

《土壤和沉积物 冻干法制样技术规范
(征求意见稿)》
编制说明

《土壤和沉积物 冻干法制样技术规范》

标准编制组

二〇二二年三月

标准名称：土壤和沉积物 冻干法制样技术规范

组织单位：上海市环境科学学会

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

起止时间：2021 年 3 月~2022 年 3 月

目 录

目 录	I
1 项目背景	1
1.1 任务来源.....	1
1.2 工作过程.....	1
2 标准制订的必要性分析	2
2.1 除水制样技术在环境测试领域应用介绍.....	2
2.2 风干/冻干/干燥剂法应用优劣势分析.....	2
2.3 冻干技术在环境测试领域实施现状和存在问题.....	3
3 国内外相关分析方法研究	6
3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究.....	6
3.2 国内相关分析方法研究.....	7
3.3 文献资料研究.....	12
3.4 不同领域冻干应用研究及冻干机标准化研究.....	13
4 标准制定的基本原则和技术路线.....	14
4.1 标准制定的基本原则.....	14
4.2 标准制定的技术路线.....	15
5 方法研究报告	16
5.1 方法研究的目标.....	16
5.2 方法原理.....	16
5.3 试剂和材料.....	19
5.4 仪器和设备.....	19
5.5 样品.....	19
5.6 制样步骤.....	20
5.7 质量保证和质量控制.....	40
5.8 注意事项.....	40
6 方法比对	42
6.1 方法比对方案及过程.....	42
6.2 方法比对结论.....	47
7 方法验证	48
7.1 方法验证方案.....	48
7.2 方法验证过程.....	48
7.3 方法验证统计分析结论.....	49
8 与开题报告差异说明	49
9 标准实施建议	49
10 参考文献	49
附件 方法验证报告	51

1 项目背景

1.1 任务来源

《土壤和沉积物 冻干法制样技术规范》制订项目由上海市环境科学学会于 2021 年 3 月下达。立项公告见 2021 年 3 月 10 日上海市环境科学学会“关于《水质 发光细菌 高通量急性毒性测试方法》等团体标准的立项公告”。

本规范制订工作由通标标准技术服务（上海）有限公司承担。

1.2 工作过程

1.2.1 成立标准编制小组

2021 年 3 月，通标标准技术服务（上海）有限公司接到《土壤和沉积物 冻干法制样技术规范》标准制订任务后，按照《生态环境标准管理办法》（生态环境部令第 17 号）及《国家生态环境标准制修订工作规则》（国环法规〔2020〕4 号）的有关要求，与协作单位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有关人员联合组成了标准编制组（以下简称“编制组”）。编制组由多年从事土壤和沉积物领域测试的技术人员组成。

1.2.2 查询国内外相关标准和文献资料

2021 年 3 月，编制组根据《环境监测分析方法标准制定技术导则》（HJ 168-2020）等相关要求，开展了国内外相关标准和文献资料的调研工作，经过对收集资料的研究分析，初步确定了标准方法的技术路线。

1.2.3 开展基础性研究，编写开题报告和标准草案

编制组制定了需要开展的基础性研究试验方案，重点研究了易挥发组分在土壤/沉积物中的挥发机理、不同的除水制样方法（风干法、冻干法、干燥剂法）对易挥发组分的影响差异、拟采取的技术路线的初步尝试；对冻干法的热力学原理进行了研究；冻干法的关键设备是真空冻干机，对国内环境测试领域的冻干机品牌、型号、功能开展调研，初步确定通用的设备参数；随后开展了实验室内元素、石油烃（C₁₀-C₄₀）、半挥发性有机物等内容的方法试验。同时编写了开题报告和标准草案。

1.2.4 开题论证

2021 年 4 月 25 日，在上海市环境科学学会举行了本标准的开题论证会，论证委员会通过了该标准的开题论证，提出了具体修改意见和建议：修改标准名称为《土壤和沉积物 冻干法制样技术规范》；冻干机类型不设置门槛，尽可能研究和容纳现有各类冻干机；明确冻干机各技术参数；将标准草本附录中部分内容转移到编制说明中；修改开题报告的技术路线图；方法研究部分补充非环境如食品、药品等行业的冻干技术发展现状及操作方法；设计在制样环节加标验证的方案，增加通过加标回收率验证正确度的内容；删除样品采集、保存等与本规范无关的内容。

1.2.5 开展试验研究工作，组织方法验证

专家论证会之后，编制组按照修改后的技术路线开展了进一步的实验室方法性能试验，并进行了不同方法之间的比对实验，在此基础上组织了 6 家实验室验证。编制组对验证数据进行了统计，编写完成了本方法的验证报告。

1.2.6 完成标准征求意见稿和编制说明

2021 年 12 月，编写完成《土壤和沉积物 冻干法制样技术规范》标准征求意见稿和编制说明。

1.2.7 召开征求意见稿技术审查会

2022 年 1 月 12 日，上海市环境科学学会组织专家召开了征求意见稿技术审查会，专家委员会给出了以下修改意见：

(1) 在标准文本中：删除“干扰及消除”内容；增加冻干仪参数的精度要求；附录中的试验数据增加试验条件描述。

(2) 在编制说明中：完善国内环境标准中冻干法的应用进程阐述；对市场上冻干机类型及参数配置情况的叙述改成用表格形式进行对比列举；阐明预冻温度的选择依据；增加对不适用的化合物的限制；将方法比对的测定结果判定方式由 t 检验法修改为相对偏差法。

编制组按照专家意见对征求意见稿标准文本和编制说明进行了修改，修改后提交标准征求意见稿和编制说明。

2 标准制订的必要性分析

2.1 除水制样技术在环境测试领域应用介绍

在进行环境土壤/沉积物测试时，经常需要有除水制样操作步骤。由于需要考虑光照、温度等条件敏感测试组分的损失，除水制样操作需要谨慎进行。当前常用的除水制样技术有风干法、冻干法、干燥剂法。

风干法是在通风良好的室内、在没有阳光直射的条件下常温自然干燥的制样技术。风干后的样品可以长期保存，也可以进行大部分项目的测试，但是对于温度敏感、易挥发的测试项目，则尽量避免使用风干法。例如：氨氮、氰化物等项目测试需要湿样直接测试。

冻干法是利用水的升华原理，将湿物料在较低的温度下冻结成固态，然后在低温和真空条件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。由于冻干法制样温度低、脱水较完全等因素，其应用比较广泛，适用于金属元素测试，也适用于半挥发、难挥发性有机物测试。

干燥剂法则是一种化学干燥技术，是在新鲜的湿样品中直接添加一定量的无水硫酸钠（或硅藻土）干燥剂，在常温条件下无水硫酸钠吸收样品中的水分而变为十水硫酸钠，进而将样品干燥的技术。这种方法需要将湿样品和干燥剂一起搅拌并研磨得很细，直到混合物呈散粒状，需要将干燥剂与样品充分接触，从而最大程度吸收样品中的水分，使样品变得干燥。干燥剂法主要用于半挥发、难挥发性有机物测试。

2.2 风干/冻干/干燥剂法应用优劣势分析

虽然风干法简单易操作，但是制样技术受气候环境影响大，风干时间长且不可控，水分含量不稳定；对很多类型的土壤样品，风干后易结成硬块造成后续研磨及过筛困难，使得制样操作繁琐；相比而言，采用冻干处理后的土壤样品脱水较完全，质地疏松易于研磨及过筛。

