



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□-201□

土壤和沉积物 有机氯农药的测定 气相色谱法

Soil and sediment-Determination of organochlorine pesticides-Gas
chromatography spectrometry

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□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	3
7 分析步骤	5
8 结果计算与表示	5
9 精密度和准确度	6
10 质量保证和质量控制.....	7
11 废物处理.....	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有机氯农药的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤和沉积物中有机氯农药的气相色谱法。

本标准首次发布。

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：江苏省环境监测中心。

本标准验证单位：泰州市环境监测中心站、河南省环境监测中心、南京市环境监测中心站、大连市环境监测中心、环境保护部南京环境保护科学研究所和南京市出入境检验检疫局电子电器产品实验室。

本标准环境保护部 201□年□□月□□日批准。

本标准自 201□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

土壤和沉积物 有机氯农药的测定 气相色谱法

警告：试验中所用的有机溶剂及标准物质均为有毒物质，配制过程应在通风橱中进行操作；应按规定佩带防护器具，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有机氯农药的气相色谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、艾氏剂、 α -硫丹、 β -硫丹、 α -氯丹、 γ -氯丹、环氧七氯 B、环氧七氯 A、六氯苯、狄氏剂、异狄氏剂、2, 4'-DDE、4, 4'-DDD、4, 4'-DDE、4, 4'-DDT、2, 4'-DDD、2, 4'-DDT、反-九氯、顺-九氯、灭蚁灵等农药标准品及 23 种有机氯农药的测定。其他有机氯农药如果通过验证也可适用于本标准。

当取样量为 10.0 g 时，有机氯农药的方法检出限为 0.04~0.09 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，测定下限为 0.13~0.28 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，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

采用适合的萃取方法（微波萃取、超声波萃取等）提取土壤或沉积物中的有机氯农药，根据干扰情况选择适当的净化方法（铜粉脱硫、固相净化小柱、凝胶色谱）去除干扰物，浓缩定容后用气相色谱检测。根据保留时间定性，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯化学试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水或通过纯水设备制备的水。

4.1 甲苯 (C_7H_8): 色谱纯

4.2 正己烷 (C_6H_{14}): 色谱纯。

4.3 丙酮 (CH_3COCH_3): 色谱纯。

4.4 无水硫酸钠 (Na_2SO_4): 优级纯。

在马弗炉中 450 $^{\circ}\text{C}$ 烘烤 4 小时后冷却，置于干燥器内玻璃瓶中备用。

4.5 碳酸钾 (K_2CO_3): 优级纯。

4.6 硝酸: $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/ml}$ 。

4.7 硝酸溶液: 1+9。

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

4.9 正己烷-丙酮混合溶剂：1+1。

用正己烷（4.2）和丙酮（4.3）按 1:1 的体积比混合。

4.10 正己烷-丙酮混合溶剂：9+1。

用正己烷（4.2）和丙酮（4.3）按 9:1 的体积比混合。

4.11 碳酸钾溶液： $\rho=0.1$ g/ml。

称取 1.0g 碳酸钾（4.5）溶于水中，定容至 10.0 ml。

4.12 铜粉（Cu）：99.5 %。

使用前用硝酸溶液（4.7）去除铜粉表面的氧化物，用蒸馏水洗去残留酸，再用丙酮清洗，并在氮气流下干燥铜粉，使铜粉具光亮的表面。临用前处理。

4.13 有机氯农药标准贮备液： $\rho=10 \sim 100$ mg/L。

用正己烷稀释纯标准物质制备，该标准溶液在 4℃ 下避光密闭冷藏，可保存半年。也可直接购买有证标准溶液（有机氯农药混合标准溶液或单个组分有机氯农药标准溶液），保存时间参见标准溶液证书的相关说明。

