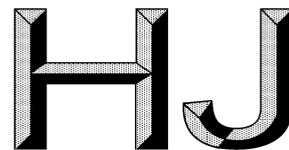


附件 4



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-20□□

土壤和沉积物 苯氧羧酸类农药
的测定 高效液相色谱法

Soil and sediment — Determination of phenoxy acid pesticides

— High performance liquid chromatography

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

生态环境部 发布

目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 干扰和消除.....	1
5 试剂和材料.....	1
6 仪器和设备.....	2
7 样品.....	3
8 分析步骤.....	3
9 结果计算与表示.....	4
10 精密度和准确度.....	6
11 质量保证和质量控制.....	7
12 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苯氧羧酸类农药的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤和沉积物中苯氧羧酸类农药的高效液相色谱法。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 为资料性附录。

本标准首次发布。

本标准由环境监测司和科技标准司组织制订。

本标准起草单位：青岛市环境监测中心站和农业部农产品质量安全监督检验测试中心（青岛）。

本标准验证单位：天津市环境监测中心、山东省环境监测中心站、淄博市环境监测站、青岛市农业科学研究院农产品质量标准与检测技术研究所、泰安市环境保护监测站和青岛华测检测技术有限公司。

本标准生态环境部 20□□年□□月□□日批准。

本标准自 20□□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

土壤和沉积物 苯氧羧酸类农药的测定 高效液相色谱法

警告：实验中所用的有机溶剂、标准溶液和盐酸均具有一定的毒性和挥发性，试剂配制和样品前处理过程应在通风柜内进行，操作时应按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中苯氧羧酸类农药的高效液相色谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中 3,6-二氯-2-甲氧基苯甲酸（麦草畏）、2,4-二氯苯氧乙酸（2,4-D）、2-甲基-4-氯苯氧乙酸（MCPA）、2-(2,4-二氯苯氧基)-丙酸（2,4-DP）、2,4,5-三氯苯氧乙酸（2,4,5-T）、4-(2,4-二氯苯氧基)-丁酸（2,4-DB）和 2-(2,4,5-三氯苯氧基)-丙酸（2,4,5-TP）等 7 种苯氧羧酸类农药的测定。其他苯氧羧酸类农药通过验证，也可以采用本标准进行测定。

当样品取样量为 20 g 时，方法检出限为 0.005 mg/kg~0.009 mg/kg，测定下限为 0.020 mg/kg~0.036 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 494 水质 采样技术指导

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

3 方法原理

样品中苯氧羧酸类农药用乙腈超声提取，提取液经固相萃取柱净化浓缩后，用具有紫外检测器的高效液相色谱进行分离测定。根据保留时间定性，外标法定量。

4 干扰和消除

样品中含有胺苯磺隆、甲磺隆、苄磺隆、吡磺隆、氯磺隆、甲磺隆、烟磺隆、噻吩磺隆、醚苯磺隆和氯磺隆 10 种磺酰胺类除草剂，甲草胺、乙草胺和丁草胺 3 种酰胺类除草剂和三嗪类除草剂阿特拉津时，只有氯磺隆与 2,4-D 的色谱峰有部分重叠，可以通过改变色谱条件进行分离；如果柱效降低，阿特拉津与 MCPA 的色谱峰将无法达到基线分离。其他除草剂不干扰测定。

