

# 团 体 标 准

T/SSESB 0000xx—2022

---

## 土壤和沉积物 冻干法制样技术规范

Soil and sediment — The Technical specification for sample pretreatment of  
freeze - drying method

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

2022 - XX - XX 发布

2022 - XX - XX 实施

---

上海市环境科学学会 发布

## 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 方法原理 .....	1
5 仪器和设备 .....	1
6 样品采集与保存 .....	2
7 样品制备 .....	2
8 质量保证和质量控制 .....	3
9 注意事项 .....	3
附录 A（资料性） 方法的精密度和正确度 .....	5

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由通标标准技术服务（上海）有限公司和上海市环境科学学会提出。

本文件由上海市环境科学学会归口。

本文件起草单位：通标标准技术服务（上海）有限公司、上海市环境监测中心、上海市环境科学研究院、上海利元环保检测技术有限公司、上海亚新建设工程有限公司。

本文件主要起草人：寇怀江、刘付芳、孟庆鑫、欧冬妮、邹开贺、唐爱玲、黄波涛、严文杰、张华、张金湖、臧学轲、章长松。

# 土壤和沉积物 冻干法制样技术规范

## 1 范围

本文件规定了通过真空冷冻干燥方式对土壤和沉积物样品进行除水预处理的方法。

本文件适用于不挥发或半挥发的元素或有机化合物的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

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/T 166 土壤环境监测技术规范

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1 升华 sublimation

物质从固态不经过液态直接变成气态的相变过程。

### 3.2 补热型冻干仪 thermally lyophilizer

含有对样品加热的部件的冻干仪。在冻干工作过程中，通过加热程序，以保证样品升华所需热量。

### 3.3 非补热型冻干仪 non thermally lyophilizer

不含有对样品加热的部件的冻干仪。在冻干工作过程中，样品升华所需热量通过冻干仪外部的环境热辐射提供。

## 4 方法原理

真空冷冻干燥法（下称冻干法）是利用水的升华原理，将含水物料在较低的温度下冻结成固态，然后在真空下使其中的水分不经液态直接升华成气态，最终使物料脱水的干燥技术。

## 5 仪器和设备

- 5.1 补热型冻干仪：冷凝器温度 $\leq -50^{\circ}\text{C}$ ，样品层板制冷温度 $\leq -40^{\circ}\text{C}$ ，样品层板制热温度 $\geq 60^{\circ}\text{C}$ ，层板内及层板间温差 $\leq \pm 1^{\circ}\text{C}$ ，真空度（空载） $\leq 13\text{Pa}$ 。有样品温度监测功能，传感器温度误差 $\leq \pm 1^{\circ}\text{C}$ ，可导出冻干参数。
- 5.2 非补热型冻干仪，冷凝器温度 $\leq -50^{\circ}\text{C}$ ，真空度（空载） $\leq 13\text{Pa}$ ，有样品温度监测功能，传感器温度误差 $\leq \pm 1^{\circ}\text{C}$ ，可导出冻干参数。
- 5.3 冰箱/冰柜：用于没有样品预冻功能的冻干仪的样品预冻处理，制冷温度 $\leq -18^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.4 样品盘：用于冷冻干燥过程中盛装样品。
- 5.5 一般实验室常用仪器及设备。

## 6 样品采集与保存

参照HJ/T 166的相关规定进行土壤样品的采集和保存；参照GB 17378.3的相关规定进行沉积物样品的采集与保存。

## 7 样品制备

### 7.1 样品预冻

将需要干燥处理的样品均匀平铺到样品盘（5.4）中，不可过度压实。样品厚度不应超过2 cm。

对于有样品预冻功能的冻干仪，将装有样品的样品盘放在冻干仪的预冻室中。将温度探针插入样品中，让样品刚好能够包裹住探针，避免探针露出或接触托盘底部，不可过度压实样品。关好舱门，设定预冻温度不高于 $-18^{\circ}\text{C}$ ，预冻时间至少为3小时。启动冻干仪的样品预冻程序，使样品充分冻结。

对于没有样品预冻功能的冻干仪，将装有样品的样品盘转移到样品预冻冰箱（5.3）中，在不高于 $-18^{\circ}\text{C}$ 的温度下至少预冻3小时，使样品充分冻结。