干燥剂法属于手工精细操作，工作效率低、质量不稳定（易产生除水不完全的问题），而除水不完全会影响溶剂的萃取效率，有导致测试结果偏低的风险，影响数据准确性。

冻干法除水效果最好，所得样品疏松，易于研磨过筛。由于使用设备制样，结果一致性较好，但不同的冻干设备配置、使用参数的不同可能影响温度敏感组分的测试结果。

不同干燥方式优缺点详细比较见表 1。

表 1 风干/冻干/干燥剂法优缺点比较

影响因素	风干法	干燥剂法	冻干法
设备投入	手工操作，对设备依赖度低，只需要一定面积的场地及空调或除湿设施。	手工操作，无需其它制样设备，前期投入低。	需要设备投资，以及设备的定期维护。
工作环境	受气候环境影响大，风干时间长且不可控。	/	/
工作效率	常需要 3 天及以上的时间，工作效率低。	手工制样，需要精细操作，有些样品研磨困难，人工成本高。	便于批处理，每批制备周期常小于 1 天。
脱水效果	风干后的样品水分含量不稳定。	不同水分含量的样品需要添加不同重量的干燥剂，添加量凭经验。加量过少影响后续萃取效果，过多浪费干燥剂。	脱水完全。
制备后的样品特点	风干后易结成硬块，造成后续研磨及过筛困难，使得制样操作繁琐。	手工操作，质量不稳定。	制样一致性较高，质地疏松，易于研磨及过筛。
结果影响因素	温度/时间：常温下几天的制备时间，不适合温度敏感、易挥发测试项目。	水分含量：除水不彻底，残余水影响测试萃取效率。	温度/真空度：在冻干程序后期，随着样品温度上升，在高真空下可能造成易挥发测试目标物流失。

2.3 冻干技术在环境测试领域实施现状和存在问题

在我国环境测试领域，冻干技术在很多测试标准以及部分技术规范中已经被明确可以使用，但目前尚未有详细的制样规范（表 2），详述如下：

(1) 《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166-2004）和《海洋监测规范 第 5 部分：沉积物分析》（GB 17378.5-2007）分别是土壤和沉积物测试时需遵守的通用标准规范，但是在这两个标准的“样品制备”章节中均只提供了风干法或烘干法制样方式，而对于大量采用冻干法制样的测试标准，这两个标准的“样品制备”部分不适用，同时目前也没有其它制样规范可供参考。同样，农业部《土

壤检测 第1部分：土壤样品的采集、处理和贮存》（NY/T 1121.1-2006）也只提供了风干法制样方式。

国家环境监测总站印发的《土壤样品制备流转与保存技术规定》（总站土字[2018]407号^[1]）、广州地标《建设用地土壤污染防治 第3部分：土壤重金属监测质量保证与质量控制技术规范》（DB 4401/T 102.3-2020）^[2]，均提到可以使用冻干法制样，但缺乏冻干法的详细操作规定。

2020年12月16日发布的《近岸海域环境监测技术规范 第四部分 近岸海域沉积物监测》（HJ 442.4-2020）对元素、有机物测试等均规定可以使用冻干法，也同样没有规定冻干法的详细操作要求。

(2) 目前一部分元素类测试标准允许使用冻干法，SVOC（半挥发性有机物）类的测试标准则大多将冻干法作为可选项之一（见表3），而且有逐渐加强冻干法应用的趋势，特别是国家生态环境部网站2020年12月31日公布的《土壤和沉积物 甲基汞和乙基汞的测定 吹扫捕集气相色谱-冷原子荧光光谱法（征求意见稿）》，考虑到甲基汞的不稳定性，将冻干法作为唯一制样方法；2021年11月15日发布的《土壤和沉积物 13种苯胺类和2种联苯胺类化合物的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》（HJ 1210-2021），也将冻干法作为唯一制样方法。但是上述这些标准或者没有叙述冻干法的制样过程，或者对冻干法制样过程的叙述过于简单。

综合上述信息得出：技术规范文件如HJ/T 166-2004、GB 17378.5-2007、NY/T 1121.1-2006等没有纳入冻干法制样技术，可能是由于发布年代较早，冻干法制样技术普及度不高的原因所致；而近年发布的技术规范文件如总站土字[2018]407号、DB4401/T 102.3-2020、HJ 442.4-2020均已经将冻干法纳入；元素类测试的国家标准均允许使用冻干法；SVOC类的测试标准，2016年以前发布的标准未提及冻干法，2016年以后发布的标准均允许使用冻干法。综上所述，由于近年冻干技术的发展及迅速普及，急需制定一套详细的冻干制样规范，可以为大量冻干法测试标准的样品制备环节提供指导，填补国内环境样品制备技术领域的空白。

表2 土壤/沉积物技术规范/规定汇总

序号	编号	样品基质	测试项目	干燥方式	对冻干法的描述
1	HJ 166-2004	土壤	样品留存或 pH、阳离子交换量等测试	风干	/
			农药或土壤有机质、土壤全氮量等		
			元素		
			挥发性、半挥发性有机物或可萃取有机物	用新鲜样按特定的方法	
2	GB 17378.5-2007	海洋沉积物	重金属：铜、铅、镉、锌、铬、砷、硒	80°C~100°C烘干	/

序号	编号	样品基质	测试项目	干燥方式	对冻干法的描述
			油类、有机碳、有机氯农药及多氯联苯	风干	
3	NY/T 1121.1-2006	土壤	低价铁、铵态氮、硝态氮等	鲜样	/
			pH、盐分、交换性能及有效养分等	风干	
			有机质、腐殖组成、全氮、碳酸钙等		
			元素		
4	总站土字[2018]407号附件2	土壤	水分、pH和阳离子交换量等	风干	在保证不影响目标物测试结果的情况下，可采用冷冻干燥、土壤烘干机等干燥方式
			有机质		
			元素		
			有机污染物	用新鲜样品，按相应分析方法的要求进行样品制备	
5	DB4401/T 102.3-2020	建设用地土壤	重金属	风干	在保证不影响目标物测试结果的情况下，可采用冷冻干燥、土壤烘干机等干燥方式
6	HJ 442.4-2020	近岸海域沉积物	重金属	80°C~100°C烘干，或冻干	简单提及“可采用直接冻干的方式处理”
			汞	冻干、40°C~60°C烘干或湿样直接测定	
			有机物、总磷、总氮	风干或冻干	
			其他项目	冻干、自然风干和加热烘干，或湿样直接测定	

表3 常见土壤/沉积物涉及冻干法的测试标准汇总

测试领域	标准编号	样品基质	测试项目	干燥方式
金属元素	GB/T 17134-1997	土壤	砷	风干或冻干
	GB/T 17135-1997	土壤	砷	风干或冻干
	GB/T 17136-1997	土壤	汞	风干或冻干
	GB/T 17137-1997	土壤	铬	风干或冻干
	GB/T 17138-1997 (被HJ491-2019替代)	土壤	铜、锌	风干或冻干
	GB/T 17139-1997 (被HJ491-2019替代)	土壤	镍	风干或冻干

测试领域	标准编号	样品基质	测试项目	干燥方式
	GB/T 17140-1997	土壤	铅、镉	风干或冻干
	GB/T 17141-1997	土壤	铅、镉	风干或冻干
	HJ 1082-2019	土壤和沉积物	六价铬	风干或冻干
	HJ 491-2019	土壤和沉积物	铜、锌、铅、镍、铬	风干
有机测试 (SVOC类)	HJ 703-2014	土壤和沉积物	酚类	干燥剂脱水
	HJ 743-2015	土壤和沉积物	多氯联苯	风干, 干燥剂脱水
	HJ 783-2016	土壤和沉积物	有机物的提取	风干, 冻干, 干燥剂脱水
	HJ 784-2016	土壤和沉积物	多环芳烃	干燥剂脱水, 冻干
	HJ 805-2016	土壤和沉积物	多环芳烃	干燥剂脱水, 冻干
	HJ 834-2017	土壤和沉积物	SVOC	自然干燥(不影响分析目的时适用)、冻干、干燥剂脱水
	HJ 835-2017	土壤和沉积物	有机氯农药	自然干燥(不影响分析目的时适用)、冻干、干燥剂脱水
	HJ 952-2018	土壤和沉积物	多溴二苯醚	干燥剂脱水, 风干、冻干
	HJ 1021-2019	土壤和沉积物	石油烃(C ₁₀ -C ₄₀)	干燥剂脱水, 冻干
	HJ 1023-2019	土壤和沉积物	有机磷农药, 拟除虫菊酯	干燥剂脱水, 含水量高时使用冻干脱水
	HJ 1052-2019	土壤和沉积物	11种三嗪类农药	冻干或干燥剂脱水
	HJ 1053-2019	土壤和沉积物	8种酰胺类农药	冻干或干燥剂脱水
	GB/T 39234-2020	土壤	6种邻苯二甲酸酯	冻干
	HJ 1184-2021	土壤和沉积物	6种邻苯二甲酸酯	冻干或干燥剂脱水
	HJ 1210-2021	土壤和沉积物	13种苯胺类和2种联苯胺	冻干