5 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试剂，实验用水为不含目标物的纯水。

5.1 盐酸： $\rho(\text{HCl})=1.19 \text{ g/ml}$ 。

5.2 磷酸： $\rho(\text{H}_3\text{PO}_4)=1.87 \text{ g/ml}$ 。

5.3 氯化钠 (NaCl)。

使用前在 140 °C 烘箱中烘 4 h。

5.4 甲酸 (HCOOH): 色谱纯。

5.5 乙腈 (CH₃CN): 农残级。

5.6 甲醇 (CH₃OH): 农残级。

5.7 二氯甲烷 (CH₂Cl₂): 农残级。

5.8 丙酮 (CH₃COCH₃): 农残级。

5.9 甲醇水溶液: 2+3。

5.10 盐酸溶液: 1+1。

5.11 洗脱溶液。

取 50 ml 甲醇 (5.6)、950 ml 二氯甲烷 (5.7) 和 20 ml 甲酸 (5.4), 混匀。

5.12 苯氧羧酸类农药标准贮备液: $\rho=1.00$ mg/ml。

可直接购买有证标准溶液, 也可用有证标准物质以丙酮为溶剂配制标准贮备液。标准贮备液, 应在 4°C 以下避光、冷藏保存或参照制造商的产品说明。

5.13 苯氧羧酸类农药标准中间液: $\rho=100$ μ g/ml。

准确量取 1.00 ml 苯氧羧酸类农药标准贮备液 (5.12) 于 10 ml 容量瓶中, 用丙酮 (5.8) 稀释至标线, 在 4°C 以下避光、冷藏保存。

5.14 苯氧羧酸类农药标准使用液: $\rho=2.00$ μ g/ml。

准确量取 200 μ l 苯氧羧酸类农药标准中间液 (5.13) 于 10 ml 容量瓶中, 用甲醇水溶液 (5.9) 稀释至标线, 在 4°C 以下避光、冷藏, 可保存 40 d。

5.15 石英砂: 900 μ m(20 目)。

使用前在 400°C 马弗炉中灼烧 3 h。

5.16 固相萃取柱: 石墨炭黑和氨基串联固相萃取柱, 500 mg/6 ml。

5.17 滤膜: 0.22 μ m 聚四氟乙烯膜。

5.18 氮气: 纯度 $\geq 99.99\%$

6 仪器和设备

6.1 液相色谱仪: 耐压 600 bar 以上, 具紫外检测器或二极管阵列检测器。

6.2 色谱柱: 填料粒径为 2.7 μ m, 柱长 15 cm, 内径 4.6 mm 的 C₈ 反相色谱柱, 或其它适用于酸性条件的等效色谱柱。

6.3 超声波清洗器: 500 W 以上或其他等效提取装置。

6.4 采样瓶: 250 ml 具磨口塞广口棕色玻璃瓶或聚四氟乙烯衬垫螺口棕色玻璃瓶。

6.5 减压浓缩装置: 旋转蒸发器。

6.6 氮吹仪。

6.7 固相萃取装置。

6.8 具塞容器: 100 ml, 具塞量筒、分液漏斗等。

6.9 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集与保存

按照 HJ/T 166 相关规定采集土壤样品，按照 HJ/T 91 和 HJ 494 的相关规定采集地表水沉积物样品，按照 GB 17378.3 相关规定采集海洋沉积物样品。样品保存在预先清洗洁净的采样瓶（6.4）中，尽快运回实验室分析，运输过程中应密封、避光。如暂不能分析，应在 4℃ 以下冷藏、避光保存，保存时间为 40 d。净化后的提取液（7.3.2）在 4℃ 以下冷藏、避光可保存 14 d。

7.2 样品的制备

除去样品中的异物（石子、叶片等），称取两份样品，一份约 10 g（精确到 0.01 g）用于干物质的测定或含水率的测定，另一份用于试样的制备。

7.3 水分的测定

按照 HJ 613 进行土壤样品干物质的测定；按照 GB 17378.5 进行沉积物样品含水率的测定。

7.4 试样制备

7.4.1 提取

称取 20 g（精确到 0.01g）样品（7.2）于 250 ml 锥形瓶中，加入 20 ml 水，1.5 ml 盐酸溶液（5.10）（使水的 pH 值 \leq 2），准确加入 40.0 ml 乙腈（5.5），超声提取 20 min，提取液过滤到含有 5 g NaCl（5.3）的具塞容器（6.8）中，再加入 40.0 ml 乙腈重复提取一次，合并两次滤液，振摇萃取 3 min，放置 30 min，待水相与乙腈相分层，准确分取 20.0 ml 乙腈溶液于浓缩瓶中，用减压浓缩装置（6.5）浓缩至 1 ml 左右，待净化。