注：不同基质、不同水分含量、不同疏密程度的样品冻干时间均有差异，因此同一批待冻干的样品的性质、状态尽量相近。

### 7.2 样品升华干燥

对于补热型冻干仪（5.1），设定样品补热温度为 $30^{\circ}\text{C}\sim 40^{\circ}\text{C}$ ；待经预冻的样品（7.1）达到充分冻结状态后，开启冷凝器进行制冷；当冷凝器温度低于 $-40^{\circ}\text{C}$ 时，启动真空泵，系统开始抽真空；待干燥室压强降至低于60 Pa时，补热程序启动，样品开始升华干燥。

对于非补热型冻干仪（5.2），开启冷凝器进行制冷；当冷凝器温度低于 $-40^{\circ}\text{C}$ 时，启动真空泵，系统开始抽真空，样品开始升华干燥。

对于没有样品预冻功能的冻干仪，需要提前将装有已达到充分冻结的样品的样品盘（5.4）迅速转移到冻干仪的干燥室中，装好温度探针，然后按照上述程序操作。

注1：补热温度为本文件优化参考条件，可以根据装样量多少、样品水分含量情况适度调整。

注2：启动真空泵时的冷凝器温度参数以及启动补热程序时的干燥室压强参数也可参见仪器说明书。

注3：在升华过程中干燥室内的压强与干燥室中样品温度、样品水分含量、装样量、设备条件等诸多因素均有关系，因而不会呈现一个特定值。

### 7.3 冻干程序结束

监测样品温度上升至表1所规定的温度时，立即停掉设备程序，卸掉干燥室真空，取出样品。

表1 冻干结束时允许的样品温度及典型冻干时间

待测组分沸点(°C)	补热型冻干仪		非补热型冻干仪	
	冻干程序结束时，最高允许样品温度(°C)	典型的冻干时间(h)	冻干程序结束时，最高允许样品温度(°C)	典型的冻干时间(h)
≤250	15	13	15	16
>250	30	16	25	20

注1：干燥温度及时间对挥发性组分测试结果有影响，需要平衡样品水分含量与被测组份损失之间的关系，在尽可能低温、短时间内结束冻干程序。通常在冻干至样品温度达到10°C时，可以结束冻干程序。表1为允许的最高样品温度。

注2：2.干燥时间受多种因素影响，当样品处理量大、水分含量高时，会显著延长冻干时间。表1为满载样品量的典型冻干时间。

### 7.4 冻干样品处理

7.4.1 冻干后的土壤样品按照 HJ 166 的要求研磨、过筛、分装，沉积物样品按照 GB 17378.5 的规定执行。

7.4.2 在进一步测定前，冻干后的土壤样品按照 HJ 613 测定干物质含量，沉积物样品按照 GB 17378.5 测定含水率。

## 8 质量保证和质量控制

每批样品至少做一个同步空白冻干制样试验，对于有机物测定，测定结果中目标物浓度不应超过方法检出限。

其它质量保证和质量控制要求，参照具体的分析方法标准。

## 9 注意事项

9.1 若使用冰箱/冰柜（5.3）进行样品预冻处理，若为无霜冰箱/冰柜，需注意融霜周期对冷冻温度的影响，保证在融霜周期时的制冷温度≤-18°C。

9.2 样品盘（5.4）应选择不会产生待测物质污染的材料，同时要求导热良好，不同样品盘之间导热系数一致，推荐使用硼硅玻璃样品盘，如仅检测有机物，可以使用不锈钢样品盘；样品盘的形状和尺寸取决于所用的仪器类型以及处理的样品量，对于补热型冻干仪（5.1），应保证样品盘为平底、能够与样品层板充分接触，以利于高效传热。

9.3 干燥样品具有吸湿性，经冻干后的样品应立刻转移至密闭容器或包装物中保存。

9.4 每批样品冻干结束后，应排除冻干箱内水分，并对冻干箱彻底清洁。

9.5 冻干操作会对低沸点、与土壤结合能力差的化合物造成明显的损失。本文件不适合挥发性有机化合物的测试制样，某些测试标准中列出的半挥发性有机物，也不适合使用本文件进行测试制样，已知的不适合本文件的有机化合物包括：1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯、六氯乙烷、1,2,4-三氯苯、六氯丁二烯。

