

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 742-2015

土壤和沉积物 挥发性芳香烃的测定 顶空/气相色谱法

Soil and sediment—Determination of volatile aromatic
hydrocarbons—Headspace gas chromatography

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2015-05-04 发布

2015-07-01 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.....	2
6 样品.....	2
7 分析步骤.....	3
8 结果计算与表示.....	4
9 精密度和准确度.....	6
10 质量保证和质量控制.....	6
11 废物处理.....	7
12 注意事项.....	7
附录 A（规范性附录） 方法的检出限和测定下限.....	8
附录 B（资料性附录） 方法的精密度和准确度.....	9

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挥发性芳香烃的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤和沉积物中挥发性芳香烃的顶空/气相色谱法。

本标准为首次发布。

本标准附录 A 为规范性附录，附录 B 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：鞍山市环境监测中心站。

本标准验证单位：辽宁省环境监测实验中心、沈阳市环境监测中心站、大连市环境监测中心、哈尔滨市环境监测中心、抚顺市环境监测中心站和辽阳市环境监测中心站。

本标准环境保护部 2015 年 5 月 4 日批准。

本标准自 2015 年 7 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

土壤和沉积物 挥发性芳香烃的测定 顶空/气相色谱法

警告：试验中所使用的试剂和标准溶液为易挥发的有毒化合物，配制过程应在通风柜中进行操作；应按规定要求佩带防护器具，避免接触皮肤和衣服。

1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中 12 种挥发性芳香烃的顶空/气相色谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中 12 种挥发性芳香烃的测定。其它挥发性芳香烃如果通过验证也适用于本标准。

当取样量为 2 g 时，12 种挥发性芳香烃的方法检出限为 3.0~4.7 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，测定下限为 12.0~18.8 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，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 样品采集储存与运输

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/T 166 土壤环境监测技术规范

3 方法原理

在一定的温度下，顶空瓶内样品中挥发性芳香烃向液上空间挥发，在气液固三相达到热力学动态平衡后。气相中的挥发性芳香烃经气相色谱分离，用火焰离子化检测器检测。以保留时间定性，外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 实验用水：二次蒸馏水或通过超纯水制备仪制备的水。使用前需经过空白试验检验，确认在目标物的保留时间区间内没有干扰色谱峰出现。

4.2 甲醇 (CH_3OH)：农残级或相当级别。通过空白试验，确认在目标物的保留时间区间内没有干扰色谱峰出现。

4.3 氯化钠 (NaCl)：优级纯。

在马弗炉（或箱式电炉）中 400 $^{\circ}\text{C}$ 烘烤 4 h，置于干燥器中冷却至室温，转移至磨口玻璃瓶中保存。

4.4 磷酸 (H_3PO_4)：优级纯。

4.5 饱和氯化钠溶液。

量取 500 ml 实验用水 (4.1)，滴加几滴磷酸 (4.4) 调节至 $\text{pH} \leq 2$ ，加入 180 g 氯化钠 (4.3)，溶解并混匀。于 4 $^{\circ}\text{C}$ 下避光保存，可保存 6 个月。

4.6 标准贮备液： $\rho=1000 \mu\text{g}/\text{ml}$ 。

挥发性芳香烃的甲醇标准溶液可直接购买有证标准溶液，也可用标准物质配制。包括苯，甲苯，乙苯，间-二甲苯，对-二甲苯，邻-二甲苯，异丙苯，苯乙烯，氯苯，1,3-二氯苯，1,4-二氯苯，1,2-二氯苯。

在 4 °C 以下避光保存或参照制造商的产品说明。使用前应恢复至室温，并摇匀。开封后冷冻密封避光可保存 14 d。如购置高浓度标准贮备液，使用甲醇（4.2）进行适当稀释。

4.7 石英砂（SiO₂）：分析纯，20 目~50 目。

使用前需通过检验，确认无目标化合物或目标化合物浓度低于方法检出限。

4.8 载气：高纯氮气（≥99.999%），经脱氧剂脱氧、分子筛脱水。

4.9 燃气：高纯氢气（≥99.999%），经分子筛脱水。

4.10 助燃气：空气，经硅胶脱水、活性炭脱有机物。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪：具有分流/不分流进样口，可程序升温，具火焰离子化检测器（FID）。