4.14 有机氯农药标准使用液： $\rho=1.0$ mg/L（参考浓度）。

用正己烷（5.2）稀释有机氯农药标准贮备液（4.13）。

4.15 弗罗里硅土柱：1000 mg，6 ml。

4.16 硅胶柱：1 000 mg，6 ml。

4.17 石墨碳柱：1000 mg，6 ml。

4.18 石英砂：20~50 目

在马弗炉中 450℃ 烘烤 4 小时后冷却，置于玻璃瓶中干燥器内保存。

4.19 硅藻土（100~400 目）

在马弗炉中 450℃ 烘烤 4 小时后冷却，置于玻璃瓶中干燥器内保存。

4.20 GPC 校准溶液：保证在紫外检测器有完整明显峰型。含有玉米油、双（2-二乙基乙基）邻苯二甲酸酯、甲氧滴滴涕、萘和硫。可直接购买市售有证标准溶液。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪：ECD 检测器，具分流/不分流进样口，能对载气进行电子压力控制，可程序升温。

5.2 色谱柱：石英毛细管柱，30 m×0.32 mm，膜厚 0.25 μ m，固定相为 5%-苯基-甲基聚硅氧烷，或等效分析专用色谱柱。

5.3 提取装置：微波萃取装置、索氏提取装置、探头式超声提取装置或具有相当功能的设备，需在临用前及使用中进行空白试验，所有接口处严禁使用油脂润滑剂。

5.4 浓缩仪：氮气仪、旋转蒸发仪、K-D 浓缩仪或具有相当功能的设备。

5.5 采样瓶：广口棕色玻璃瓶或聚四氟乙烯衬垫螺口玻璃瓶。

5.6 凝胶渗透色谱仪：具紫外检测器，净化柱填料为 Bio-Beads，或同等规格的填料。

5.7 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/T166 的相关要求采集和保存，沉积物样品按照 GB17378.3 的相关要求采集和保存。样品保存在事先清洗洁净的广口棕色玻璃瓶或聚四氟乙烯衬垫螺口玻璃瓶中，运输过程中应密封避光，尽快运回实验室分析。如暂不能分析应在 4℃ 以下冷藏保存，保存时间为 14 d，样品提取溶液 4℃ 以下避光冷藏保存时间为 40 d。

6.2 试样的制备

去除样品中的异物（石子、叶片等），称取约 10 g（精确到 0.01 g）样品双份，土壤样品一份按照 HJ613 测定干物质含量，另一份加入适量无水硫酸钠（4.4），研磨均化成流砂状，如使用加压流体萃取，则用硅藻土（4.19）脱水。沉积物样品一份按照按照 GB17378.5 测定含水率，另一份参照土壤样品脱水。

6.3 水分的测定

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

6.4 试样的预处理

6.4.1 提取

萃取采用微波萃取，也可采用超声萃取、提取索氏提取、加压流体萃取。

6.4.1.1 微波萃取

用萃取罐直接称取制备好的试样约 10 g（可根据试样中待测化合物浓度适当增加或减少取样量），加入 30 ml 正己烷-丙酮混合溶剂（4.9）。萃取温度为 110℃，微波萃取时间 10 min。收集提取溶液。

6.4.1.2 超声波萃取

称取 5.0~15.0 g 试样（可根据试样中待测化合物浓度适当增加或减少取样量），置于玻璃烧杯中，加入 30 ml 正己烷-丙酮混合溶剂（4.9），用探头式超声波萃取仪，连续超声萃取 5 min，收集萃取溶液。上述萃取过程重复三次，合并提取溶液。

6.4.1.3 索氏提取

用纸质套筒称取制备好的试样约 10.0 g（可根据试样中待测化合物浓度适当增加或减少取样量），加入 100 ml 正己烷-丙酮混合溶剂（4.9），提取 16~18 h，回流速度越 10 次/h。收集提取溶液。

6.4.1.4 加压流体萃取

称取 5.0~15.0 g 试样（可根据试样中待测化合物浓度适当增加或减少取样量），根据试样量选择体积合适的萃取池，装入试样，以正己烷-丙酮混合溶剂（4.9）为提取溶液，按一下参考条件进行萃取：萃取温度 100℃，萃取压力 1500 psi，静态萃取时间 5 min，淋洗为 60 %池体积，氮气吹扫时间 60 s，萃取循环次数 2 次。收集提取溶液。

6.4.2 过滤和脱水

如萃取液未能完全和固体样品分离，可采取离心后倾出上清液或过滤等方式分离。

如萃取液存在明显水分，需进行脱水。在玻璃漏斗上垫一层玻璃棉或玻璃纤维滤膜，铺加约 5 g 无水硫酸钠（4.4），将萃取液经上述漏斗直接过滤到浓缩器皿中，用约 5~10 ml 正己