3 国内外相关分析方法研究

3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究

国外环境检测领域冻干法制样的通用方法, 只见到《Soil quality-Pretreatment of samples by freeze-drying for subsequent analysis》(ISO 16720-2005)^[3], 是土壤冻干制样的专用标准。这个标准使用了带温控功能和不带温控功能(对样品的温控)的两种冻干设备, 对冻干程序制定了一些原则性的要求, 虽然能够提供一些指导意义, 但是不够详细。

在欧洲, ISO 16720被直接采用为EN ISO 16720, 并在其制样指南《Sludge, treated biowaste and soil-Guidance for sample pretreatment》(EN 16179-2012)^[4]中, 对冻干法制样要求直接引用EN ISO 16720。

在美国EPA标准体系中未见冻干法的制样标准，美国地质勘探局（USGS）标准《Methods for the Preparation and Analysis of Solids and Suspended Solids for Methylmercury》（USGS Method 5 A-7）^[5]是关于固体和悬浮固体中甲基汞的制备和分析方法，里面提及可以用冻干法制样，也没有详细描述冻干的要求。

3.2 国内相关分析方法研究

3.2.1 国内分析方法现状

如前文所述，国内早年发布的技术规范类文件没有提及冻干法制样技术，而近年发布的技术规范类文件均已经明确可以使用冻干法制样技术。元素类测试的国家标准均允许使用冻干法，而SVOC类的测试标准，由于绝大多数标准是近几年发布，标准中越来越强调冻干法制样技术的使用，但是至今缺乏详细的冻干制样规范。

3.2.2 半挥发性有机物测试目标物研究

如前文所述，在样品的干燥处理过程中，需要规避温度敏感、易挥发测试目标物的损失。与目标物损失相关的因素主要是目标物本身的性质，如极性、沸点、易挥发性，以及目标物与样品的结合性等因素有关。元素类各测试目标组分沸点均比较高，普遍不易挥发损失，而各类半挥发性有机物测试方法及需要测试的目标物众多，各测试目标物沸点差异非常大，整理出这些目标物及沸点，对后续的各种除水制样技术的选择，可以提供比较直观的指导意义。

表4~表15列出了各测试方法及各测试目标物的估算沸点。

表 4 半挥发性有机物筛查方法测试目标组分汇总 (HJ 834-2017)

组分名称	沸点(°C)	组分名称	沸点(°C)
二(2-氯乙基)醚	178.5	N-亚硝基二甲胺	153
二(2-氯异丙基)醚	187	N-亚硝基二正丙胺	206
4-氯苯基苯基醚	284	4-氯苯胺	232(见表 8)
4-溴二苯基醚	305	2-硝基苯胺	284
二(2-氯乙氧基)甲烷	218.1	3-硝基苯胺	306(见表 8)
1,3-二氯苯	173	4-硝基苯胺	332(见表 8)
1,4-二氯苯	174.1	苯酚	182(见表 7)
1,2-二氯苯	180.5	2-氯苯酚	175(见表 7)
1,2,4-三氯苯	221	2-甲基苯酚	191(见表 7)
六氯苯	332	4-甲基苯酚	202(见表 7)
2-氯萘	256	2-硝基苯酚	215(见表 7)
六氯丁二烯	237	4-硝基苯酚	279(见表 7)
六氯乙烷	186	2,4-二甲基苯酚	211(见表 7)
六氯环戊二烯	239	2,4-二氯苯酚	209(见表 7)
硝基苯	210.9	4-氯-3-甲基苯酚	235(见表 7)
2,6-二硝基甲苯	313.6	2,4,6-三氯苯酚	246(见表 7)
2,4-二硝基甲苯	300	2,4,5-三氯苯酚	248(见表 7)
异佛尔酮	215.3	2,4-二硝基苯酚	312(见表 7)
2-甲基萘	241	4,6-二硝基-2-甲基苯酚	196(见表 7)
二苯并呋喃	287	五氯苯酚	310(见表 7)
偶氮苯	293	6种邻苯二甲酸酯	见表 13
咔唑	355	16种 PAHs	见表 6

表 5 石油烃 (C₁₀-C₄₀) 测试目标组分汇总 (HJ 1021-2019)

组分名称	沸点(°C)	组分名称	沸点(°C)
nC ₁₀	174	nC ₁₅	270
nC ₁₁	196	nC ₁₆	287
nC ₁₂	215	nC ₁₇	302
nC ₁₃	234.5	nC ₁₈	317
nC ₁₄	253.5	nC ₁₉ ~nC ₄₀	随碳数增加, 沸点规律性提高

表 6 多环芳烃类测试目标组分汇总 (HJ 805-2016, HJ 784-2016)

组分名称	沸点(°C)	组分名称	沸点(°C)
萘	218	苯并[a]蒽	437.6
萘烯	275	苯并[k]荧蒽	480
萘	279	苯并[b]荧蒽	481
芴	298	蒽	448
菲	336	苯并[a]芘	495
蒽	340	二苯并[a,h]蒽	524
荧蒽	384	茚并[1,2,3-cd]芘	536
芘	393	苯并[g,h,i]芘	550

表 7 酚类化合物测试目标组分汇总 (HJ 703-2014)

组分名称	沸点(°C)	组分名称	沸点(°C)
苯酚	182	2,4,6-三氯酚	246
2-氯酚	175	2,4,5-三氯酚	248
邻甲酚	191	2-甲基 4,6-二硝基酚	196
间甲酚	203	2,3,4,6-四氯苯酚	267.7
对甲酚	202	2,3,5,6-四氯苯酚	261
2-硝基酚	215	2,3,4,5-四氯苯酚	331.6
4-硝基酚	279	五氯酚	310
2,4-二甲酚	211	2,4-二硝基苯酚	312
2,4-二氯酚	209	地乐酚	382.9
2,6-二氯酚	219	2-环己基-4,6-二硝基酚	320.9
4-氯-3-甲酚	235	/	

表 8 苯胺类和联苯胺类化合物测试目标组分汇总 (HJ 1210-2021)

组分名称	沸点(°C)	组分名称	沸点(°C)
苯胺	184	2-甲氧基苯胺	225
2-甲基苯胺	199	N-亚硝基二苯胺	268
4-甲基苯胺	200	3-硝基苯胺	306
3-甲基苯胺	203	2-萘胺	306
2,6-二甲基苯胺	216	4-硝基苯胺	332
2,4-二甲基苯胺	218	3,3'-二氯联苯胺	399

3-氯苯胺	230.5		联苯胺	402
4-氯苯胺	232		/	

表 9 有机氯农药类测试目标组分汇总 (HJ 835-2017)

组分名称	沸点(°C)		组分名称	沸点(°C)
六六六($\alpha, \beta, \gamma, \delta$ 四个异构体)	373.7		p,p'-DDD	405.7
六氯苯	324.5		p,p'-DDE	383.1
七氯	458.9		p,p'-DDT	416.2
艾氏剂	384.9		o,p'-DDT	409.6
环氧化七氯	503.9		甲氧滴滴涕	436.2
氯丹 (α, γ 二个异构体)	424.7		硫丹硫酸酯	480.7
硫丹 (α, γ 二个异构体)	449.7		异狄氏剂醛	435.2
狄氏剂	416.2		异狄氏剂酮	496.1
异狄氏剂	416.2		灭蚊灵	419.1