5.2 色谱柱：石英毛细管柱，30 m（长）×0.32 mm（内径）×0.25 μm（膜厚），固定相为聚乙二醇。也可使用其它等效毛细管柱。

5.3 自动顶空进样器：带顶空瓶（22 ml）、密封垫（聚四氟乙烯/硅氧烷）、瓶盖（螺旋盖或一次使用的压盖）。

5.4 往复式振荡器：振荡频率 150 次/min，可固定顶空瓶。

5.5 天平：精度为 0.01 g 的天平。

5.6 微量注射器：5 μl、10 μl、25 μl、100 μl、500 μl、1000 μl。

5.7 采样器材：铁铲和不锈钢药勺。

5.8 便携式冷藏箱：容积 20 L，温度 4 °C 以下。

5.9 棕色密实瓶：2 ml，具聚四氟乙烯衬垫和实芯螺旋盖。

5.10 采样瓶：具聚四氟乙烯-硅胶衬垫螺旋盖的 60 ml 或 200ml 的螺纹棕色广口玻璃瓶。

5.11 一次性巴斯德玻璃吸液管。

5.12 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

按照 HJ/T 166 的相关规定进行土壤样品的采集和保存。按照 GB 17378.3 的相关规定进行沉积物样品的采集和保存。采集样品的工具应用铁铲和不锈钢药勺。所有样品均应至少采集 3 份代表性样品。

用铁铲和不锈钢药勺将样品尽快采集到采样瓶（5.10）中，并尽量填满。快速清除掉样品瓶螺纹及外表面上粘附的样品，密封样品瓶。置于便携式冷藏箱内，带回实验室。

采样瓶中的样品用于样品测定和土壤中干物质含量及沉积物含水率的测定。

注 1：必要时，可在采样现场使用用于挥发性芳香烃测定的便携式仪器对样品进行浓度高低的初筛。当样品中挥发性芳香烃浓度大于 1000 μg/kg 时，视该样品为高含量样品。

注 2：样品采集时切勿搅动土壤及沉积物，以免造成有机物的挥发。

样品送入实验室后应尽快分析。若不能立即分析，在 4℃ 以下密封保存，保存期限不超过 7d。样品存放区域应无有机物干扰。

6.2 试样的制备

6.2.1 低含量试样

实验室内取出采样瓶（5.10），待恢复至室温后，称取 2g（精确至 0.01g）样品置于顶空瓶中，迅速向顶空瓶中加入 10.0 ml 饱和氯化钠溶液（4.5），立即密封，在往复式振荡器（5.4）上以 150 次/min 的频率振荡 10 min，待测。

6.2.2 高含量试样

高含量试样制备如下：取出采样瓶（5.10），使其恢复至室温。称取 2g（精确至 0.01g）样品置于顶空瓶中，迅速加入 10.0 ml 甲醇（4.2），密封，在往复式振荡器（5.4）上以 150 次/min 的频率振荡 10 min。静置沉降后，用一次性巴斯德玻璃吸液管移取约 1 ml 提取液至 2 ml 棕色密实瓶（5.9）中。该提取液可置于冷藏箱内 4℃ 下保存，保存期为 14 d。

注 3：若甲醇提取液中目标化合物浓度较高，可通过加入甲醇进行适当稀释。

在分析之前将提取液恢复到室温后，向空的顶空瓶中加入 2 g（精确至 0.01 g）石英砂（4.7）、10.0 ml 饱和氯化钠溶液（4.5）和 0.010~0.100 ml 甲醇提取液。立即密封，在往复式振荡器（5.4）上以 150 次/min 的频率振荡 10 min，待测。

注 4：若用高含量方法分析浓度值过低或未检出，应采用低含量方法重新分析样品。

6.3 空白试样的制备

6.3.1 运输空白试样

采样前在实验室将 10.0 ml 饱和氯化钠溶液（4.5）和 2 g（精确至 0.01 g）石英砂（4.7）放入顶空瓶中密封，将其带到采样现场。采样时不开封，之后随样品运回实验室，在往复式振荡器（5.4）上以 150 次/min 的频率振荡 10 min，待测。