烷-丙酮混合溶剂（4.9）充分洗涤萃取容器，将洗涤液也经漏斗过滤到浓缩器皿中。最后再用少许上述混合溶剂冲洗无水硫酸钠。

6.4.3 浓缩和更换溶剂

采用氮吹浓缩法，也可采用旋转蒸发浓缩、K-D 浓缩等其它浓缩方法。

氮吹浓缩仪设置温度 30℃，小流量氮气将提取液浓缩到所需体积。如需更换溶剂体系，则将提取液浓缩至 1.5~2.0 ml，用约 5 ml~10 ml 需更换至的溶剂洗涤浓缩器管壁，再用小流量氮气浓缩至所需体积。

6.4.4 净化

样品提取液中存在多氯碳氢化合物干扰时，可采用氟罗里净化柱或硅胶柱净化或凝胶色谱净化；存在明显色素干扰时，可用石墨碳柱净化。沉积物样品含有大量元素硫的干扰时，可采用活化铜粉去除。

6.4.4.1 氟罗里柱净化

氟罗里柱用约 8 ml 正己烷洗涤，保持柱吸附剂表面浸润。萃取液按照 6.4.3 步骤预浓缩至约 1.5~2.0 ml，用吸管将其转移到氟罗里柱上停留 1 min 后，让溶液流出小柱并弃去，保持柱吸附剂表面浸润。加入约 2 ml 正己烷-丙酮混合溶剂（4.10）并停留 1min，用 10 ml 小型浓缩管接收洗脱液，继续用正己烷/丙酮溶液（4.10）洗涤小柱，至接收的洗脱液体积到 10 ml 为止。

6.4.4.2 硅胶柱净化

用约 10 ml 正己烷洗涤硅胶柱。萃取液浓缩并替换至正己烷溶剂体系，用硅胶柱对其进行净化，具体步骤参见 6.4.4.1。

6.4.4.3 石墨碳柱净化

用约 10 ml 正己烷洗涤石墨碳柱。萃取液浓缩并替换至正己烷溶剂体系，分析有机氯农药时（六氯苯除外）时，可采用甲苯溶剂为洗脱溶液，具体洗脱步骤参见 6.4.4.1。

6.4.4.4 脱硫

将萃取液体积预浓缩至 10~50 ml。若浓缩时产生硫结晶，可以采用离心使晶体沉降在玻璃容器底部，再用滴管小心转移出全部溶液。在上述萃取浓缩液中加入大约 2 g 活化后的铜粉（4.12），振荡混合至少 1~2 min，将溶液吸出使其与铜粉分离，转移至干净的玻璃容器内，待进一步净化或浓缩。

6.4.4.5 凝胶色谱仪净化

6.4.4.5.1 GPC 的校准

将含有 GPC 校准溶液（4.20）稀释成合适浓度，有机氯农药的收集时间可以定在玉米油出峰之后至硫出峰之前，立即停止收集。配制一个浓度的有机氯农药混合标准溶液，应用上述收集时间，检查有机氯农药的回收率，根据有机氯农药出峰时间和回收率情况再调整此收集时间后确定有机氯农药的收集时间，回收率满足方法要求后即可开始净化样品。

