	18	0.35	0.55
69	二苯并(ah)蒽	0.25	5.3~25	40	0.07	0.23
		0.5	8.3~20	12	0.17	0.2
		1.0	7.0~12	14	0.26	0.44
70	苯并(ghi)芘	0.25	5.8~24	25	0.06	0.13
		0.5	8.1~15	16	0.17	0.25
		1.0	7.0~12	18	0.26	0.49

注：试验采用 20 g 空白样品，加压流体萃取，氮吹浓缩，凝胶渗透色谱净化，旋转蒸发等前处理方法。

表 D.2 方法的准确度汇总表

序号	组分名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	回收率平均值范围 (%)	回收率均值 (%)	$S_p$ %	$(\bar{p} \pm 2S_p)$ %
1	N-亚硝基二甲胺	土壤	1.0	37~59	47	8	47±16
		沉积物	1.0	38~52	46	6	46±12
2	2-氟酚 (替代物)	土壤	1.0	44~92	66	19	66±38
		沉积物	1.0	45~86	65	16	65±32
3	苯酚-d <sub>6</sub> (替代物)	土壤	1.0	53~67	60	5	60±10
		沉积物	1.0	48~93	65	17	65±34
4	苯酚	土壤	1.0	41~80	58	16	58±32
		沉积物	1.0	47~90	64	16	64±32
5	双(2-氯乙基)醚	土壤	1.0	45~82	65	15	65±30
		沉积物	1.0	42~83	63	15	63±30
6	2-氯苯酚	土壤	1.0	47~82	61	13	61±26
		沉积物	1.0	42~83	61	15	61±30
7	1,3-二氯苯	土壤	1.0	41~83	60	18	60±36
		沉积物	1.0	40~81	66	15	66±30
8	1,4-二氯苯	土壤	1.0	40~83	58	18	58±36
		沉积物	1.0	42~74	59	14	59±28
9	1,2-二氯苯	土壤	1.0	39~78	59	17	59±34
		沉积物	1.0	44~81	66	15	66±30
10	2-甲基苯酚	土壤	1.0	35~77	55	19	55±38
		沉积物	1.0	39~81	56	19	56±38
11	二(2-氯异丙基)醚	土壤	1.0	48~82	64	13	64±26
		沉积物	1.0	46~85	62	13	62±26
12	六氯乙烷	土壤	1.0	47~79	63	14	63±28
		沉积物	1.0	37~82	59	19	59±38
13	N-亚硝基二正丙胺	土壤	1.0	49~78	67	13	67±26
		沉积物	1.0	46~80	57	12	57±24
14	4-甲基苯酚	土壤	1.0	41~71	58	13	58±26
		沉积物	1.0	39~73	53	12	53±24
15	硝基苯-d <sub>5</sub> (替代物)	土壤	1.0	50~68	61	8	61±16
		沉积物	1.0	56~97	73	14	73±28
16	硝基苯	土壤	1.0	45~75	64	13	64±26
		沉积物	1.0	41~89	60	17	60±34
17	异氟尔酮	土壤	1.0	48~77	64	13	64±26
		沉积物	1.0	52~87	65	17	65±34
18	2-硝基苯酚	土壤	1.0	41~67	55	11	55±22
		沉积物	1.0	31~79	50	17	50±34

序号	组分名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	回收率平均值范围 (%)	回收率均值 (%)	$S_{\bar{p}}\%$	$(\bar{p} \pm 2S_{\bar{p}})\%$
19	2,4-二甲基苯酚	土壤	1.0	43~62	49	8	49±16
		沉积物	1.0	34~75	54	15	54±30
20	二(2-氯乙氧基)甲烷	土壤	1.0	55~86	68	12	68±24
		沉积物	1.0	48~82	67	14	67±28
21	2,4-二氯苯酚	土壤	1.0	62~82	69	7	69±14
		沉积物	1.0	48~83	65	13	65±26
22	1,2,4-三氯苯	土壤	1.0	42~75	63	14	63±28
		沉积物	1.0	52~76	61	8	61±16
23	萘	土壤	1.0	48~81	67	14	67±28
		沉积物	1.0	53~97	68	17	68±34
24	4-氯苯胺	土壤	1.0	34~55	49	8	49±16
		沉积物	1.0	32~67	49	12	49±24
25	六氯丁二烯	土壤	1.0	34~55	49	8	49±16
		沉积物	1.0	43~87	63	16	63±32
26	4-氯-3-甲基苯酚	土壤	1.0	54~84	71	10	71±20
		沉积物	1.0	54~89	71	14	71±28
27	2-甲基萘	土壤	1.0	54~78	64	9	64±18
		沉积物	1.0	46~83	65	14	65±28
28	六氯环戊二烯	土壤	1.0	54~75	63	7	63±14
		沉积物	1.0	48~80	63	13	63±26
29	2,4,6-三氯苯酚	土壤	1.0	49~79	68	10	68±20
		沉积物	1.0	52~87	69	14	69±28
30	2,4,5-三氯苯酚	土壤	1.0	46~98	73	21	73±42
		沉积物	1.0	52~87	76	12	76±24
31	2-氟联苯(替代物)	土壤	1.0	61~85	70	9	70±18
		沉积物	1.0	56~91	76	13	76±26
32	2-氯萘	土壤	1.0	49~81	68	11	68±22
		沉积物	1.0	49~80	67	11	67±22
33	2-硝基苯胺	土壤	1.0	63~97	80	11	80±22
		沉积物	1.0	52~95	75	16	75±32
34	萘烯	土壤	1.0	64~87	74	9	74±18
		沉积物	1.0	33~83	66	19	66±38
35	邻苯二甲酸二甲酯	土壤	1.0	55~91	78	14	78±28
		沉积物	1.0	55~93	75	14	75±28
36	2,6-二硝基甲苯	土壤	1.0	66~99	84	13	84±26
		沉积物	1.0	43~108	76	24	76±48
37	3-硝基苯胺	土壤	1.0	45~59	50	5	50±10
		沉积物	1.0	47~62	54	6	54±12