6.3.2 低含量空白试样

称取 2 g（精确至 0.01 g）石英砂（4.7）代替样品，按照 6.2.1 步骤制备低含量空白试样。

6.3.3 高含量空白试样

称取 2 g（精确至 0.01 g）石英砂（4.7）代替高含量样品，按照 6.2.2 步骤制备高含量空白试样。

6.4 土壤干物质含量及沉积物含水率的测定

按照 HJ 613 测定土壤中干物质含量；按照 GB 17378.5 测定沉积物样品的含水率。

7 分析步骤

不同型号顶空进样器和气相色谱仪的最佳工作条件不同，应按照仪器使用说明书进行操作。本标准推荐仪器参考条件如下。

7.1 仪器参考条件

7.1.1 顶空进样器参考条件

加热平衡温度 85℃；加热平衡时间 50 min；取样针温度 100℃；传输线温度 110℃；传输线为经过去活处理，内径为 0.32 mm 的石英毛细管柱；压力化平衡时间 1 min；进样时间 0.2 min；拨针时间 0.4 min。

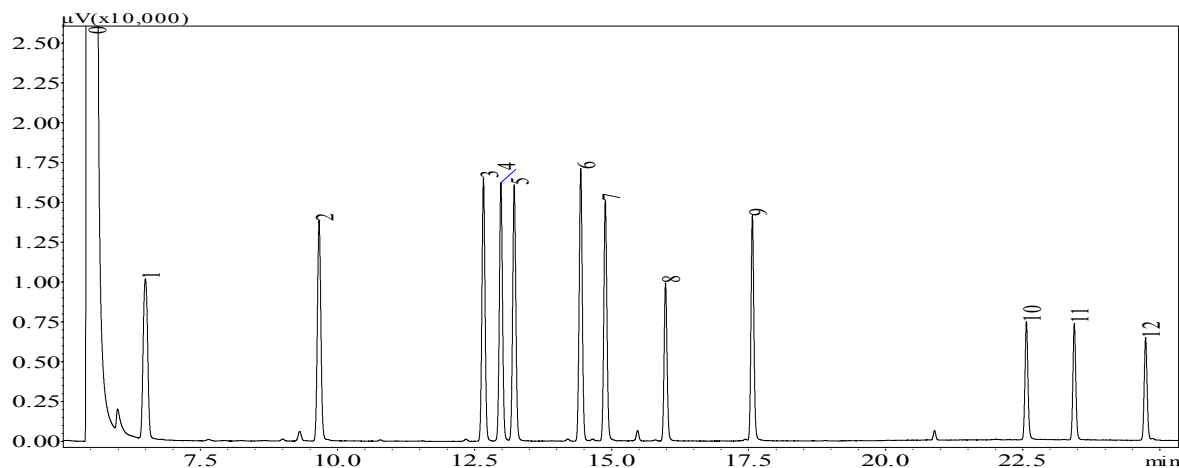
7.1.2 气相色谱仪参考条件

升温程序: 35℃ (保持 6 min) $\xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 150℃ (保持 5 min) $\xrightarrow{20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 200℃ (保持 5 min);
进样口温度: 220℃; 检测器温度: 240℃; 载气: 氮气; 柱流量: 1.0 ml/min; 氢气流量: 45 ml/min;
空气流量: 450 ml/min; 进样方式: 分流进样; 分流比: 5:1。

7.2 校准曲线绘制

分别量取 25.0 μl 、50.0 μl 、100 μl 、250 μl 、500 μl 标准贮备液 (4.6) 于已装有少量甲醇的 5 ml 容量瓶中, 然后用甲醇定容, 得到标准溶液浓度分别为 5.00 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、50.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{ml}$, 冷冻 (-18℃ 以下) 保存。

向 5 支顶空瓶中依次加入 2 g (精确至 0.01g) 石英砂 (4.7)、10.0 ml 饱和氯化钠溶液 (4.5) 和 10.0 μl 上述标准溶液 (7.2), 配置目标化合物质量分别为 50.0 ng、100 ng、200 ng、500 ng 和 1000 ng 的 5 点校准曲线系列。按照仪器参考条件 (7.1) 依次进样分析, 以峰面积或峰高为纵坐标, 质量 (ng) 为横坐标, 绘制校准曲线。12 种挥发性芳香烃的标准色谱图见图 1。