表 10 三嗪类农药类测试目标组分汇总 (HJ 1052-2019)

组分名称	沸点(°C)		组分名称	沸点(°C)
扑灭通	282.4		莠灭净	396.4
西玛津	329.5		扑灭津	368.7
莠去通	350.9		特丁津	373.1
西草净	312.8		扑草净	309.6
阿特拉津	368.5		去草净	401.1
仲丁通	365.4		/	

表 11 酰胺类农药类测试目标组分汇总 (HJ 1053-2019)

组分名称	沸点(°C)		组分名称	沸点(°C)
甲草胺	404		丁草胺	442
乙草胺	391.5		异丙甲草胺	411
丙草胺	442.0		杀草丹	350.5
异丙草胺	399.3		敌稗	369.9

表 12 有机磷类和拟除虫菊酯类等农药测试目标组分汇总 (HJ 1023-2019)

组分名称	沸点(°C)	组分名称	沸点(°C)
敌敌畏	176.8	马拉硫磷	385.1
速灭磷	243.4	对硫磷	375
甲拌磷	296.0	育畜磷	333.2
内吸磷	299.6	甲拌磷砒	397.4
倍硫磷	310	倍硫磷砒	419.2
乐果	310.3	灭蚜磷	421.4
虫线磷	310.2	丙硫磷	397.8
灭克磷	310.2	脱叶亚磷	380.3
二嗪农	315.9	杀虫畏	399.5
治螟磷	318.7	地胺磷	345.6
安硫磷	317.8	三硫磷	398.4
乙拌磷	330.8	丰索磷	386.6
甲基对硫磷	334.7	溴苯磷	444.4
皮蝇磷	344.7	苯硫磷	434.5
毒壤磷	372.0	吡唑硫磷	454
增效醚	396.2	蝇毒磷	449.9
毒死蜱	375.9	粉锈宁	441.9
反式丙烯菊酯	386.8	甲氰菊酯	483.6
氯菊酯	465.9	除虫菊酯	421.7
胺菊酯	468.7	顺式氯氟氰菊酯	496.3
联苯菊酯	453.2	氯氰菊酯	511.3
硫丹硫酸酯	480.7	溴氰菊酯	535.8
溴螨酯	504.5	氰戊菊酯	538.9
氟虫腈	510	/	

表 13 邻苯二甲酸脂类化合物测试目标组分汇总 (GB/T 39234-2020, HJ 1184-2021)

组分名称	沸点(°C)
邻苯二甲酸二甲酯 (DMP)	282.7
邻苯二甲酸二乙酯 (DEP)	298
邻苯二甲酸二正丁酯 (DBP)	340
邻苯二甲酸丁基苄基酯 (BBP)	370
邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯 (DEHP)	386
邻苯二甲酸二正辛酯 (DNOP)	380

表 14 多氯联苯类化合物测试目标组分汇总 (HJ 743-2015)

组分名称	沸点(°C)
三氯联苯	334.4
四氯联苯	374.9
五氯联苯	412.3
六氯联苯	447
七氯联苯	479.4

表 15 多溴二苯醚类化合物测试目标组分汇总 (HJ 952-2018)

组分名称	沸点(°C)
三溴二苯醚	372.0
四溴二苯醚	412.6
五溴二苯醚	434.2
六溴二苯醚	453.2
七溴二苯醚	495.3
十溴二苯醚	572.3

3.3 文献资料研究

已有不少文献报导了用不同制样方式测试 Hg、PAHs 等温度条件敏感组分, 所得结果统计大多可以证明冻干法具有的数据优势, 也有文献探讨了干燥剂法造成的结果偏低的理论根源, 具体如下:

(1) 汞是少见的易挥发重金属元素, K. Schlüter[6]论述了土壤中汞的成因及蒸发机制, 指出挥发性汞 [Hg(0) 和/或 (CH₃)₂Hg] 主导了土壤中汞的蒸发: Hg(0) ≈ (CH₃)₂Hg >>> CH₃HgCl > Hg(OH)₂ > CH₃HgOH > HgCl₂。土壤物理特性 (如土壤孔隙的形状、大小和分布)、土壤化学特性 (土壤成分对挥发性汞组分的吸附亲和力) 和气象条件 (气温、气压) 均影响挥发性汞在土壤中的迁移, 在有效汞含量高和微生物活性高的土壤中, 有利于生物还原汞至易挥发态 Hg(0)。

Maria Hojdová 等人^[7]论述了样品干燥方式对土壤中汞含量的影响, 指出在较高温度下干燥时会损失挥发性汞。与冷冻干燥相比, 自然风干 (25°C) 和烘干 (105°C) 的土壤中 Hg 的含量均呈系统降低趋势, 其中自然风干最为显著, 降低了 24%, 主要与自然干燥持续时间较长, 土壤中的微生物活动导致 Hg 含量的损失有关。

(2) Wolfgang Wilcke 等人^[8]比较了自然风干、冷冻干燥和鲜样三种制样方式对不同土壤中 PAHs 和 PCBs 含量的影响,指出冷冻干燥制样方式对结果影响较小,受土壤水分含量及难以均质化等的影响,鲜样提取的复现性较差。

Darren J. Beriro 等人^[9]研究了不同物理处理方式对土壤样品中多环芳烃定量的影响。结果表明,干燥技术的选择对低分子量多环芳烃浓度有显著的统计影响,冻干法所得结果较高。

何坤等^[10]研究了不同干燥方式处理下农田土壤中 PAHs 总量回收率差异显著,经冻干处理后的总量回收率要高于风干处理的总量回收率,其 PAHs 各单体结果也呈相同规律。

(3) 张乃明主编的《环境土壤学》^[11]阐述了土壤微观结构由里到外分别为矿物质颗粒、结合态腐殖质层、吸附水层。另外根据 Janusz Pawliszy^[12]对萃取原理的热力学和动力学理论阐述,可以推断土壤样品含水层的存在会明显影响萃取效果与效率。

另外,《Soil quality-pretreatment of samples for determination of organic compounds》(ISO 14507-2003)^[13]对干燥剂法怎样尽可能脱除样品中的水分做了较为严格的规定,不同于中国环境分析标准普遍采用的干燥剂法手工研磨样制样方式,而是需要在样品中加入干燥剂后,在 10°C 的低温下混合并静置 12h~16h,前 4h 需要剧烈振摇避免结块,之后将含有干燥剂的样品用粉碎机在液氮条件下粉碎并混匀。并指出按照这种处理程序,土壤更容易接触干燥剂,分析结果会高于未处理样品的结果。

3.4 不同领域冻干应用研究及冻干机标准化研究

冻干技术是在第二次世界大战期间,因大量需要血浆及青霉素等医疗用品而发展起来的,至今生物制药也是冻干技术最主要、最复杂的应用领域。在生物制药领域,由于要保持冻干后的生物活性而采取了很多特殊的技术如添加保护剂、赋形剂等技术工艺,由于生物制药和环境测试中冻干应用的目的、特点等均不相同,因此生物制药的冻干技术很少能够供环境测试借鉴。而食品加工领域也主要是应用冻干工艺在低温、高真空条件下营养物质不易氧化、生物活性不变、外观色泽均匀、形态饱满、结构牢固、残余水分低的特点。另外,生物制药、食品加工等这些领域虽然冻干技术应用普遍,但是由于各种原因的限制,均没有冻干应用方面的标准,甚至在很多情况下属于“配方及工艺保密”的状况。