## 附录 A

(资料性)

## 方法的精密度和正确度

冻干仪终止温度为10℃，对水分含量为20%的土壤样品使用冻干法制样后，再进行分析测定，获得表A.1中元素测试的实验室内方法精密度和方法正确度。

对水分含量为20%的空白土壤样品加标后，冻干仪终止温度为10℃，使用冻干法制样，再进行分析测定，获得表A.2中石油烃C<sub>10</sub>-C<sub>40</sub>测试的实验室内方法精密度和方法正确度。

对水分含量为20%的空白土壤样品加标后，冻干仪终止温度为10℃，使用冻干法制样，再使用统一设备进行前处理及分析测定，获得表A.3~A.4中半挥发性有机物测试的6家实验室的方法精密度和方法正确度。

表A.1 元素测试的实验室内方法精密度、正确度汇总

目标物	样品号	证书值(mg/kg)	平均值(mg/kg)	实验室内相对标准偏差(%)	相对误差(%)
Hg	①	0.24±0.02	0.23	3.7	2.6
	②	0.075±0.004	0.074	6.6	1.1
	③	0.014±0.0002	0.013	10	6.2
As	①	323±4	318	7.2	1.6
	②	12.9±0.9	12.2	4.4	5.5
	③	3.9±0.3	4.2	2.6	6.9
Cd	①	2.8±0.2	3.0	2.5	5.4
	②	0.20±0.01	0.21	2.9	4.7
	③	0.042±0.005	0.041	7.5	1.7
Zn	①	514±16	520	4.5	1.1
	②	70±3	73	3.3	3.9
	③	21±3	21	8.6	1.0
Pb	①	727±16	741	3.5	2.0
	②	27.0±0.8	27.4	7.5	1.3
	③	15.8±0.8	15.9	2.4	0.5
Cu	①	173±5	174	3.9	0.7
	②	25.3±1.0	26.3	8.5	4.0
	③	(6)	6	4.8	3.0
Ni	①	22.3±0.9	22.5	4.3	0.4
	②	17.1±0.8	17.8	6.3	4.1
	③	10.0±0.5	10.4	3.7	3.8
Cr	①	62±2	63	4.4	1.0
	②	60±3	60	8.4	0.1
	③	(23)	23	6.3	0.2



表A.2 石油烃 (C<sub>10</sub>-C<sub>40</sub>) 测试的实验室内方法精密度、正确度汇总

目标物	加标水平 (mg/kg)	平均值 (mg/kg)	实验室内相对标准偏差 (%)	平均回收率 (%)
C <sub>10</sub> -C <sub>40</sub>	62	49	4.9	78.7
	155	134	6.2	86.7
	465	406	4.4	87.4

表A.3 半挥发性有机物测试的实验室间方法精密度汇总

序号	目标物	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	苯酚	1.0	4.4~17	12	0.24	0.37
		2.5	5.0~24	16	0.64	1.12
		7.5	2.3~8.7	12	0.88	2.51
2	2-氯苯酚	1.0	2.7~19	10	0.27	0.36
		2.5	3.0~12	7.3	0.47	0.61
		7.5	2.8~5.7	9.9	0.85	1.98
3	2-甲基苯酚	1.0	4.4~18	20	0.19	0.39
		2.5	4.5~9.5	20	0.28	0.83
		7.5	3.4~12	13	1.22	2.08
4	2-硝基苯酚	1.0	3.3~17	10	0.31	0.42
		2.5	4.3~12	5.5	0.56	0.63
		7.5	4.1~8.2	7.1	1.03	1.69
5	2,4-二氯苯酚	1.0	3.0~20	7.6	0.25	0.30
		2.5	3.3~12	5.8	0.44	0.57
		7.5	3.4~9.7	5.8	1.23	1.64
6	4-氯-3-甲基苯酚	1.0	2.1~21	9.3	0.23	0.32
		2.5	2.9~11	5.3	0.51	0.57
		7.5	4.2~11	6.5	1.37	1.76
7	2,4,6-三氯苯酚	1.0	3.1~20	11	0.33	0.45
		2.5	5.0~13	7.0	0.62	0.74
		7.5	2.5~9.6	5.5	1.49	1.78
8	2,4,5-三氯苯酚	1.0	3.9~19	8.7	0.27	0.35
		2.5	3.2~7.7	4.7	0.45	0.52
		7.5	3.4~11	6.1	1.61	1.96
9	4-硝基苯酚	1.0	4.7~28	9.4	0.47	0.51
		2.5	3.8~10	9.7	0.41	0.81
		7.5	3.1~8.0	3.8	0.99	1.22
10	萘	1.0	4.7~16	20	0.17	0.41
		2.5	5.7~12	22	0.41	1.02
		7.5	5.2~8.6	16	0.80	2.08
11	2-甲基萘	1.0	5.0~18	13	0.22	0.34
		2.5	5.0~15	13	0.50	0.81
		7.5	3.1~9.8	16	1.06	2.68
12	2-氯萘	1.0	4.2~20	6.6	0.23	0.26
		2.5	4.0~12	8.8	0.58	0.76
		7.5	1.9~13	9.9	1.30	2.18
13	蒎烯	1.0	4.4~19	8.0	0.21	0.27
		2.5	9.3~12	6.5	0.70	0.76
		7.5	3.0~14	5.8	1.23	1.47