1—苯; 2—甲苯; 3—乙苯; 4—对二甲苯; 5—间二甲苯; 6—异丙苯; 7—邻二甲苯; 8—氯苯; 9—苯乙烯; 10—1,3—二氯苯; 11—1,4—二氯苯; 12—1,2—二氯苯。

图 1 12 种挥发性芳香烃标准色谱图

7.3 测定

将制备好的试样 (6.2) 置于自动顶空进样器 (5.3) 上, 按照仪器参考条件 (7.1) 进行测定。

7.4 空白试验

将制备好的空白试样 (6.3) 置于自动顶空进样器 (5.3) 上, 按照仪器参考条件 (7.1) 进行测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

根据标准物质各组分的保留时间进行定性分析。

8.2 土壤样品结果计算

8.2.1 低含量样品中挥发性芳香烃的含量 ($\mu\text{g}/\text{kg}$), 按照公式 (1) 进行计算。

$$\omega = \frac{m_0}{m_1 \times w_{dm}} \quad (1)$$

式中： ω ——样品中目标化合物的含量， $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；
 m_0 ——根据校准曲线计算出目标化合物的质量， ng ；
 m_1 ——样品量（湿重）， g 。
 w_{dm} ——样品的干物质含量，%。

8.2.2 高含量样品中挥发性芳香烃的含量（ $\mu\text{g}/\text{kg}$ ），按照公式（2）进行计算。

$$\omega = \frac{m_0 \times 10.0 \times f}{m_1 \times V_s \times w_{dm}} \quad (2)$$

式中： ω ——样品中目标化合物的含量， $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；
 m_0 ——根据校准曲线计算出目标化合物的质量， ng ；
10.0 ——提取液体积， ml ；
 m_1 ——样品量（湿重）， g ；
 V_s ——用于顶空测定的甲醇提取液体积， ml ；
 w_{dm} ——样品的干物质含量，%；
 f ——萃取液的稀释倍数。

8.3 沉积物样品结果计算

8.3.1 低含量样品中挥发性芳香烃的含量（ $\mu\text{g}/\text{kg}$ ），按照公式（3）进行计算。

$$\omega = \frac{m_0}{m_1 \times (1 - w_{H_2O})} \quad (3)$$

式中： ω ——样品中目标物的含量， $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；
 m_0 ——根据校准曲线计算出目标化合物的质量， ng ；
 m_1 ——样品量（湿重）， g ；
 w_{H_2O} ——样品的含水率，%。

8.3.2 高含量样品中挥发性芳香烃的含量（ $\mu\text{g}/\text{kg}$ ），按照公式（4）进行计算。

$$\omega = \frac{m_0 \times 10.0 \times f}{m_1 \times (1 - w_{H_2O}) \times V_s} \quad (4)$$

式中： ω ——样品中目标物的含量， $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；
 m_0 ——根据校准曲线计算出目标化合物的质量， ng ；
10.0 ——提取液体积， ml ；
 m_1 ——样品量（湿重）， g ；
 V_s ——用于顶空测定的甲醇提取液体积， ml ；
 w_{H_2O} ——样品的含水率，%；
 f ——提取液的稀释倍数。

8.4 结果表示

当测定结果小于 $100 \mu\text{g}/\text{kg}$ 时，保留小数点后 1 位；当测定结果大于等于 $100 \mu\text{g}/\text{kg}$ 时，

保留 3 位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

六家实验室分别对浓度水平 25.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的土壤统一样品进行了精密度测定：实验室内相对标准偏差范围分别为 3.3%~17.8%、0.9%~11.2%和 1.8%~13.0%；实验室间相对标准偏差范围分别为 2.4%~10.1%、2.1%~7.8%和 1.3%~4.8%；重复性限范围分别为 1.9 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~3.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、5.9 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~11.9 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 30.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~60.9 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；再现性限范围分别为 2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~3.9 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、7.7 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~15.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 30.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~64.4 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