6.4.4.2.2 将浓缩的萃取液，按照 GPC 校准验证后的净化条件，收集流出液。待进一步浓缩。

6.4.5 浓缩定容

净化后的洗脱液按 6.4.3 的步骤浓缩至并定容至 1.0 ml。转移至 2ml 样品瓶中，待分析。

6.5 空白试样制备

用石英砂（4.18）代替实际样品，按与试样制备（6.4）相同步骤制备空白试样。

7 分析步骤

7.1 仪器条件

7.1.1 气相色谱参考条件

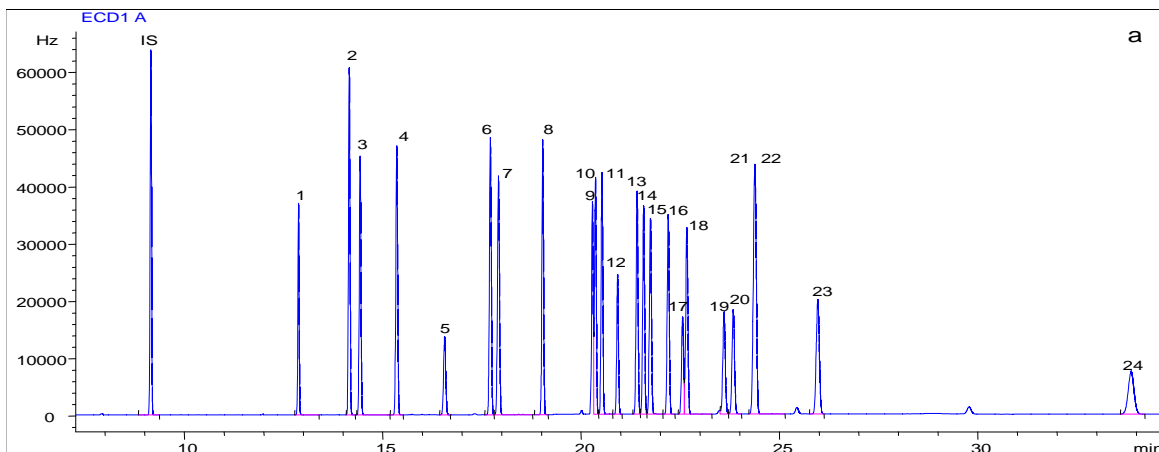
进样口温度：220℃；进样方式：不分流进样至 0.75 min 后打开分流，分流出口流量为 60 ml/min；柱流量：2.0 ml/min（恒流）；柱温升温程序：100℃，以 15℃/min 升温至 220℃，保持 5 min，以 15℃/min 升温至 260℃，保持 20 min。

7.2 校准

7.2.1 标准曲线溶液的配制

标准曲线至少配置 5 个不同浓度，标准曲线浓度范围应参考待测样品的浓度，尽量使待测样品浓度落在标准曲线中段，分别取适量有机氯农药标准使用液（4.13），用正己烷稀释配制 5、10、20、50、100、200、500 μg/L 的标准系列溶液。

7.2.2 参考标准气相色谱图



2.α-六六六；3.六氯苯；4.γ-六六六；5.β-六六六；6.δ-六六六；7.硫丹 I；8.艾氏剂；9.硫丹 II；10.环氧七氯 B；11.环氧七氯 A；12.2,4'-DDE；13.γ-氯丹；14.α-氯丹；15.反-九氯；16.4, 4'-DDE；17.2,4'-DDD；18.狄氏剂；19.异狄氏剂；20.2,4'-DDT；21.4,4'-DDD；22.顺-九氯；23.4,4'-DDT；24.灭蚁灵

图 1 23 种有机氯农药气相色谱图

7.3 测定

取 1.0 μl 试样（6.4.5）、空白试样（6.5）、系列标准溶液（7.2.1），注入气相色谱仪中，记录色谱峰的保留时间和峰面积（或峰高）。

7.4 空白试验

每 20 个或每批次样品（样品少于 20 个）分析时应做全程序空白。按与样品保存（6.1）、样品制备（6.2）、样品的预处理（6.4）及样品测定（7.3）相同步骤进行测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

用保留时间对目标化合物进行定性分析，若不能确定目标化合物时，可用另一根色谱柱

来定性分析，方可确认为目标化合物。

8.2 定量分析

通过目标化合物的峰面积或峰高，采用外标法定量。

8.3 结果计算

8.3.1 土壤样品的结果计算

土壤中的目标化合物含量 ω_1 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)，按照公式 (1) 进行计算。

$$\omega_1 = \frac{\rho \times V_X}{m \times W_{dm}} \quad (1)$$

式中： ω_1 ——样品中的目标物含量， $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；

ρ ——由校准曲线计算所得多氯联苯的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{L}$ ；

V_X ——样品提取液的定容体积 ml；

w_{dm} ——样品的干物质含量，%；

m ——称取样品的质量，g

8.3.2 沉积物样品中的结果计算

沉积物中目标化合物含量 ω_2 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)，按照公式 (2) 进行计算。

$$\omega_2 = \frac{\rho_{IS} \times V_X}{m \times (1 - w)} \quad (2)$$

式中： ω_2 ——样品中的目标物含量， $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；

ρ_{IS} ——由校准曲线计算所得多氯联苯的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{L}$ ；