7.4.2 净化

用 5 ml 洗脱溶液（5.11）活化固相萃取柱（5.16）。待洗脱溶液接近固相萃取柱柱床表面时，将待净化的试样（7.4.1）转移到固相萃取柱上，用 5 ml 洗脱溶液洗涤浓缩瓶，并转移到固相萃取柱上，再重复操作 3 次，合并收集所有洗脱液。将洗脱液用减压浓缩装置（6.5）浓缩至 2 ml 左右，然后用氮气流吹干，加入 1.00 ml 甲醇（5.6）溶解后，再加入水 1.50 ml 混匀，用滤膜（5.17）过滤，待测。

7.5 空白试样的制备

用石英砂（5.15）代替样品，按照与试样的制备（7.4）相同的步骤进行空白试样的制备。

8 分析步骤

8.1 仪器参考条件

流动相 A：甲醇，流动相 B：磷酸水溶液（用磷酸调 pH=3.0），流速：0.5 ml/min，柱温：30℃，检测波长：230 nm，进样量：40 μ l。梯度洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱条件

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	40	60
1	40	60
18	65	35
26	65	35
30~32	95	5
33~42	40	60

注：30~32 min 用于清洗色谱柱，清洗时间可根据实际样品的复杂程度进行调整。33~42 min 为色谱柱的平衡时间。

8.2 标准曲线的建立

分别取适量苯氧羧酸类农药标准使用液（5.14），用甲醇水溶液（5.9）稀释，制备至少 5 个浓度点的标准系列，目标化合物的质量浓度分别为 0.020 mg/L、0.050 mg/L、0.100 mg/L、0.500 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L（此为参考浓度）。按照仪器的参考条件（8.1），由低浓度到高浓度依次进样，以标准系列溶液中目标化合物的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的峰面积或峰高为纵坐标，建立标准曲线。

8.3 测定

按照与标准曲线的建立（8.2）相同的仪器条件进行试样（7.4.2）的测定。

8.4 空白试验

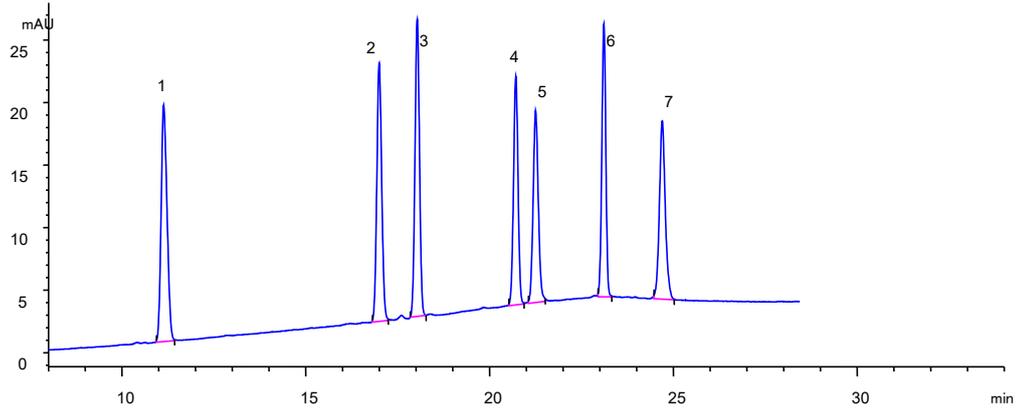
按照与试样测定（8.3）相同的仪器进行空白试样（7.5）的测定。

9 结果计算与表示

9.1 定性分析

根据样品中目标化合物与标准系列中目标化合物的保留时间进行定性。必要时，可采用标准添加法、不同波长下的吸收比或扫描紫外吸收光谱等方法辅助定性或采用高效液相色谱-质谱法对目标化合物进行确认。

在本标准规定的仪器参考条件（8.1）下，苯氧羧酸类农药的标准色谱图见图 1。



1—麦草畏；2—2,4-D；3—MCPA；4—2,4-DP；5—2,4,5-T；6—2,4-DB；7—2,4,5-TP。

图 1 苯氧羧酸类农药的标准色谱图 ($\rho=0.500 \text{ mg/L}$)