六家实验室分别对浓度水平 25.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的沉积物统一样品进行了精密度测定：实验室内相对标准偏差范围分别为 1.7%~9.2%、0.9%~7.3%和 1.2%~5.2%；实验室间相对标准偏差范围分别为 1.7%~6.5%、2.0%~4.4%和 1.3%~2.6%；重复性限范围分别为 1.8 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~4.4 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、5.6 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~10.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 23.8 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~48.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；再现性限范围分别为 2.7 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~4.7 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、7.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~14.9 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 27.9 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~53.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

9.2 准确度

六家实验室分别对加标浓度 25.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的土壤基体加标样品进行了测定，对应 12 种目标物的加标回收率范围分别为 35.3%~68.7%、49.3%~90.6%和 37.8%~73.7%。

六家实验室分别对加标浓度 25.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的沉积物基体加标样品进行了测定。对应 12 种目标物的加标回收率范围分别为 77.9%~102%、83.8%~106%和 78.6%~96.5%。

精密度和准确度汇总数据参见附录 B。

10 质量保证和质量控制

10.1 校准曲线

根据目标物的浓度和响应值绘制校准曲线，其相关系数应大于等于 0.999，若不能满足要求，需更换色谱柱或采取其他措施，然后重新绘制校准曲线。

10.2 校准确认

每批样品分析前或 24 h 之内，利用标准曲线中间浓度点进行校准确认，目标化合物的测定值与标准值间的相对偏差应 \leq 20%，否则，应重新绘制校准曲线。

10.3 样品

10.3.1 实验室空白试验分析结果中所有待测目标化合物浓度均应低于方法检出限。否则，应查明原因，及时消除，至实验室空白测定结果合格后，才能继续进行样品分析。

10.3.2 每批样品至少应采集一个运输空白样品。其分析结果应满足空白试验的控制指标（10.3.1），否则需查找原因，排除干扰后重新采集样品分析。

10.3.3 每一批样品（最多 20 个）应测定一个空白加标样品、基体加标样品和基体加标平行样品，实验室空白加标回收率在 80.0%~120%之间，基体加标样品分析结果的加标回收率应在 35.0%~110%范围内，基体加标平行样品分析结果的相对偏差应该在 20%以内。

11 废物处理

实验产生的含挥发性芳香烃的危险废物应集中保管，委托有资质的相关单位进行处理。

12 注意事项

12.1 为了防止通过采样工具污染，采样工具在使用前要用甲醇、纯净水充分洗净。在采集其他样品时，要注意更换采样工具和清洗采样工具，以防止交叉污染。

12.2 样品的保存和运输过程中，要避免沾污，样品应放在密闭、避光的便携式冷藏箱（5.8）中冷藏贮存。

12.3 在分析过程中必要的器具、材料、药品等应事先分析确认其是否含有对分析测定有干扰目标物测定的物质。器具、材料可采用甲醇清洗，尽可能在空白中除去干扰物质。

附录 A
(规范性附录)

方法的检出限、测定下限

当土壤和沉积物取样量为 2 g 时，12 种目标物的方法检出限、测定下限，见表 A.1。

表 A.1 方法检出限、测定下限

化合物名称	英文名称	检出限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	测定下限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
苯	benzene	3.1	12.4
甲苯	toluene	3.2	12.8
乙苯	ethylbenzene	4.6	18.4
对-二甲苯	p-xylene	3.5	14.0
间-二甲苯	m-xylene	4.4	17.6
异丙苯	isopropylbenzene	3.4	13.6
邻-二甲苯	o-xylene	4.7	18.8
氯苯	chlorobenzene	3.9	15.6
苯乙烯	styrene	3.0	12.0
1,3-二氯苯	1,3-dichlorobenzene	3.4	13.6
1,4-二氯苯	1,4-dichlorobenzene	4.3	17.2
1,2-二氯苯	1,2-dichlorobenzene	3.6	14.4