续表

序号	目标物	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)
14	蒎	1.0	4.5~17	4.9	0.23	0.25
		2.5	4.9~14	3.9	0.62	0.62
		7.5	2.9~6.9	8.7	0.98	1.81
15	芴	1.0	3.9~18	6.7	0.23	0.28
		2.5	5.2~9.2	5.9	0.51	0.62
		7.5	2.7~7.7	8.0	0.92	1.75
16	菲	1.0	0.7~18	7.9	0.26	0.33
		2.5	4.0~12	3.6	0.62	0.63
		7.5	2.2~8.4	8.3	1.08	1.79
17	蒽	1.0	1.7~21	7.4	0.23	0.28
		2.5	5.6~13	4.9	0.70	0.74
		7.5	1.6~9.8	6.7	1.22	1.65
18	荧蒽	1.0	0.9~20	7.7	0.24	0.30
		2.5	3.6~15	5.5	0.84	0.88
		7.5	2.7~11	7.8	1.50	2.03
19	芘	1.0	2.5~21	6.7	0.28	0.32
		2.5	5.3~14	5.2	0.75	0.78
		7.5	3.2~10	9.8	1.17	2.11
20	苯并(a)蒽	1.0	1.9~20	6.8	0.26	0.30
		2.5	4.3~15	5.6	0.67	0.71
		7.5	3.0~13	6.0	1.45	1.75
21	蒽	1.0	2.7~22	7.0	0.25	0.29
		2.5	7.1~12	7.0	0.62	0.73
		7.5	3.0~14	4.4	1.65	1.73
22	苯并(b)荧蒽	1.0	2.4~22	8.3	0.26	0.32
		2.5	5.5~17	5.1	0.64	0.67
		7.5	2.6~10	9.5	1.17	2.01
23	苯并(k)荧蒽	1.0	2.3~22	8.2	0.27	0.32
		2.5	6.9~14	6.9	0.74	0.82
		7.5	3.9~11	3.2	1.19	1.24
24	苯并(a)芘	1.0	2.3~23	7.5	0.24	0.28
		2.5	5.5~16	6.6	0.71	0.76
		7.5	2.9~13	4.9	1.33	1.49
25	茚并(1,2,3-cd)芘	1.0	2.8~23	7.9	0.27	0.32
		2.5	5.8~11	5.3	0.58	0.63
		7.5	4.9~8.0	11	1.19	2.28
26	二苯并(a,h)蒽	1.0	3.6~23	7.1	0.26	0.30
		2.5	4.5~13	3.4	0.67	0.65
		7.5	4.2~7.3	8.2	1.11	1.89