9.2 结果计算

9.2.1 土壤中苯氧羧酸类农药的含量 w_i (mg/kg)，按照公式 (1) 进行计算。

$$w_i = \frac{V_1 \times V_2 \times \rho_i}{V_3 \times m \times w_{dm}} \quad (1)$$

式中： w_i ——目标化合物 i 组份的含量，mg/kg；

V_1 ——提取液总体积，ml；

V_2 ——提取液净化后的定容体积，ml；

ρ_i ——由标准曲线计算得到的试样中目标化合物 i 组份的质量浓度，mg/L；

V_3 ——提取液的分取体积，ml；

m ——样品重量（湿重），g；

w_{dm} ——样品干物质含量，%。

9.2.2 沉积物中苯氧羧酸类农药的含量 w_i (mg/kg)，按照公式 (2) 进行计算。

$$w_i = \frac{V_1 \times V_2 \times \rho_i}{V_3 \times m \times (1 - w_{H_2O})} \quad (2)$$

式中： w_i ——目标化合物 i 组份的含量，mg/kg；

V_1 ——提取液总体积，ml；

V_2 ——提取液净化后的定容体积，ml；

ρ_i ——由标准曲线计算得到的试样中目标化合物 i 组份的质量浓度，mg/L；

V_3 ——提取液的分取体积，ml；

m ——样品重量（湿重），g；

w_{H_2O} ——样品含水率，%。

9.3 结果表示

当测定结果小于 1.00 mg/kg 时，保留至小数点后三位；当测定结果大于等于 1.00 mg/kg 时，保留三位有效数字。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

6 个实验室分别对空白加标 7 种苯氧羧酸类农药浓度为 0.040 mg/kg、0.200 mg/kg、0.800 mg/kg 的样品进行了 6 次重复测定，7 种苯氧羧酸类农药的实验室内相对标准偏差分别为：2.2%~15%，2.6%~14%，0.8%~8.6%；实验室间相对标准偏差分别为：5.6%~15%，6.0%~9.1%，1.8%~5.7%；重复性限 r 分别为：0.006 mg/kg~0.014 mg/kg, 0.025 mg/kg~0.049 mg/kg, 0.039 mg/kg~0.114 mg/kg；再现性限 R 分别为：0.009 mg/kg~0.019 mg/kg, 0.041 mg/kg~0.066 mg/kg, 0.066 mg/kg~0.160 mg/kg。

6 个实验室分别对沉积物加标 7 种苯氧羧酸类农药浓度为 0.040 mg/kg、0.200 mg/kg 的样品进行了 6 次重复测定，7 种苯氧羧酸类农药的实验室内相对标准偏差分别为：1.4%~19%，1.7%~14%；实验室间相对标准偏差分别为：6.0%~11%，3.5%~12%；重复性限 r 分别为：0.008 mg/kg~0.015 mg/kg, 0.022 mg/kg~0.044 mg/kg；再现性限 R 分别为：0.011 mg/kg~0.015 mg/kg, 0.029 mg/kg~0.061 mg/kg。

6 个实验室分别对土壤加标 7 种苯氧羧酸类农药浓度为 0.040 mg/kg、0.200 mg/kg、0.800 mg/kg 的样品进行了 6 次重复测定，7 种苯氧羧酸类农药的实验室内相对标准偏差分别为：3.6%~23%，3.4%~12%、3.1%~14%；实验室间相对标准偏差分别为：3.8%~11%，6.5%~12%，3.4%~12%；重复性限 r 分别为：0.008 mg/kg~0.015 mg/kg, 0.041 mg/kg~0.050 mg/kg, 0.154 mg/kg~0.182 mg/kg；再现性限 R 分别为：0.010 mg/kg~0.015 mg/kg, 0.07 mg/kg~0.074 mg/kg, 0.171 mg/kg~0.287 mg/kg。