附录 B
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

表 B.1~B.2 中给出了方法的重复性限、再现性限和加标回收率等精密度和准确度指标。

表 B.1 方法精密度

化合物名称	加标浓度 (μg/kg)		测定含量 (μg/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 (μg/kg)		再现性限 (μg/kg)	
	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物
苯	25.0	25.0	17.2	25.6	3.6~4.0	2.0~3.0	3.6	3.1	1.9	1.9	2.4	2.8
	100	100	90.6	105	0.9~3.3	1.7~4.0	2.1	3.0	5.9	6.8	7.7	10.8
	500	500	369	483	1.8~3.8	1.2~2.0	1.3	1.4	30.2	23.8	30.5	29.2
甲苯	25.0	25.0	14.7	23.9	3.9~5.7	2.1~2.9	3.3	3.5	2.0	1.8	2.3	2.8
	100	100	84.9	105	1.6~3.9	1.2~3.7	2.7	2.8	7.8	6.7	9.6	10.3
	500	500	327	474	2.3~5.3	1.8~2.9	2.0	1.7	39.6	30.3	40.6	35.6
乙苯	25.0	25.0	14.6	25.0	3.8~5.7	1.7~5.4	2.4	3.2	1.9	2.8	2.0	3.4
	100	100	82.8	106	1.9~5.0	1.3~4.4	2.7	4.2	9.0	8.4	10.4	14.5
	500	500	310	467	2.5~4.5	1.9~4.2	1.7	2.1	31.2	42.4	32.2	47.1
对-二甲苯	25.0	25.0	14.1	24.9	4.4~6.8	2.1~4.8	3.4	4.6	2.1	2.7	2.4	4.0
	100	100	79.5	104	1.5~5.6	1.1~4.2	3.4	4.3	10.2	8.2	12.0	14.6
	500	500	304	460	2.4~5.0	2.1~4.3	1.9	2.0	32.6	44.2	34.0	47.6
间-二甲苯	25.0	25.0	14.2	24.6	5.4~9.9	2.6~4.9	4.0	2.0	3.2	2.7	3.3	2.8
	100	100	80.7	104	2.5~5.9	0.9~4.1	2.9	3.2	9.6	7.5	11.0	11.5
	500	500	302	457	2.5~4.7	2.1~3.6	1.5	2.1	30.2	36.5	30.2	43.0
异丙苯	25.0	25.0	14.7	24.6	4.1~9.3	3.3~8.2	3.0	3.7	2.6	4.4	2.7	4.7
	100	100	82.7	104	2.5~5.4	1.2~4.3	2.4	4.0	9.6	10.3	10.4	14.9
	500	500	312	448	2.4~7.2	2.2~4.6	2.0	2.6	40.1	45.5	40.5	53.1
邻-二甲苯	25.0	25.0	13.8	24.6	3.3~8.4	3.1~4.5	4.6	1.7	2.3	2.7	2.7	2.7
	100	100	77.5	104	2.0~4.8	1.2~4.3	2.9	3.3	8.5	7.4	10.0	11.8
	500	500	299	459	2.6~6.5	2.0~3.2	1.9	1.7	38.4	33.0	38.5	37.3
氯苯	25.0	25.0	10.9	23.2	3.9~10.6	3.5~6.0	6.4	2.8	2.4	3.2	3.0	3.4
	100	100	67.5	98.2	3.0~7.5	1.9~2.6	4.7	3.1	10.2	5.9	12.9	10.2
	500	500	262	451	3.7~8.4	1.5~2.5	2.8	1.3	46.4	25.0	47.0	27.9
苯乙烯	25.0	25.0	11.1	20.0	7.0~9.3	2.3~9.2	7.1	4.3	2.4	3.2	3.1	3.8
	100	100	60.1	83.8	4.3~9.3	1.4~7.3	6.3	2.5	11.6	8.6	15.0	9.8
	500	500	241	402	5.8~12.4	3.4~4.7	4.8	1.9	60.9	48.5	64.4	49.3
1,3-二氯苯	25.0	25.0	8.83	21.1	9.9~16.9	4.5~8.0	6.1	4.4	3.2	4.0	3.3	4.4
	100	100	53.0	88.9	5.3~9.8	1.2~4.3	6.4	2.8	11.9	5.8	14.4	8.8
	500	500	203	397	4.9~11.8	3.0~4.1	4.1	2.3	49.3	39.2	50.6	44.2
1,4-二氯苯	25.0	25.0	8.97	19.5	9.6~16	4.5~6.5	9.6	3.6	3.3	2.9	3.9	3.3
	100	100	49.4	87.9	2.6~11.2	1.1~5.0	7.8	4.4	11.2	7.5	14.8	12.8
	500	500	192	393	6.7~13.0	3.1~5.2	4.3	2.2	52.0	41.0	52.9	44.7