V_X ——样品提取液的定容体积 ml；

w ——样品的含水率，%；

m ——称取样品的质量，g

8.4 结果表示

测定结果小于 $100 \mu\text{g}/\text{kg}$ 时，结果保留小数点后一位；测定结果大于等于 $100 \mu\text{g}/\text{kg}$ 时，结果保留三位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

经6家实验室对 $2.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 、 $20.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 、 $80.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 三个浓度空白石英砂加标样品精密度测试，相对偏差范围为 $0.9\% \sim 14.9\%$ ；实验室间重复性限为 $0.27 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 8.84 \mu\text{g}/\text{kg}$ ；再现性限为 $0.41 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 10.3 \mu\text{g}/\text{kg}$ ，参见附录B。

9.2 准确度

对空白石英砂 $2.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 、 $20.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 、 $80.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 加标样品测试，加标回收率范围 $84.9\% \pm 25.4\% \sim 102\% \pm 18.8\%$ 、 $77.5\% \pm 13.2\% \sim 96.4\% \pm 11.2\%$ 、 $94.4\% \pm 4.8\% \sim 104\% \pm 2.0\%$ ；砂质壤土 $20.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 加标样品测试，加标回收率范围 $67.4\% \pm 9.2\% \sim 91.6\% \pm 21.6\%$ ；太湖沉积物 $68.1\% \pm 19.6\% \sim 109\% \pm 34.4\%$ 。参见附录B。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白实验

实验室溶剂、试剂、玻璃器具和其他用于前处理的部件对目标化合物分析产生的干扰物，可以通过实验室空白进行检验。每批次样品（不超过20个样品）至少应做一个实验室空白，要求空白实验分析结果中，所有待测目标化合物浓度均应低于方法检出限。

10.2 校准曲线

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）应分析一个曲线中间浓度点标准溶液，其测定结果与初始曲线在该点测定浓度的相对偏差应 $\leq 20\%$ ，否则应查找原因，重新绘制校准曲线。

10.3 平行样品的测定

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）分析一个平行样，单次平行样品测定结果的相对偏差应在20%以内。

10.4 空白加标样品的测定

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）分析一个空白加标样品，回收率应在77.5 %~104 %之间。

10.5 样品加标的测定

每批次样品至少分析一个加标样品，加标浓度为原样品浓度的1~5倍，加标样品在与原始样品相同的测试条件下进行分析。土壤加标样品的回收率应在67.4 %~91.6 %之间，沉积物加标样品的回收率应在68.1 %~109 %。

11 废物处理

实验室产生含有有机试剂的废物应集中保管，送具有资质的单位统一处理。

附录 A
 (规范性附录)
 方法的检出限和测定下限
 表 A.1 方法检出限和测定下限

序号	化合物名称	检出限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	测定下限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
1	α -六六六	0.06	0.25
2	六氯苯	0.07	0.29
3	γ -六六六	0.06	0.24
4	β -六六六	0.05	0.21
5	δ -六六六	0.06	0.22
6	硫丹 I	0.07	0.29
7	艾氏剂	0.09	0.35
8	硫丹 II	0.05	0.22
9	环氧七氯 B	0.05	0.20
10	环氧七氯 A	0.06	0.22
11	2,4'-DDE	0.06	0.22
12	α -氯丹	0.05	0.20
13	γ -氯丹	0.05	0.20
14	反-九氯	0.05	0.22
15	4,4'-DDE	0.05	0.22
16	2,4'-DDD	0.06	0.23
17	狄氏剂	0.04	0.18
18	异狄氏剂	0.07	0.29
19	2,4'-DDT	0.09	0.3
20	4,4'-DDD	0.06	0.24
21	顺-九氯	0.05	0.20
22	4,4'-DDT	0.06	0.22
23	灭蚁灵	0.07	0.29

附录B
(资料性附录)