续表

序号	目标物	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)
27	苯并(g,h,i)芘	1.0	3.2~22	5.9	0.27	0.29
		2.5	5.3~11	3.2	0.55	0.55
		7.5	4.2~11	12	1.21	2.56
28	邻苯二甲酸二甲酯	1.0	4.0~18	7.5	0.25	0.30
		2.5	4.7~11	6.5	0.57	0.68
		7.5	3.0~8.1	7.7	1.26	1.90
29	邻苯二甲酸二乙酯	1.0	2.8~22	9.4	0.24	0.34
		2.5	3.3~11	5.1	0.68	0.72
		7.5	3.2~8.9	6.3	1.22	1.67
30	邻苯二甲酸二丁酯	1.0	5.3~27	12	0.34	0.46
		2.5	4.9~12	4.7	0.70	0.74
		7.5	1.8~9.6	6.4	1.12	1.53
31	邻苯二甲酸丁苄酯	1.0	3.6~32	13	0.27	0.40
		2.5	5.7~11	4.7	0.55	0.58
		7.5	3.4~11	12	1.39	2.68
32	邻苯二甲酸二正辛酯	1.0	5.2~32	13	0.37	0.51
		2.5	5.2~12	4.6	0.66	0.70
		7.5	3.2~10	4.0	1.36	1.47
33	N-亚硝基二甲胺	1.0	3.2~16	5.2	0.20	0.22
		2.5	4.7~13	4.8	0.52	0.54
		7.5	3.5~10	10	1.10	2.03
34	N-亚硝基二正丙胺	1.0	4.0~21	9.8	0.23	0.32
		2.5	3.5~12	7.0	0.45	0.61
		7.5	3.6~5.5	8.2	0.95	1.84
35	硝基苯	1.0	4.7~27	13	0.32	0.41
		2.5	6.1~15	14	0.50	0.84
		7.5	4.0~8.0	15	0.97	2.59
36	异佛尔酮	1.0	2.6~19	6.7	0.24	0.28
		2.5	3.8~10	4.2	0.46	0.51
		7.5	3.4~8.5	5.9	1.13	1.57
37	2,6-二硝基甲苯	1.0	4.2~24	13	0.23	0.37
		2.5	5.1~16	5.8	0.63	0.69
		7.5	2.9~10	7.7	1.54	2.17
38	2,4-二硝基甲苯	1.0	3.2~24	8.6	0.29	0.35
		2.5	5.0~10	3.9	0.52	0.55
		7.5	3.2~7.0	6.5	1.00	1.55
39	偶氮苯	1.0	1.9~19	9.5	0.21	0.31
		2.5	2.8~9.4	5.3	0.52	0.61
		7.5	2.8~11	7.4	1.42	1.93

续表

序号	目标物	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)
40	二(2-氯乙基)醚	1.0	7.8~22	22	0.28	0.50
		2.5	2.1~20	23	0.39	1.11
		7.5	4.2~7.6	19	0.88	2.79
41	二(2-氯乙氧基)甲烷	1.0	3.5~17	6.8	0.25	0.29
		2.5	1.8~11	3.7	0.50	0.51
		7.5	2.4~7.5	7.1	0.97	1.62
42	4-氯二苯基醚	1.0	3.4~18	7.5	0.21	0.28
		2.5	5.8~8.4	6.0	0.49	0.61
		7.5	2.7~9.3	9.0	1.14	2.08
43	4-溴二苯基醚	1.0	1.4~19	8.3	0.21	0.29
		2.5	10~12	5.6	0.71	0.75
		7.5	2.2~12	9.7	1.60	2.36
44	六氯苯	1.0	2.1~19	8.1	0.22	0.28
		2.5	9.1~15	7.2	0.80	0.87
		7.5	2.8~15	11	1.88	2.83
45	4-氯苯胺	1.0	6.0~27	16	0.26	0.35
		2.5	5.5~13	7.1	0.36	0.42
		7.5	3.3~18	17	1.50	2.43
46	2-硝基苯胺	1.0	3.0~34	13	0.31	0.40
		2.5	3.3~12	5.3	0.51	0.59
		7.5	2.2~5.6	5.9	0.83	1.42
47	3-硝基苯胺	1.0	2.1~20	9.4	0.19	0.29
		2.5	4.2~13	14	0.45	0.81
		7.5	2.6~7.6	16	0.92	2.81
48	二苯并呋喃	1.0	2.6~17	6.4	0.22	0.27
		2.5	4.9~9.9	3.2	0.55	0.55
		7.5	3.3~6.7	8.7	0.98	1.81
49	4-硝基苯胺	1.0	3.7~26	15	0.21	0.37
		2.5	4.8~15	7.7	0.54	0.67
		7.5	2.9~6.9	8.9	0.95	1.88
50	咔唑	1.0	1.8~21	7.9	0.24	0.31
		2.5	4.8~9.2	6.0	0.54	0.66
		7.5	3.1~12	6.4	1.60	1.91