我国从上世纪五十年代起开始应用冻干技术,并且开始模仿国外冻干机自行制造。就实验用冻干机而言,根据样品的预冻方式及加热方式不同,目前市场上至少存在五种不同配置方式,见表 16。

按照最核心的冻干补热方式划分,分为二种类型:一种是能够给样品升华时提供热量、以维持升华温度的补热型冻干机;另一种是没有补热功能,单纯靠实验环境温度提供热量的非补热型冻干机。

按照有无样品预冻功能及预冻方式，这两类冻干机又分为不同的配置类型，其中“原位预冻”是指在同一仓室内实现样品预冻/升华双重功能的冻干机；“非原位预冻”是指虽然有预冻功能，但是预冻/升华在不同仓室内完成，样品预冻在冷阱内完成，预冻后需要人工将样品转移至升华仓。

表 16 实验用冻干机分类

冻干机类型	类型序号	有无样品预冻功能		有无样品加热功能
		原位预冻	非原位预冻	
非补热型	1	无		无
	2	/	有	
补热型	3	无	无	有
	4	/	有	
	5	有	/	

冻干机的标准化工作至今不完善，目前只有制药机械行业标准《药用真空冷冻干燥机》（JB/T 20032-2012）^[4]，这个标准所规定的冻干机仅为原位预冻-补热型冻干机，是生产用冻干机，可给我们提供部分借鉴意义。

4 标准制定的基本原则和技术路线

4.1 标准制定的基本原则

本规范依据《生态环境标准管理办法》（生态环境部令第 17 号）、《国家生态环境标准制修订工作规则》（国环法规 [2020] 4 号）、《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》（GB/T 1.1-2020）、《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》（GB/T 20001.4-2001）、《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）及《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的要求而编制。满足相关环保标准和环保工作的要求，确保方法标准的科学性、先进性、可行性和可操作性。标准制订遵循的基本原则如下：

(1) 方法的检出限和测定范围满足相关环保标准和环保工作的要求

本方法作为通用制样规范，仅规范冻干制样工作细节，后续的样品消解或萃取、净化、浓缩、测试等工作遵照各个已发布的可以使用冻干法的方法。这些方法的检出限和测定范围均满足相关环保标准和环保工作的要求。

(2) 方法准确可靠，满足各项方法特性指标的要求。

冻干法已经被诸多测试标准列为除水制备方法，在此基础上进一步规范冻干法的具体要求和注意事项，完善冻干设备的实验参数，将对各相关测试标准的数据准确性、可靠性产生积极的影响。

(3) 方法具有普遍适用性，易于推广使用。

冻干法的关键设备是真空冻干机，为市场成熟设备，广泛应用于医药、食品等生产领域，实验室检测用冻干机也非常成熟，目前国内外厂商生产的品牌型号非常多，有充足的选择余地，各级环境监测实验室及第三方环境监测实验室配备比较普遍。

4.2 标准制定的技术路线

本规范的方法研究技术路线见图 1。

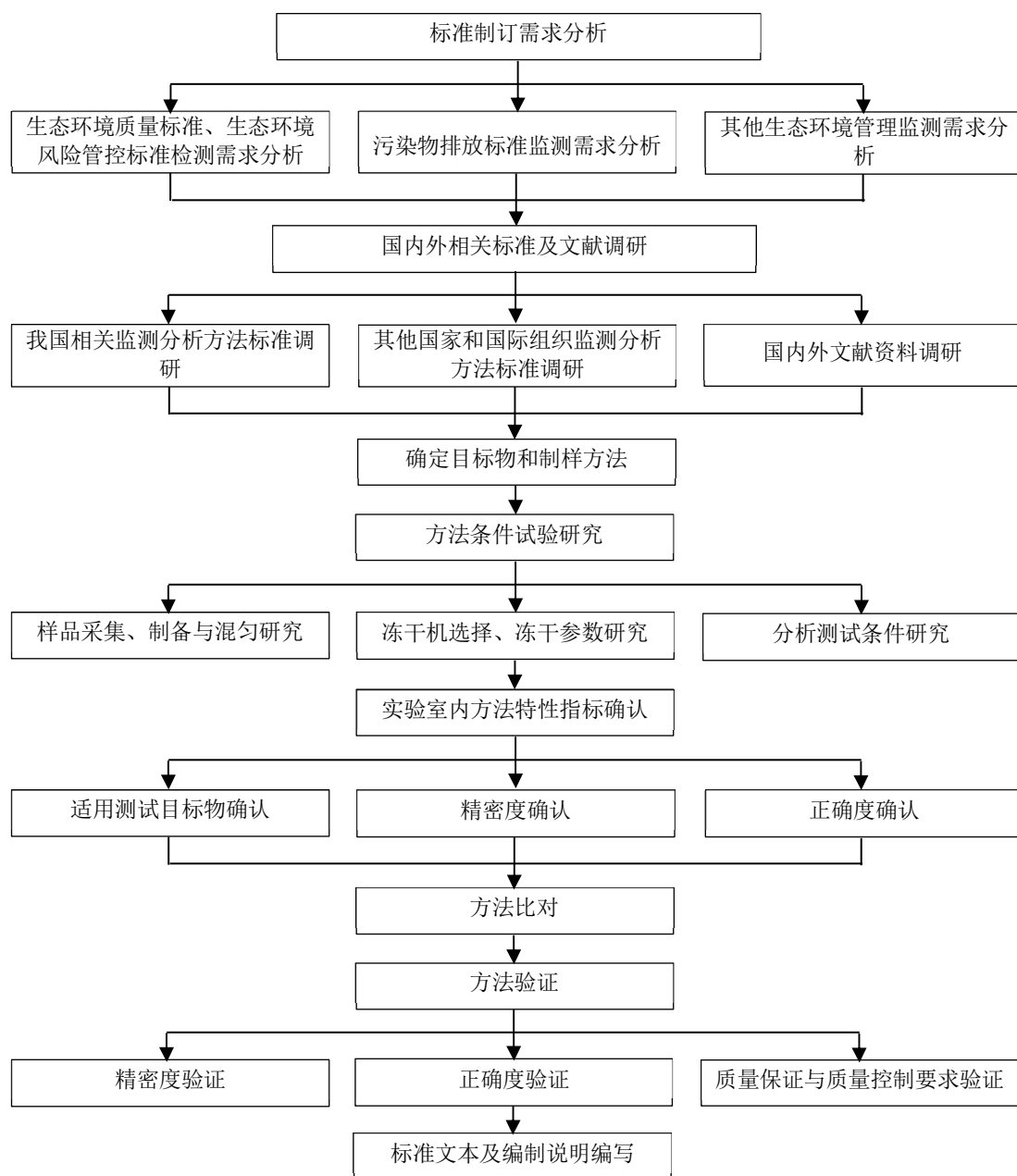


图 1 标准制定技术总体路线图

5 方法研究报告

5.1 方法研究的目标

(1) 研究土壤和沉积物样品需要干燥处理的测试中，适用于在真空冷冻干燥条件下被认为不挥发或半挥发的元素或有机化合物。

(2) 通过实验和方法验证，明确冻干法的影响因素，确定方法的可行性和适用性。

(3) 本规范是专门的冻干法制样文本，通过试验证明本方法与传统经典除水方法（风干法、干燥剂法）结果的比较，包括精密度、准确度。

5.2 方法原理

5.2.1 冻干原理及关键热力学参数研究

由图 2 可知，水的三相点是水的气、液、固三相共存的温度、压强平衡点，这一点的温度为 273.16 K (0.01 °C)，压强为 611.73 Pa，在低于三相点时，若给以足够的热量（即升华潜热），固态的冰可以直接升华为气态的水蒸汽溢出，而不经转化为液态水的过程。气-固平衡曲线（低于三相点时）和气-液平衡曲线（即水的沸点曲线，高于三相点时）是水的气化平衡点集，因此了解气化平衡参数对冻干工艺参数的设置具有指导意义。目前市场上多数真空冻干机的理论空载真空度可以达到 1 Pa，其气-固平衡温度对应为约-60 °C，而在冻干程序的解析干燥阶段，样品温度将会上升至三相点所对应的温度以上直至室温，因此表 17 列出了水/冰从-60 °C至 30 °C温度的饱和蒸汽压（气-固/液-固平衡曲线）表供参考。