10.2 准确度

6 个实验室分别对空白加标 7 种苯氧羧酸类农药浓度为 0.040 mg/kg、0.200 mg/kg、0.800 mg/kg 的样品进行了分析测定，7 种苯氧羧酸类农药的加标回收率分别为：81.9%~118%，82.4%~110%，86.9%~106%；加标回收率最终值为：93.5%±27.6%~109%±13.2%，90.9%±16.2%~100%±12.2%，91.4%±8.2%~99.4%±4.8%。

6 个实验室分别对沉积物加标 7 种苯氧羧酸类农药浓度为 0.040 mg/kg、0.200 mg/kg 的样品进行了分析测定，7 种苯氧羧酸类农药的加标回收率分别为：84.7%~116%，71.1%~103%；加标回收率最终值分别为：97.7%±21.6%~107%±15.8%，82.4%±19.2%~93.2%±6.2%。

6 个实验室分别对土壤加标 7 种苯氧羧酸类农药浓度为 0.040 mg/kg、0.200 mg/kg、0.800 mg/kg 的样品进行了分析测定，7 种苯氧羧酸类农药的加标回收率分别为：78.1%~113%，84.5%~117%，70.5%~104%；加标回收率最终值分别为：93.8%±10.8%~103%±13.0%，96.2%±17.4%~102%±10.2%，87.5%±20.6%~98.9%±7.6%。

精密度和准确度结果参见附录 B。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品）应至少做 2 个实验室空白，空白中目标化合物的浓度应低于方法检出限。

11.2 校准

校准曲线的相关系数 ≥ 0.999 。每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品）应测定一个校准曲线中间浓度点标准溶液，测定结果与曲线该点浓度的相对误差应在 $\pm 15\%$ 以内。

11.3 平行样

每 10 个样品或每批次（少于 10 个样品）应做一个平行样，样品含量小于 0.1 mg/kg，平行样的相对偏差 $\leq 30\%$ ，样品含量大于 0.1 mg/kg，平行样的相对偏差 $\leq 25\%$ 。

11.4 空白加标和基体加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品）应做一个空白加标样，加标回收率在 75%~130%之间。每 10 个样品应做一个基体加标，基体加标回收率应控制在 65%~130%范围内。

12 废物处理

实验中产生的有机废液应集中收集和保管，委托有资质的单位进行处理。

附录 A

(规范性附录)

方法的检出限和测定下限

表 A.1 给出 7 种苯氧羧酸类农药的名称、简称、CAS 号及方法的检出限和测定下限。

表 A.1 方法的检出限和测定下限

出峰顺序	化合物名称	化合物简称	CAS 号	方法检出限 (mg/kg)	定量下限 (mg/kg)
1	3,6-二氯-2-甲氧基苯甲酸	麦草畏	1918-00-9	0.008	0.032
2	2,4-二氯苯氧乙酸	2,4-D	94-75-7	0.005	0.020
3	2-甲基-4-氯苯氧乙酸	MCPA	94-74-6	0.007	0.028
4	2-(2,4-二氯苯氧基)-丙酸	2,4-DP	120-36-5	0.008	0.032
5	2,4,5-三氯苯氧乙酸	2,4,5-T	93-76-5	0.009	0.036
6	4-(2,4-二氯苯氧基)-丁酸	2,4-DB	94-82-6	0.007	0.028
7	2-(2,4,5-三氯苯氧基)-丙酸	2,4,5-TP	93-72-1	0.009	0.036

附录 B

(资料性附录)