序号	组分名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	回收率平均值范围 (%)	回收率均值 (%)	$S_{\bar{p}}\%$	$(\bar{p} \pm 2S_{\bar{p}}) \%$
38	2,4-二硝基苯酚	土壤	1.0	39~79	55	15	55±30
		沉积物	1.0	47~85	65	15	65±30
39	萘	土壤	1.0	48~87	70	17	70±34
		沉积物	1.0	40~66	51	9	51±18
40	二苯并呋喃	土壤	1.0	63~90	78	11	78±22
		沉积物	1.0	62~89	76	12	76±24
41	4-硝基苯酚	土壤	1.0	44~80	63	16	63±32
		沉积物	1.0	53~73	64	8	64±16
42	2,4-二硝基甲苯	土壤	1.0	55~101	80	15	80±30
		沉积物	1.0	58~80	73	9	73±18
43	芴	土壤	1.0	76~91	83	6	83±12
		沉积物	1.0	50~91	78	15	78±30
44	邻苯二甲酸二乙酯	土壤	1.0	53~106	86	18	86±36
		沉积物	1.0	63~92	79	10	79±20
45	4-氯苯基苯基醚	土壤	1.0	67~84	78	6	78±12
		沉积物	1.0	57~86	74	13	74±26
46	4-硝基苯胺	土壤	1.0	48~75	61	10	61±20
		沉积物	1.0	51~80	63	12	63±24
47	4,6-二硝基-2-甲基苯酚	土壤	1.0	46~78	58	11	58±22
		沉积物	1.0	32~81	46	18	46±36
48	偶氮苯	土壤	1.0	67~92	80	9	80±18
		沉积物	1.0	55~89	77	15	77±30
49	2,4,6-三溴苯酚 (替代物)	土壤	1.0	49~101	77	20	77±40
		沉积物	1.0	70~95	83	13	83±26
50	4-溴二苯基醚	土壤	1.0	78~102	86	8	86±16
		沉积物	1.0	53~97	80	18	80±36
51	六氯苯	土壤	1.0	47~99	78	17	78±34
		沉积物	1.0	52~97	80	20	80±40
52	五氯苯酚	土壤	1.0	56~108	80	21	80±42
		沉积物	1.0	47~70	55	9	55±18
53	菲	土壤	1.0	72~133	100	20	100±40
		沉积物	1.0	54~122	90	27	90±54
54	蒽	土壤	1.0	68~96	83	9	83±18
		沉积物	1.0	57~100	84	18	84±36
55	喹唑	土壤	1.0	57~106	86	18	86±36
		沉积物	1.0	61~106	89	17	89±34
56	邻苯二甲酸二正丁酯	土壤	1.0	83~191	119	44	119±88
		沉积物	1.0	84~174	114	33	114±66

序号	组分名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	回收率平均值范围 (%)	回收率均值 (%)	$S_{\bar{p}}\%$	$(\bar{p} \pm 2S_{\bar{p}})\%$
57	荧蒽	土壤	1.0	68~107	91	14	91±28
		沉积物	1.0	58~115	99	22	99±44
58	芘	土壤	1.0	81~109	97	10	97±20
		沉积物	1.0	58~112	98	21	98±42
59	4,4'-三联苯-d <sub>14</sub> (替代物)	土壤	1.0	46~114	85	26	85±52
		沉积物	1.0	73~120	104	19	104±38
60	邻苯二甲酸丁基苄基酯	土壤	1.0	74~122	96	18	96±36
		沉积物	1.0	69~127	103	21	103±42
61	苯并(a)蒽	土壤	1.0	84~111	97	12	97±24
		沉积物	1.0	58~119	100	22	100±44
62	蒽	土壤	1.0	59~107	88	17	88±34
		沉积物	1.0	57~113	96	21	96±42
63	邻苯二甲酸二(2-二乙基己基)酯	土壤	1.0	59~158	97	34	97±68
		沉积物	1.0	74~177	112	43	112±86
64	邻苯二甲酸二正辛酯	土壤	1.0	82~134	101	18	101±36
		沉积物	1.0	61~116	90	18	90±36
65	苯并(b)荧蒽	土壤	1.0	68~119	95	18	95±36
		沉积物	1.0	44~118	92	26	92±52
66	苯并(k)荧蒽	土壤	1.0	84~109	94	10	94±20
		沉积物	1.0	55~107	90	18	90±36
67	苯并(a)芘	土壤	1.0	46~87	75	15	75±30
		沉积物	1.0	42~99	76	22	76±44
68	茚并(1,2,3-cd)芘	土壤	1.0	74~131	92	20	92±40
		沉积物	1.0	52~107	93	21	93±42
69	二苯并(ah)蒽	土壤	1.0	82~126	96	16	96±32
		沉积物	1.0	51~125	97	25	97±50
70	苯并(ghi)芘	土壤	1.0	59~117	87	19	87±38
		沉积物	1.0	49~117	94	26	94±52

注：试验结果为 20 g 实际样品加标 10 μg，加压流体萃取、氮吹浓缩、凝胶渗透色谱净化和旋转蒸发等前处理步骤后，气相色谱-质谱分析获得。