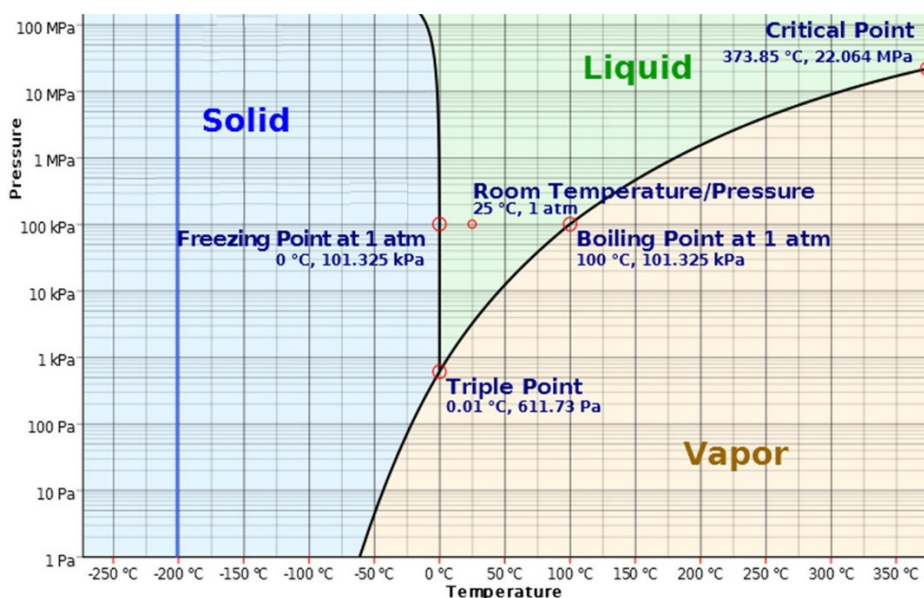


图 2 水的三相图—真空冷冻干燥原理

表 17 水/冰的饱和蒸汽压（气固/液固平衡曲线）的温度-压强对应表

温度 (°C)	饱和蒸汽压 (Pa)	温度 (°C)	饱和蒸汽压 (Pa)	温度 (°C)	饱和蒸汽压 (Pa)	温度 (°C)	饱和蒸汽压 (Pa)
-60	1.1	-37	18.0	-14	181.4	9	1148.2
-59	1.2	-36	20.1	-13	198.6	10	1228.1
-58	1.4	-35	22.4	-12	217.6	11	1312.9
-57	1.6	-34	25.0	-11	237.9	12	1402.7
-56	1.8	-33	27.8	-10	259.9	13	1497.9
-55	2.1	-32	30.9	-9	284.1	14	1598.8
-54	2.4	-31	34.3	-8	310.1	15	1705.6
-53	2.7	-30	38.1	-7	338.5	16	1818.5
-52	3.1	-29	42.3	-6	368.6	17	1938.0
-51	3.5	-28	47.9	-5	401.6	18	2064.4
-50	3.9	-27	51.9	-4	437.2	19	2197.8
-49	4.5	-26	57.3	-3	475.6	20	2338.8
-48	5.0	-25	63.5	-2	517.2	21	2487.7
-47	5.7	-24	70.1	-1	562.1	22	2644.7
-46	6.4	-23	77.3	0	611.3	23	2810.4
-45	7.2	-22	85.3	1	657.2	24	2985.0
-44	8.1	-21	94.0	2	706.1	25	3169.0
-43	9.1	-20	102.1	3	758.1	26	3362.9
-42	10.2	-19	113.8	4	813.6	27	3567.0
-41	11.5	-18	125.2	5	872.6	28	3781.8
-40	12.9	-17	137.4	6	935.4	29	4007.8
-39	14.4	-16	150.9	7	1002.1	30	4245.5
-38	16.1	-15	165.4	8	1073.0	/	

土壤/沉积物样品是含水、土质、有机质、无机盐、污染物等的混合物，其冻结温度与纯水的冻结温度不一致，并且往往呈现为一个温度范围，即共晶区温度，物料中水分接近完全冻结成冰晶时的临界温度为共晶点。编制组调研了中国各地部分典型的土壤/沉积物的常压下的共晶点温度，如表 23。

5.2.2 真空冻干机工作过程研究

真空冻干机由制冷系统、真空系统、加热系统、控制系统组成。主要部件为干燥箱、捕水冷凝器（冷阱）、冷冻机组、真空泵，样品加热/冷却系统等。其中有些类型的冻干机（如非补热型）只有冷阱所需的冷冻机组，并不配备样品加热/冷却系统，而配备样品加热/冷却系统的冻干机通过对样品搁板的加热/制冷等程序控制，调节样品的升华速率以及样品的温度。

冻干工艺包括预冻、升华和解析干燥三个阶段。预冻阶段是将样品冻结的过程，如上文所述，土壤/沉积物样品是混合物料，其冻结温度呈现为一个温度范围。冻结温度要求过低则在冻干工作中造成能源不必要的浪费，同时延长了冻干周期。因此能够保证在样品的共晶区以下的温度下保持一定时间，实现样品全部冻结即可。同时，慢冻比速冻形成的冰晶大，更利于升华^[15]。

在真空及低温下，冰在其饱和蒸汽压大于环境的水蒸气分压时开始升华。捕水冷凝器比样品温度更低，捕水冷凝器的温度通常在 $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下，而样品温度常在 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ~ $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右，造成冰在这两个区域出现饱和蒸汽压强差（ $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 与 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 对应的饱和蒸汽压分别为 3.9 Pa 与 102.1 Pa ），样品升华出的水蒸气向冷凝器区域迁移，被冷凝器捕获。气体分子在两次连续碰撞之间所走的距离为平均自由程，与压强成反比。在真空下，水分子的平均自由程很大，使得升华速度很快，从样品中升华出的水蒸气定向被捕水冷凝器捕集，形成了定向的蒸汽流。

冰的升华需要吸收大量的热能，如果升华过程不供给热量，则会造成样品的温度持续降低，直至其温度与捕水冷凝器温度一致后，升华也就趋于停滞了。为了保持升华与冷凝器的温度差，必须对样品提供热量。对于补热型冻干机，热量是通过搁板加热来实现的，而对于非补热型冻干机，热量是通过冻干机干燥仓外的环境辐射热量补充的。

对于补热型冻干机，在主升华阶段，搁板加热温度比较高，而样品温度很低，例如搁板加热温度为 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，而样品由于稳定的升华吸热，其温度维持在 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ~ $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。随着样品自外而内层层干燥，样品中水分逐渐减少，升华吸热会逐渐降低，样品温度会缓慢上升。

至观察不到冰晶的存在时，升华阶段结束，进入解析干燥阶段。通常这个阶段的样品温度会加速升高至高于 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上，需要严格控制搁板温度，以免易挥发组分的损失。控制样品在尽可能低的温度下维持一段时间，将样品中的残余游离水进一步去除后，结束冻干程序。典型的补热型冻干工艺参数曲线图如图3。