化合物名称	加标浓度 (µg/kg)		测定含量 (µg/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 (µg/kg)		再现性限 (µg/kg)	
	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物
1,2-二氯苯	25.0	25.0	8.94	21.7	6.2~17.8	4.0~4.7	10.1	6.5	3.0	2.5	3.7	4.6
	100	100	49.3	87.0	5.6~9.7	1.0~3.3	7.4	2.0	10.4	5.6	13.9	7.1
	500	500	189	400	4.8~11.6	2.4~3.3	4.6	1.3	47.2	31.5	49.5	32.2

表 B.2 方法准确度

化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)		测定含量 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)		加标回收率 (%) $P \pm 2S_p$	
	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物
苯	25.0	25.0	17.2	25.6	68.7 \pm 5.0	102 \pm 6.4
	100	100	90.6	105	90.6 \pm 3.8	105 \pm 6.4
	500	500	369	483	73.7 \pm 1.8	96.5 \pm 2.8
甲苯	25.0	25.0	14.7	23.9	58.8 \pm 4.0	95.7 \pm 6.6
	100	100	84.9	105	84.9 \pm 4.6	105 \pm 6.0
	500	500	327	474	65.3 \pm 2.6	94.9 \pm 3.2
乙苯	25.0	25.0	14.6	25.0	58.5 \pm 2.8	100 \pm 6.4
	100	100	82.8	106	82.8 \pm 4.6	106 \pm 8.8
	500	500	310	467	62.0 \pm 2.2	93.4 \pm 3.8
对-二甲苯	25.0	25.0	14.1	24.9	56.5 \pm 2.8	100 \pm 9.2
	100	100	79.5	104	79.5 \pm 5.4	104 \pm 9.2
	500	500	304	460	60.8 \pm 2.4	92.1 \pm 3.6
间-二甲苯	25.0	25.0	14.2	24.6	56.7 \pm 4.6	98.4 \pm 3.6
	100	100	80.7	104	80.7 \pm 4.6	104 \pm 6.6
	500	500	302	457	60.4 \pm 1.8	94.4 \pm 3.8
异丙苯	25.0	25.0	14.7	24.6	58.9 \pm 3.6	98.2 \pm 7.4
	100	100	82.7	104	82.7 \pm 4.0	104 \pm 8.4
	500	500	312	448	62.3 \pm 2.4	89.5 \pm 4.8
邻-二甲苯	25.0	25.0	13.8	24.6	55.3 \pm 5.2	98.5 \pm 3.4
	100	100	77.5	104	77.5 \pm 4.4	104 \pm 7.0
	500	500	299	459	59.8 \pm 2.2	91.7 \pm 3.2
氯苯	25.0	25.0	10.9	23.2	43.5 \pm 5.6	92.6 \pm 5.2
	100	100	67.5	98.2	67.5 \pm 6.4	98.2 \pm 6.2
	500	500	262	451	52.4 \pm 3.0	90.2 \pm 2.2
苯乙烯	25.0	25.0	11.1	20.0	44.3 \pm 6.2	80.0 \pm 7.0
	100	100	60.1	83.8	60.1 \pm 7.6	83.8 \pm 4.2
	500	500	241	402	48.2 \pm 4.6	80.4 \pm 3.2
1,3-二氯苯	25.0	25.0	8.83	21.1	35.3 \pm 4.4	84.5 \pm 7.4
	100	100	53.0	88.9	53.0 \pm 6.8	88.9 \pm 5.0
	500	500	203	397	40.5 \pm 3.2	79.5 \pm 3.8
1,4-二氯苯	25.0	25.0	8.97	19.5	35.9 \pm 6.8	77.9 \pm 5.4
	100	100	49.4	87.9	49.4 \pm 7.2	87.9 \pm 7.6
	500	500	192	393	38.4 \pm 3.4	78.6 \pm 3.6
1,2-二氯苯	25.0	25.0	8.94	21.7	35.8 \pm 7.4	87.0 \pm 11.4
	100	100	49.3	87.0	49.3 \pm 7.2	87.0 \pm 3.6
	500	500	189	400	37.8 \pm 3.4	80.0 \pm 2.0