表A.4 半挥发性有机物测试的实验室间方法正确度度汇总

序号	目标物	加标水平(mg/kg)	回收率平均值范围(%)	$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{p}}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{p}}$ (%)
1	苯酚	1.0	76.1~108	92.3	10.7	92.3±21.5
		2.5	67.2~98.0	86.4	13.6	86.4±27.7
		7.5	101~74.8	91.7	11.3	92.7±22.7
2	2-氯苯酚	1.0	85.3~110	94.7	9.6	94.7±19.3
		2.5	75.9~91.8	85.2	6.2	85.2±12.4
		7.5	79.9~99.0	87.7	8.6	87.7±17.3
3	2-甲基苯酚	1.0	41.5~75.0	63.8	12.6	63.8±25.3
		2.5	37.2~68.7	56.2	11.2	56.2±22.5
		7.5	50.0~73.1	66.1	8.4	66.1±16.7
4	2-硝基苯酚	1.0	92.8~125	107	11.0	107±22.0
		2.5	88.2~104	95.9	5.3	95.9±10.6
		7.5	87.2~104	94.5	6.7	94.5±13.4
5	2,4-二氯苯酚	1.0	81.1~100	94.4	7.2	94.4±14.3
		2.5	92.1~107	97.5	5.7	97.5±11.4
		7.5	93.0~105	98.2	5.7	98.2±11.4
6	4-氯-3-甲基苯酚	1.0	74.5~97.4	89.3	8.3	89.3±16.7
		2.5	79.9~93.3	88.7	4.7	88.7±9.3
		7.5	82.4~96.9	90.6	5.9	90.6±11.8
7	2,4,6-三氯苯酚	1.0	91.3~122	109	12.0	109±23.9
		2.5	91.0~108	96.6	6.7	96.6±13.4
		7.5	93.4~109	101	5.5	101±11.0
8	2,4,5-三氯苯酚	1.0	90.3~114	105	9.1	105±18.1
		2.5	91.8~103	96.7	4.5	96.7±9.1
		7.5	93.3~111	101	6.2	101±12.4
9	4-硝基苯酚	1.0	94.9~120	106	9.9	106±19.9
		2.5	88.0~115	106	10.3	106±20.6
		7.5	98.9~109	103	3.9	103±7.8
10	萘	1.0	49.5~83.2	65.5	13.4	65.5±26.9
		2.5	44.3~79.9	60.7	13.5	60.7±27.0
		7.5	44.7~70.0	56.2	9.3	56.2±18.6
11	2-甲基萘	1.0	63.3~89.0	76.7	9.7	76.7±19.3
		2.5	61.6~88.1	75.1	9.6	75.1±19.1
		7.5	59.4~86.1	74.9	11.9	74.9±23.8
12	2-氯萘	1.0	76.1~91.2	83.6	5.5	83.6±11.0
		2.5	79.4~98.5	88.3	7.7	88.3±15.5
		7.5	72.1~98.4	88.3	8.7	88.3±17.5
13	蒽烯	1.0	75.7~95.3	84.8	6.8	84.8±13.6
		2.5	85.2~102	91.7	5.9	91.7±11.9
		7.5	71.9~85.1	78.1	4.5	78.1±9.0