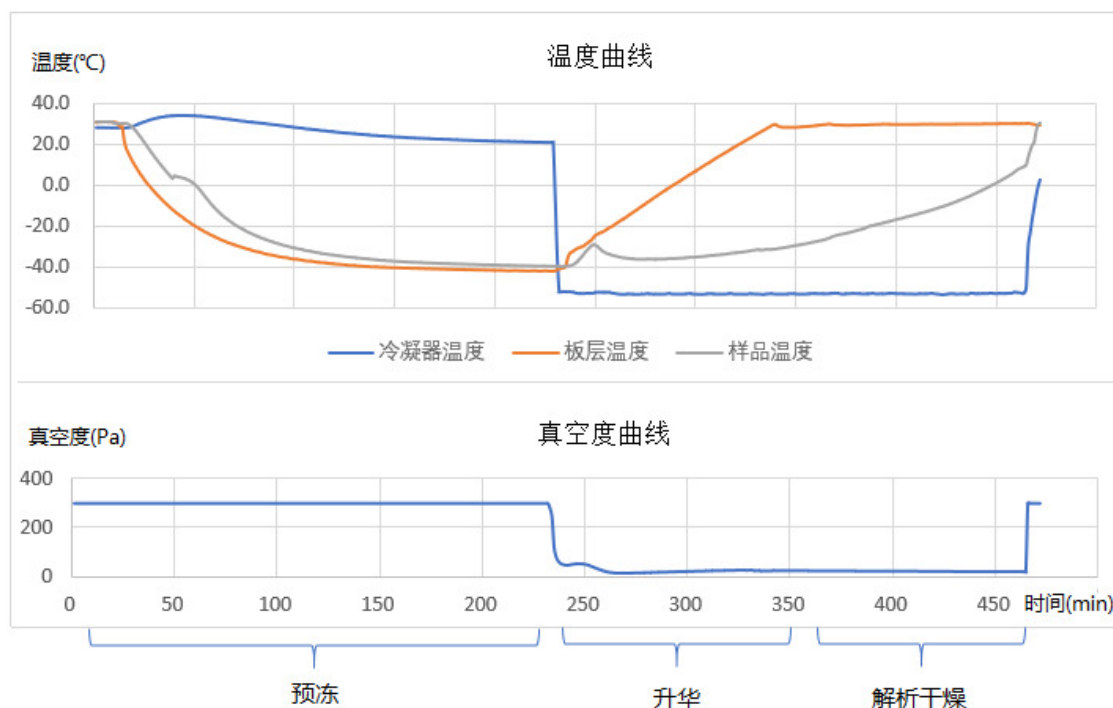


图3 冻干参数曲线图

5.3 试剂和材料

本规范为一种通用的样品除水制备方法，本身不需要试剂和材料，而后续的测试各环节所需试剂和材料见各相关标准或规范。

5.4 仪器和设备

5.4.1 仪器和设备要求

补热型冻干机：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。

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。

样品预冻冰箱或冰柜，用于没有样品预冻功能的冻干机的样品预冻处理，制冷温度 $\leq -18^{\circ}\text{C}$ 。若使用无霜冰箱或冰柜，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 $\leq -18^{\circ}\text{C}$ 。

样品盘，用于冷冻干燥过程中盛装样品，样品盘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；对于补热型冻干机，需要保证样品盘为平底、能够与样品层板充分接触，以利于高效传热。

5.4.2 冻干机类型的选择

确定两种原理的冻干机。如前文 3.4 所述，按照补热原理区分，目前市场上供测试用的冻干机有二种类型：补热型冻干机和非补热型冻干机。前者比后者冻干时间更少、批处理量更大、效率更高。由于后者价格低廉、占地面积小，在不追求样品批处理量的研究型单位配备非常普遍，而前者在要求批处理量较大的检测单位非常适用。因此本规范需要吸纳这两种冻干机，需要对这两种冻干机的工作参数进行验证。

5.5 样品

5.5.1 样品采集和保存

土壤、沉积物样品分别按照 HJ/T 166-2004、GB 17378.3-2007 标准采集及保存。

5.5.2 干物质含量和含水率的测定

冻干后的样品还需要测试干物质含量和含水率，土壤样品按照《土壤 干物质和水分的测定 重量法》（HJ 613-2011）执行，沉积物样品按照 GB 17378.5 执行。

5.6 制样步骤

5.6.1 冻干机最佳工作参数的选择与确定

5.6.1.1 冻干机性能参数研究

表 18 列出了冻干机的主要性能参数，其中“可调参数”是指在冻干机工作中可以调整和优化了的参数，除“可调参数”之外的其它参数均不可以调整，即冻干机本身的固有性能参数。

表中只有一个“板层温度”是可调参数，这个参数是补热型冻干机专有的参数。非补热型冻干机没有可以调整的工作参数，在工作中，只要掌握好冻干后取出样品的时机就可以了。

表 18 冻干机主要功能参数

序号	参数类型		不同类型冻干机参数区别	
	参数名称	是否可调	非补热型	补热型
1	冻干面积	×	√	√
2	捕水能力	×	√	√
3	冷阱温度	×	√	√
4	冷阱降温速度	×	√	√
5	极限真空度	×	√	√
6	真空抽气速度	×	√	√
7	板层温度	√	×	√
8	板层降温速度 ^a	×	×	√

^a 此参数代表冻干机的预冻降温能力。

5.6.1.2 冻干机预冻能力研究

对于有预冻能力的冻干机，其对样品的预冻能力是和预冻时的样品负载量有关系的，负载越大，预冻时间越长。编制组选取了有代表性的补热型冻干机（型号 Pilot10-15E）和非补热型冻干机（型号 LGJ-18）进行测试，其中 Pilot10-15E 是通过样品板层降温进行预冻，LGJ-18 是将样品放在冷阱内进行预冻。试验不同样品负载量，其中包括最大负载量和一个几乎不影响设备自身性能的小负载量，分别测试板层/冷阱和样品分别达到典型的冷冻温度所需要的时间，见表 19 和表 20。得到如下结论：预冻时间随样品处理量增长会缓慢加长，但可以在 3 小时内完成预冻。

表 19 Pilot10-15E 冻干机预冻能力测试表

装样量(kg)	板层降温所需时间(min)		样品预冻所需时间(min)		样品类型
	至-18℃	至-30℃	至-18℃	至-30℃	
0.15	30	60	60	90	土壤
0.3	30	60	60	90	
0.6	45	85	80	110	
15	60	105	100	130	
0.15	20	40	70	95	沉积物
0.3	25	45	85	115	
0.6	35	50	100	130	
15	45	70	110	135	

表 20 LGJ-18 冻干机预冻能力测试表

装样量(kg)	冷阱降温所需时间(min)		样品预冻所需时间(min)		样品类型
	至-18℃	至-30℃	至-18℃	至-30℃	
0.05	3	4	40	50	土壤
0.4	3	4	70	85	
0.9	3	4	85	105	
2.5	3	4	120	145	
0.05	2	3	25	35	沉积物
0.4	3	4	70	83	
0.9	3	4	80	100	
2.5	3	4	145	170	

5.6.1.3 冻干机冻干能力研究

冻干机的冻干能力，也和样品负载量有关系，依然使用 5.6.1.2 中的冻干机及样品负载量进行冻干实验，规定样品升温至 10℃时取出样品，测试数据见表 21~表 22。通过这 2 组数据观察到，冻干时间和样品负载量呈显著正相关性，装样量增长时，冻干时间明显加长。得到如下结论：冻干机的冻干时间随样品负载量增长显著加长，从几小时至二十几小时不等。

表 21 Pilot10-15E 冻干机冻干能力测试表

装样量(kg)	至 10°C的冻干时间 ^a (h)	补充信息		
		补热温度(°C)	样品初水分含量/ 含水率 ^b (%)	土壤类型
0.15	3.3	30	20	黏土
0.3	4			
0.6	6			
15	13			
0.15	9	30	30	沉积物
0.3	11			
0.6	13			
15	14			

^a 不包括预冻时间。

^b 为方便比较，水分含量/含水率统一按照 GB 17378.5-2007 测试。

表 22 LGJ-18 冻干机冻干能力测试表

装样量(kg)	至 10°C的冻干时间 ^a (h)	补充信息	
		样品初水分含量/含水 率 ^b (%)	土壤类型
0.05	4.5	22	黏土
0.4	10.5		
0.9	13.5		
2.5	16		
0.05	4	30	沉积物
0.4	11.5		
0.9	14		
2.5	22		