方法的精密度和准确度

表 B 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 方法的精密度和准确度汇总表

化合物名称	测定次数	加标水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	总均值 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 r ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	再现性限 R ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
α -六六六	6	2	1.92	12.9	0.33	0.75
	6	20	18.5	2.3	1.94	2.12
	6	80	79.9	1.6	4.29	5.32
六氯苯	6	2	1.83	11.6	0.35	0.67
	6	20	18.2	1.9	2.67	2.72
	6	80	81.0	0.9	3.80	4.06
γ -六六六	6	2	1.87	14.1	0.34	0.80
	6	20	18.2	5.7	2.26	3.57
	6	80	79.8	3.2	4.63	8.30
β -六六六	6	2	1.94	8.3	0.33	0.54
	6	20	17.9	7.1	2.67	4.32
	6	80	75.5	2.6	4.19	6.69
δ -六六六	6	2	1.92	7.8	0.41	0.56
	6	20	17.1	4.6	2.43	3.11
	6	80	76.6	1.1	4.57	4.75
硫丹 I	6	2	1.89	4.7	0.36	0.41
	6	20	17.9	3.9	2.42	2.95
	6	80	78.0	1.0	3.77	4.04
艾氏剂	6	2	2.05	9.1	0.33	0.60
	6	20	18.6	2.3	2.14	2.30
	6	80	78.2	2.3	3.65	6.07
硫丹 II	6	2	1.86	8.5	0.38	0.56
	6	20	18.3	4.6	2.35	3.17
	6	80	79.9	1.0	4.93	5.06
环氧七氯 B	6	2	2.04	7.3	0.27	0.49
	6	20	18.9	6.3	2.12	3.83
	6	80	82.1	1.3	6.65	6.72
环氧七氯 A	6	2	1.88	7.5	0.38	0.52
	6	20	18.6	3.9	2.20	2.85
	6	80	80.7	2.1	8.06	8.72
2,4'-DDE	6	2	1.89	9.4	0.40	0.62
	6	20	19.3	5.8	2.00	3.61
	6	80	81.6	1.8	8.48	8.79
α -氯丹	6	2	1.82	6.6	0.39	0.49
	6	20	15.5	8.5	2.11	4.15

	6	80	77.3	3.6	7.49	10.3
γ-氯丹	6	2	1.98	8.3	0.35	0.56
	6	20	18.6	1.9	2.05	2.11
	6	80	77.6	3.0	6.91	9.07
反-九氯	6	2	1.82	11.8	0.34	0.68
	6	20	18.7	1.3	1.98	2.03
	6	80	79.7	0.9	4.33	4.47
4,4'-DDE	6	2	1.83	11.8	0.35	0.69
	6	20	18.4	4.2	2.05	2.86
	6	80	79.7	1.6	5.38	6.02
2,4'-DDD	6	2	1.94	12.8	0.30	0.74
	6	20	18.2	1.9	2.65	0.60
	6	80	80.2	1.1	4.50	4.77
狄氏剂	6	2	1.94	11.1	0.34	0.68
	6	20	18.2	5.7	2.28	3.58
	6	80	80.1	1.6	8.84	8.86
异狄氏剂	6	2	1.75	5.9	0.39	0.46
	6	20	16.9	4.8	2.76	3.40
	6	80	79.4	3.3	6.58	9.45
2,4'-DDT	6	2	2.02	6.9	0.36	0.51
	6	20	17.4	3.5	2.23	2.66
	6	80	82.2	1.9	5.97	7.03
4,4'-DDD	6	2	1.76	6.4	0.33	0.44
	6	20	18.3	2.2	2.63	2.66
	6	80	82.9	1.0	5.17	5.24
顺-九氯	6	2	1.70	14.9	0.30	0.76
	6	20	17.8	4.2	2.36	3.01
	6	80	79.9	3.3	6.10	9.29
4,4'-DDT	6	2	1.87	5.8	0.42	0.49
	6	20	18.4	5.7	2.06	3.50
	6	80	79.8	1.0	4.48	4.68
灭蚁灵	6	2	1.94	12.9	0.33	0.76
	6	20	17.7	1.7	2.00	2.02
	6	80	79.6	1.5	5.28	5.83