续表

序号	目标物	加标水平(mg/kg)	回收率平均值范围(%)	$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
14	芴	1.0	88.6~101	94.0	4.6	94.0±9.2
		2.5	90.9~99.1	94.2	3.7	94.2±7.4
		7.5	73.9~94.2	86.2	7.5	86.2±15.0
15	芴	1.0	86.8~105	95.2	6.4	95.2±12.8
		2.5	90.2~103	98.2	5.8	98.2±11.6
		7.5	80.6~101	91.3	7.3	91.3±14.6
16	菲	1.0	93.1~117	102	8.1	102±16.2
		2.5	105.8~117	109	4.0	109±8.0
		7.5	75.9~94.2	85.4	7.1	85.4±14.2
17	蒽	1.0	78.8~97.2	90.1	6.6	90.1±13.3
		2.5	104~114	109	5.4	109±10.7
		7.5	77.7~91.4	86.6	5.8	86.6±11.7
18	荧蒽	1.0	88.4~112	99.0	7.6	99.0±15.2
		2.5	103~121	113	6.2	113±12.5
		7.5	83.8~102	91.2	7.1	91.2±14.2
19	芘	1.0	94.3~115	104	7.0	104±14.0
		2.5	97.8~115	106	5.4	106±10.9
		7.5	77.1~98.3	88.8	8.7	88.8±17.4
20	苯并(a)蒽	1.0	85.8~104	97.6	6.6	97.6±13.2
		2.5	87.7~101	94.0	5.3	94.0±10.6
		7.5	83.2~96.3	91.0	5.5	91.0±11.0
21	蒽	1.0	83.2~101	94.9	6.6	94.9±13.3
		2.5	84.8~101	92.7	6.5	92.7±12.9
		7.5	87.2~96.0	92.5	4.1	92.5±8.2
22	苯并(b)荧蒽	1.0	80.7~102	92.5	7.6	92.5±15.3
		2.5	83.5~93.6	88.6	4.5	88.6±9.0
		7.5	74.9~94.9	85.9	8.1	85.9±13.3
23	苯并(k)荧蒽	1.0	83.3~100	92.4	7.6	92.4±15.2
		2.5	91.4~107	99.8	6.8	99.8±13.7
		7.5	85.1~92.7	88.2	2.9	88.2±5.7
24	苯并(a)芘	1.0	75.3~94.8	86.3	6.5	86.3±12.9
		2.5	83.9~95.3	87.7	5.8	87.7±11.5
		7.5	79.9~90.6	84.7	4.1	84.7±8.2
25	茚并(1,2,3-cd)芘	1.0	76.7~95.2	89.4	7.1	89.4±14.2
		2.5	87.7~97.3	92.8	4.9	92.8±9.8
		7.5	77.9~101	90.3	9.5	90.3±19.1
26	二苯并(a,h)蒽	1.0	80.3~99.1	91.0	6.5	91.0±13.0
		2.5	95.0~103	99.6	3.4	99.6±6.8
		7.5	81.6~100	92.8	7.6	92.8±15.2

续表

序号	目标物	加标水平(mg/kg)	回收率平均值范围(%)	$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{p}}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{p}}$ (%)
27	苯并(g,h,i)芘	1.0	87.4~103	94.7	5.6	94.7±11.2
		2.5	96.0~105	100	3.2	100±6.4
		7.5	76.0~101	89.8	11.0	89.8±22.0
28	邻苯二甲酸二甲酯	1.0	88.1~107	97.2	7.3	97.2±14.6
		2.5	84.9~103	95.5	6.2	95.5±12.3
		7.5	84.1~100	93.8	7.2	93.8±14.4
29	邻苯二甲酸二乙酯	1.0	83.0~109	99.7	9.4	99.7±18.7
		2.5	98.2~113	103	5.3	103±10.6
		7.5	85.1~102	93.3	5.9	93.3±11.8
30	邻苯二甲酸二丁酯	1.0	85.5~119	105	12.2	105±24.4
		2.5	106~119	112	5.3	112±10.6
		7.5	79.4~94.5	85.6	5.4	85.6±10.9
31	邻苯二甲酸丁苄酯	1.0	66.5~97.1	86.5	11.2	86.5±22.4
		2.5	86.4~97.9	92.2	4.3	92.2±8.6
		7.5	79.4~110	93.9	11.3	93.9±22.5
32	邻苯二甲酸二正辛酯	1.0	83.9~125	107	13.9	107±27.8
		2.5	102~116	107	4.9	107±9.8
		7.5	87.7~99.0	93.5	3.7	93.5±7.5
33	N-亚硝基二甲胺	1.0	75.1~86.8	80.9	4.2	80.9±8.4
		2.5	72.8~82.2	77.1	3.7	77.1±7.4
		7.5	75.1~94.9	84.4	8.4	84.4±16.9
34	N-亚硝基二正丙胺	1.0	76.0~99.7	88.5	8.7	88.5±17.4
		2.5	82.3~100	92.4	6.4	92.4±12.9
		7.5	84.2~101	93.7	7.7	93.7±15.4
35	硝基苯	1.0	68.5~94.3	82.5	10.4	82.5±20.8
		2.5	54.1~82.0	72.1	10.0	72.1±20.0
		7.5	58.2~91.6	77.0	11.6	77.0±23.2
36	异佛尔酮	1.0	88.1~107	95.6	6.4	95.6±12.7
		2.5	92.4~104	97.8	4.1	97.8±8.2
		7.5	89.4~104	96.1	5.7	96.1±11.3
37	2,6-二硝基甲苯	1.0	67.2~99.0	84.1	11.0	84.1±22.0
		2.5	89.0~105	96.4	5.6	96.4±11.2
		7.5	95.3~114	103	7.9	103±15.8
38	2,4-二硝基甲苯	1.0	82.2~106	95.9	8.2	95.9±16.4
		2.5	92.9~103	98.4	3.8	98.4±7.6
		7.5	85.7~100	92.2	6.0	92.2±12.0
39	偶氮苯	1.0	77.8~101	90.7	8.6	90.7±17.2
		2.5	94.4~108	101	5.4	101±10.8
		7.5	83.5~104	92.0	6.8	92.0±13.6