方法的精密度和准确度

表 B.1 和表 B.2 分别给出了方法的精密度和准确度。

表 B.1 方法的精密度

样品类型	化合物名称	平均值 (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)	
空白 加标	麦草畏	0.040	2.2~7.0	5.8	0.007	0.009	
		0.200	3.0~5.8	6.0	0.025	0.041	
		0.800	0.8~3.0	2.5	0.039	0.066	
	2,4-D	0.040	3.1~8.2	7.1	0.007	0.011	
		0.200	4.8~6.9	6.1	0.031	0.044	
		0.800	1.1~4.7	1.8	0.066	0.072	
	MCPA	0.040	5.1~13	15	0.011	0.019	
		0.200	5.4~8.3	8.9	0.033	0.054	
		0.800	1.8~7.1	4.0	0.094	0.122	
	2,4-DP	0.040	2.6~12	5.6	0.010	0.011	
		0.200	4.6~8.1	8.5	0.032	0.053	
		0.800	2.1~8.6	3.6	0.096	0.118	
	2,4,5-T	0.040	11~15	11	0.014	0.018	
		0.200	5.5~14	9.0	0.049	0.066	
		0.800	4.1~6.7	5.7	0.115	0.160	
	2,4-DB	0.040	3.5~6.3	7.3	0.006	0.010	
		0.200	2.6~7.5	6.7	0.029	0.045	
		0.800	1.3~7.2	4.7	0.071	0.121	
	2,4,5-TP	0.040	3.0~12	8.2	0.009	0.013	
		0.200	6.1~12	9.1	0.045	0.063	
		0.800	3.1~7.0	4.5	0.106	0.133	
	水库底泥	麦草畏	0.040	3.5~9.2	7.1	0.008	0.011
		2,4-D		3.1~16	11	0.010	0.015
		MCPA		4.1~16	8.4	0.012	0.014
2,4-DP		3.1~16		7.7	0.012	0.014	
2,4,5-T		3.1~19		6.1	0.015	0.015	
2,4-DB		2.8~16		6.0	0.010	0.012	
2,4,5-TP		1.4~18		7.7	0.012	0.014	
黄河口 沉积物	麦草畏	0.200	3.5~14	12	0.032	0.061	
	2,4-D		2.5~7.2	8.2	0.022	0.044	
	MCPA		3.7~13	7.3	0.044	0.055	
	2,4-DP		1.7~8.2	3.5	0.025	0.029	

样品类型	化合物名称	平均值 (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)
	2,4,5-T		3.3~12	5.9	0.037	0.045
	2,4-DB		3.2~8.0	3.4	0.029	0.032
	2,4,5-TP		2.6~5.9	8.3	0.024	0.047
江西 红土	麦草畏	0.040	5.2~11	3.8	0.010	0.010
	2,4-D		4.9~16	11	0.009	0.014
	MCPA		4.4~23	5.6	0.015	0.015
	2,4-DP		3.8~19	7.9	0.012	0.014
	2,4,5-T		6.8~15	7.7	0.012	0.013
	2,4-DB		5.5~8.6	6.4	0.009	0.011
	2,4,5-TP		3.6~11	7.8	0.008	0.011
青岛潮棕 土	麦草畏	0.200	5.6~12	9.5	0.049	0.069
	2,4-D		3.5~10	5.0	0.041	0.047
	MCPA		6.9~12	7.6	0.047	0.060
	2,4-DP		3.4~11	9.7	0.043	0.065
	2,4,5-T		5.8~11	9.0	0.050	0.067
	2,4-DB		4.9~10	12	0.041	0.074
	2,4,5-TP		3.7~10	8.1	0.044	0.061
黑龙江 黑土	麦草畏	0.800	4.6~9.9	4.3	0.155	0.171
	2,4-D		6.1~9.5	3.9	0.164	0.172
	MCPA		3.1~12	6.9	0.171	0.211
	2,4-DP		4.8~14	4.9	0.182	0.195
	2,4,5-T		3.8~11	13	0.166	0.287
	2,4-DB		3.7~11	6.8	0.154	0.195
	2,4,5-TP		4.7~14	12	0.159	0.271