表 B.2 6 家实验室对空白石英砂、砂质壤土、太湖沉积物加标回收率测试数据汇总表

化合物名称	样品类型	加标水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	$\overline{P\%}$	S_p^-	$\overline{p\%} \pm 2S_p^-$
α -六六六	空白石英砂	2.0	96.2	12.4	96.2 \pm 24.8
		20.0	92.3	2.1	92.3 \pm 4.2
		80.0	99.6	1.6	99.6 \pm 3.2
	砂质土壤	20.0	80.6	2.3	80.6 \pm 4.6
	太湖沉积物	20.0	87.5	1.9	87.5 \pm 3.8
六氯苯	空白石英砂	2.0	91.3	10.6	91.3 \pm 21.2
		20.0	91.2	1.7	91.2 \pm 3.4
		80.0	101	0.9	101 \pm 1.8
	砂质土壤	20.0	86.9	3.9	86.9 \pm 7.8
	太湖沉积物	20.0	89.1	2.0	89.1 \pm 4.0
γ -六六六	空白石英砂	2.0	93.7	13.2	93.7 \pm 26.4
		20.0	91.3	5.2	91.3 \pm 10.4
		80.0	99.7	3.2	99.7 \pm 6.4
	砂质土壤	20.0	87.6	2.8	87.6 \pm 5.6
	太湖沉积物	20.0	87.1	2.6	87.1 \pm 5.2
β -六六六	空白石英砂	2.0	97.1	8.1	97.1 \pm 16.2
		20.0	89.4	6.4	89.4 \pm 12.8
		80.0	94.4	2.4	94.4 \pm 4.8
	砂质土壤	20.0	90.7	2.8	90.7 \pm 5.6
	太湖沉积物	20.0	85.1	17.4	85.1 \pm 34.8
δ -六六六	空白石英砂	2.0	95.9	7.5	95.9 \pm 15
		20.0	85.4	3.9	85.4 \pm 7.8
		80.0	95.8	1.0	95.8 \pm 2.0
	砂质土壤	20.0	89.4	2.4	89.4 \pm 4.8
	太湖沉积物	20.0	101	11.0	101 \pm 22.0
硫丹 I	空白石英砂	2.0	94.5	4.5	94.5 \pm 9.0
		20.0	89.7	3.5	89.7 \pm 7.0
		80.0	97.5	0.9	97.5 \pm 1.8
	砂质土壤	20.0	91.1	2.9	91.1 \pm 5.8
	太湖沉积物	20.0	81.9	10.8	81.9 \pm 21.6
艾氏剂	空白石英砂	2.0	102	9.4	102 \pm 18.8
		20.0	92.9	2.1	92.9 \pm 4.2
		80.0	97.8	2.3	97.8 \pm 4.6
	砂质土壤	20.0	87.1	2.9	87.1 \pm 5.8
	太湖沉积物	20.0	68.4	11.3	68.4 \pm 22.6
硫丹 II	空白石英砂	2.0	93.2	7.9	93.2 \pm 15.8
		20.0	91.0	4.2	91.0 \pm 8.4
		80.0	99.8	1.0	99.8 \pm 2.0

	砂质土壤	20.0	87.4	3.1	87.4±6.2
	太湖沉积物	20.0	68.6	5.4	68.6±10.8
.环氧七氯 B	空白石英砂	2.0	102	7.5	102±15.0
		20.0	94.0	5.9	94.0±11.8
		80.0	103	1.3	103±2.6
	砂质土壤	20.0	88.0	2.1	88.0±4.2
	太湖沉积物	20.0	86.8	14.4	86.8±28.8
环氧七氯 A	空白石英砂	2.0	93.8	8.9	93.8±17.8
		20.0	92.8	3.6	92.8±7.2
		80.0	101	2.1	101±4.2
	砂质土壤	20.0	85.6	2.9	85.6±5.8
	太湖沉积物	20.0	89.6	1.7	89.6±3.4
2,4'-DDE	空白石英砂	2.0	94.7	8.9	94.7±17.8
		20.0	96.4	5.6	96.4±11.2
		80.0	102	1.9	102±3.8
	砂质土壤	20.0	86.2	4.7	86.2±9.4
	太湖沉积物	20.0	92.1	1.6	92.1±3.2
α-氯丹	空白石英砂	2.0	91.2	6.0	91.2±12
		20.0	77.5	6.6	77.5±13.2
		80.0	96.6	3.4	96.6±6.8
	砂质土壤	20.0	80.8	4.6	80.8±9.2
	太湖沉积物	20.0	90.7	4.5	90.7±9
γ-氯丹	空白石英砂	2.0	99.2	8.3	99.2±16.6
		20.0	93.2	1.7	93.2±3.4
		80.0	97.0	2.9	97.0±5.8
	砂质土壤	20.0	87.4	3.1	87.4±6.2
	太湖沉积物	20.0	90.3	1.7	90.3±3.4
反-九氯	空白石英砂	2.0	91.1	10.8	91.1±21.6
		20.0	93.4	1.2	93.4±2.4
		80.0	99.6	0.9	99.6±1.8
	砂质土壤	20.0	79.3	2.4	79.3±4.8
	太湖沉积物	20.0	86.9	1.3	86.9±2.6
4,4'-DDE	空白石英砂	2.0	91.3	10.8	91.3±21.6
		20.0	91.9	3.9	91.9±7.8
		80.0	99.6	1.6	99.6±3.2
	砂质土壤	20.0	80.2	5.2	80.2±10.4
	太湖沉积物	20.0	88.8	2.9	88.8±5.8
2,4'-DDD	空白石英砂	2.0	96.9	12.4	96.9±24.8
		20.0	91.2	1.8	91.2±3.6
		80.0	100	1.1	100±2.2
	砂质土壤	20.0	81.5	11.6	81.5±23.2
	太湖沉积物	20.0	68.1	9.8	68.1±19.6