续表

序号	目标物	加标水平(mg/kg)	回收率平均值范围(%)	$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{p}}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{p}}$ (%)
40	二(2-氯乙基)醚	1.0	49.8~87.4	70.1	15.4	70.1±30.7
		2.5	40.5~79.3	63.7	15.0	63.7±30.0
		7.5	44.3~80.2	67.0	12.7	67.0±25.5
41	二(2-氯乙氧基)甲烷	1.0	88.2~107	96.3	6.5	96.3±13.1
		2.5	88.8~94.9	93.0	3.4	93.0±6.8
		7.5	84.1~98.7	91.3	6.4	91.3±12.9
42	4-氯二苯基醚	1.0	84.1~102	93.6	7.0	93.6±14.0
		2.5	90.8~107	98.1	5.9	98.1±11.8
		7.5	84.9~110	95.3	8.6	95.3±17.2
43	4-溴二苯基醚	1.0	82.8~104	94.7	7.8	94.7±15.7
		2.5	86.5~98.7	92.4	5.2	92.4±10.4
		7.5	77.6~104	90.8	8.8	90.8±17.6
44	六氯苯	1.0	79.6~98.5	89.9	7.3	89.9±14.5
		2.5	82.4~102	92.6	6.6	92.6±13.3
		7.5	84.8~116	97.1	10.7	97.1±21.4
45	4-氯苯胺	1.0	47.9~73.4	56.8	9.2	56.8±18.4
		2.5	49.7~59.5	52.5	3.7	52.5±7.4
		7.5	44.9~71.3	56.5	9.6	56.5±19.2
46	2-硝基苯胺	1.0	69.3~97.2	78.7	10.1	78.7±20.2
		2.5	88.4~103	96.0	5.1	96.0±10.2
		7.5	92.0~106	96.3	5.7	96.3±11.5
47	3-硝基苯胺	1.0	81.0~95.8	87.6	8.2	87.6±16.5
		2.5	52.2~78.5	69.5	10.0	69.5±19.9
		7.5	54.7~90.2	78.7	12.8	78.7±25.5
48	二苯并呋喃	1.0	91.4~108	98.8	6.3	98.8±12.7
		2.5	101~109	106	3.3	106±6.7
		7.5	79.3~96.3	86.7	7.5	86.7±15.0
49	4-硝基苯胺	1.0	61.3~95.0	77.1	11.2	77.1±22.5
		2.5	71.3~89.8	82.2	6.4	82.2±12.7
		7.5	78.4~100	89.9	8.0	89.9±15.9
50	咪唑	1.0	83.6~105	96.7	7.7	96.7±15.3
		2.5	96.0~113	104	6.2	104±12.5
		7.5	83.6~101	91.6	5.9	91.6±11.7