表 B.2 方法的准确度

样品类型	化合物简称	加标浓度 (mg/kg)	加标回收率范围(%)	$\bar{P}\%$	$S_p(\%)$	$\bar{P} \pm 2S_p(\%)$
石英砂 加标	麦草畏	0.040	101~118	109	6.6	109±13.2
		0.200	94.8~110	100	6.1	100±12.2
		0.800	96.6~103	99.4	2.4	99.4±4.8
	2,4-D	0.040	97.1~117	106	7.6	106±15.2
		0.200	92.1~106	98.5	6.0	98.5±12.0
		0.800	97.2~102	98.9	1.7	98.9±3.4
	MCPA	0.040	83.5~115	93.5	13.8	93.5±27.6
		0.200	83.9~106	90.9	8.1	90.9±16.2
		0.800	91.3~101	96.8	3.7	96.8±7.4
	2,4-DP	0.040	95.5~110	102	5.8	102±11.6
		0.200	82.8~102	93.9	8.0	93.9±16.0
		0.800	93.2~103	96.9	3.4	96.9±6.8
	2,4,5-T	0.040	81.9~113	97.2	11.0	97.2±22.0
		0.200	83.7~104	95.7	8.6	95.7±17.2
		0.800	87.9~104	94.7	5.3	94.7±10.6
	2,4-DB	0.040	97.5~118	108	7.8	108±15.6
		0.200	90.5~108	97.8	6.6	97.8±13.2
		0.800	94.0~106	96.8	4.6	96.8±9.2
	2,4,5-TP	0.040	92.1~114	103	9.0	103±18.0
		0.200	82.4~106	92.5	8.6	92.5±17.2
		0.800	86.9~99.1	91.4	4.1	91.4±8.2
水库底 泥	麦草畏	0.04	95.6~116	107	7.9	107±15.8
	2,4-D		84.7~113	97.7	10.8	97.7±21.6
	MCPA		89.6~110	98.5	8.0	98.5±16.0
	2,4-DP		93.6~116	104	8.0	104±16.0
	2,4,5-T		88.2~106	97.9	5.8	97.9±11.6
	2,4-DB		97.7~115	106	6.4	106±12.8
	2,4,5-TP		90.9~116	105	8.1	105±16.2
黄河口 底泥	麦草畏	0.200	71.1~95.4	82.4	9.6	82.4±19.2
	2,4-D		80.6~95.6	86.1	7.0	86.1±14.0
	MCPA		85.3~103	92.3	6.8	92.3±13.6
	2,4-DP		88.0~96.8	90.7	3.2	90.7±6.4
	2,4,5-T		78.8~94.5	87.1	5.2	87.1±10.4
	2,4-DB		90.7~98.4	93.2	3.1	93.2±6.2
	2,4,5-TP		81.1~102	89.7	7.2	89.7±14.4
江西红 土	麦草畏	0.040	101~111	105	4.0	105±8.0
	2,4-D		78.1~110	95.6	10.2	95.6±20.4
	MCPA		87.6~100	93.8	5.4	93.8±10.8
	2,4-DP		90.7~112	99.8	7.8	99.8±15.6

样品类型	化合物简称	加标浓度 (mg/kg)	加标回收率范围(%)	$\bar{P}\%$	$S_{\bar{P}}(\%)$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}(\%)$
	2,4,5-T		82.0~104	94.9	7.2	94.9±14.4
	2,4-DB		96.5~113	103	6.5	103±13.0
	2,4,5-TP		89.9~111	96.2	7.6	96.2±15.2
青岛潮 棕土	麦草畏	0.200	91.5~116	100	9.7	100±19.4
	2,4-D*		95.6~109	102	5.1	102±10.2
	MCPA		90.2~109	98.0	7.3	98.0±14.6
	2,4-DP		86.5~114	97.4	9.6	97.4±19.2
	2,4,5-T		84.5~110	96.2	8.7	96.2±17.4
	2,4-DB		85.5~117	97.7	11.3	97.7±22.6
	2,4,5-TP		91.9~115	100	8.2	100±16.4
黑龙江 黑土	麦草畏	0.800	95.1~104	98.9	3.8	98.9±7.6
	2,4-D		90.5~99.2	94.3	3.2	94.3±6.4
	MCPA		80.7~99.8	91.9	7.1	91.9±14.2
	2,4-DP		84.0~96.4	92.1	4.8	92.1±9.6
	2,4,5-T		70.5~102	87.5	10.3	87.5±20.6
	2,4-DB		82.3~96.9	89.8	6.8	89.8±13.6
	2,4,5-TP		71.0~97.1	87.5	10.8	87.5±21.6

*: 土壤中 2,4-D 的本底含量为 0.035 mg/kg~0.166 mg/kg。