狄氏剂	空白石英砂	2.0	97.1	10.8	97.1±21.6
		20.0	91.2	5.2	91.2±10.4
		80.0	100	1.6	100±3.2
	砂质土壤	20.0	67.4	4.6	67.4±9.2
	太湖沉积物	20.0	71.8	4.3	71.8±8.6
异狄氏剂	空白石英砂	2.0	87.6	5.2	87.6±10.4
		20.0	84.7	4.1	84.7±8.2
		80.0	99.3	3.3	99.3±6.6
	砂质土壤	20.0	79.8	2.9	79.8±5.8
	太湖沉积物	20.0	109	17.2	109±34.4
2,4'-DDT	空白石英砂	2.0	101	7.0	101±14
		20.0	86.9	3.1	86.9±6.2
		80.0	103	2.0	103±4.0
	砂质土壤	20.0	82.8	4.3	82.8±8.6
	太湖沉积物	20.0	85.1	17.4	85.1±34.8
4,4'-DDD	空白石英砂	2.0	87.8	5.7	87.8±11.4
		20.0	91.3	2.0	91.3±4.0
		80.0	104	1.0	104±2.0
	砂质土壤	20.0	74.8	12.1	74.8±24.2
	太湖沉积物	20.0	99.4	12.4	99.4±24.8
顺-九氯	空白石英砂	2.0	84.9	12.7	84.9±25.4
		20.0	89.3	3.8	89.3±7.6
		80.0	99.9	3.3	99.9±6.6
	砂质土壤	20.0	73.8	4.8	73.8±9.6
	太湖沉积物	20.0	87.8	3.1	87.8±6.2
4,4'-DDT	空白石英砂	2.0	93.4	5.4	93.4±10.8
		20.0	92.0	5.3	92.0±10.6
		80.0	99.7	1.0	99.7±2.0
	砂质土壤	20.0	81.5	2.1	81.5±4.2
	太湖沉积物	20.0	93.4	10.3	93.4±20.6
灭蚁灵	空白石英砂	2.0	96.8	12.4	96.8±24.8
		20.0	88.6	1.5	88.6±3.0
		80.0	99.3	1.5	99.3±3.0
	砂质土壤	20.0	85.8	5.6	85.8±11.2
	太湖沉积物	20.0	96.0	4.6	96.0±9.2
α-六六六	空白石英砂	2.0	96.2	12.4	96.2±24.8
		20.0	92.3	2.1	92.3±4.2
		80.0	99.6	1.6	99.6±3.2
	砂质土壤	20.0	80.6	2.3	80.6±4.6
	太湖沉积物	20.0	87.5	1.9	87.5±3.8
六氯苯	空白石英砂	2.0	91.3	10.6	91.3±21.2
		20.0	91.2	1.7	91.2±3.4
		80.0	101	0.9	101±1.8

	砂质土壤	20.0	86.9	3.9	86.9±7.8
	太湖沉积物	20.0	89.1	2.0	89.1±4.0