^a 不包括预冻时间。

^b 为方便比较，水分含量/含水率统一按照 GB 17378.5-2007 测试。

5.6.1.4 样品预冻温度选择

使用不同的土壤、沉积物样品，获取共晶点信息，以确定最佳预冻温度。根据对国内部分地区典型的土壤/沉积物常压下的共晶点的调研（见表 23），发现共晶点集中在 0°C~3°C 区间，与水的冰点差异不大。

只有在样品的共晶点温度之下进行预冻，才可以使样品充分冻结。预冻温度与共晶点温度差值过小，会显著延长预冻时间。而预冻温度过低，则会增加冻干机运行能耗。对于没有预冻功能的冻干机，需要额外配备冰箱或冰柜完成样品预冻，市售的带有“三星级室”或“四星级室”冰箱或冰柜的冷冻温度参数是 $\leq -18^{\circ}\text{C}$ ^[16]，完全可以满足土壤、沉积物样品的预冻要求。对于有预冻功能的冻干机，如前文的表 16 所示，分为“非原位预冻”和“原位预冻”两种。前者在冻干机的冷阱内完成样品预冻，冷阱的温度一般在 -50°C 以下而且不可调，因此预冻温度是受冷阱温度制约的；后者是通过样品层板降温进行预冻的，板层的预冻温度是可调的。因此综合以上各因素，只要样品实现真正的冻结，在本规范中确定一个预冻温度最高阈值即可， -18°C 可以作为本规范共用的预冻温度最高设定值，具体的预冻温度可根据不同的冻干机特点灵活掌握。

表 23 常压下测得的典型土壤/沉积物共晶点及有机碳含量

序号	土壤/沉积物类型（取样区域）	共晶点($^{\circ}\text{C}$)	有机碳(%)
1	近海沉积物（渤海天津海岸段）	-3.0	25.1
2	湖泊沉积物（天津团泊水库）	-1.0	213
3	湖泊沉积物（重庆翠云湖）	-1.0	8.95
4	河流沉积物（粗砂，重庆长江段）	-0.8	12.2
5	农田黏土（天津静海区）	-2.2	28.2
6	农田红黄土（贵州六盘水市）	-1.6	5.94
7	农田沙土（厦门翔安区）	-1.5	9.52
8	农田黑土（黑龙江大兴安岭）	-2.5	214
9	建设褐土（重庆大渡口区）	-1.7	8.20

5.6.1.5 冻干处理样品重量的确定

目前已有的各制样技术规范及规定（见表 2）均已经确定需要采集及制备的样品重量，可以参照这些规范和规定，本规范不再另行规定。

5.6.1.6 对冻干操作中样品盘中样品厚度的规定

在冻干过程中，样品自外而内逐层干燥，样品铺装越疏松、越薄越利于快速干燥。但是为了监控样品温度，需要向样品中插入温度传感器，温度传感器既不能插入过深接触托盘底部，也不能过浅露于样品外面。同时铺装过薄会降低冻干操作的批处理量。因此综合考虑规定样品厚度不应超过 2 cm 为宜。

不同土质、不同水分含量、不同疏密程度的样品冻干时间均有差异，因此同一批冻干处理的样品尽量选择性质相似的样品。

5.6.1.7 根据冻干后样品的水分含量确定冻干程序最低终止温度

根据预先研究，在升华阶段后期随着样品水分含量逐渐减少，温度会逐渐升高。当样品内已经基本不存在冰态，也就是样品中自由态的水含量已经比较少时，样品的温度会加速升高。此时升华阶段结束，进入解析阶段。如果冻干机在解析阶段尽可能低的温度下维持一段时间，可以将残余自由态水清除掉。这是在刚刚完全除去游离水基础上综合低温、时间等维度下的最佳程序结束点，易挥发组分损失最小。当然使用更高温度、维持更长的解析时间可以更有效地清除结合态、吸附态水，进一步降低样品的水分含量，但是这会显著增加易挥发组分的损失。在样品状态可以达到研磨、过筛及样品存储等要求时，应该尽早停止干燥程序。

本冻干法的要求，是在获得干燥样品的基础上力求被测组分损失最小。由于冻干工艺可以获得非常低水分含量的样品（例如水分含量小于 2‰），而过低的水分含量会延长干燥时间及损失较低沸点的被测组分，因此需要平衡水分含量与干燥时间、低沸点被测物损失之间的关系。其实风干法（如 HJ 166-2004）也没有提供风干后水分含量要达到的指标。而在土壤干物质和水分测定标准 HJ 613-2011 的“理论保证和质量控制”中，将风干后的土壤分别按照水分含量是否超过 4% 分别设定质控指标。在实际操作中，各种不同类型的土壤及沉积物在约 4% 以内的水分含量时可以开展研磨过筛操作（此时土壤中水的存在形态主要是结合水和吸附水，不含自由水）及后续干样储存，因此可以将冻干法除水至残余水 4% 以内，以不影响研磨过筛操作为宜。

编制组选取了三种不同原理/品牌的冻干机，分别测试各冻干终止温度时的样品水分含量。由于黏土保水能力强、制样时对水分含量最为敏感，水分含量稍高时容易产生粘结研磨器具、样品筛等，因此选取黏土作为实验用土。各测试参数如表 24。

表 24 三种不同原理/品牌的冻干机冻干样品，所得样品水分含量测试表

冻干机品牌/型号		博医康/Piot10-15S			博医康/FD-1A-50+			松原华兴/LGJ 18		
冻干机类型		补热型			非补热型			非补热型		
冻干结束样品温度(°C)		5	10	15	5	10	15	5	10	15
冻干前样品水分含量(%)		30.7	21.2	21.2	17.5	29.2	29.2	21.6	22.6	22.5
冻干样品状态 (是否影响研磨过筛)		是	否	否	是	否	否	是	否	否
冻干后样品水分含量(%)	平行样品编号	/								
	1	4.1	0.4	0.3	3.4	1.0	0.4	3.2	0.8	0.3
	2	7.2	0.3	0.4	3.0	2.2	2.0	3.6	0.4	0.1
	3	3.8	0.3	0.5	4.4	2.9	0.6	4.5	1.8	0.3
	4	6.8	1.5	0.9	4.1	2.2	0.8	5.0	1.3	0.1
	5	5.5	1.4	0.9	/	/	/	/	/	/
	平均值	5.5	0.8	0.6	3.7	2.1	0.9	4.1	1.1	0.2

分别选取冻干结束温度为 5℃、10℃、15℃的低温结束冻干温度，以尽量避免待测组分在真空下的蒸发损失。各组冻干机均随着冻干结束温度的升高呈水分含量逐渐减少的趋势，各冻干机在冻干结束温度为 10℃、15℃时均不影响研磨及过筛操作，而在冻干结束温度为 5℃时由于样品局部潮湿现象比较明显，开始影响研磨及过筛操作。因此确定冻干结束温度为 10℃。

除非验证不同冻干温度对实验影响的需要，今后冻干制样实验均以 10℃作为冻干结束温度。

5.6.1.8 冻干程序终止温度对待测组分的影响

在其它冻干参数相同的前提下，分别选取 10℃和 30℃作为冻干结束温度，在这两个温度条件下分别验证易挥发元素、石油烃（C₁₀-C₄₀）、半挥发性有机物等组分经冻干后的损失情况，同步做不经过冻干处理的样品测试。需冻干处理的样品均需首先加水、混匀，制成模拟新鲜样品使用。

(1) 冻干程序终止温度对元素类组分的影响

元素组分选取《土壤环境质量 农用地土壤污染风险管控标准(试行)》（GB 15618-2018）和《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准(试行)》（GB36600-2018）所管控的 8 项元素（Hg, As, Cd, Zn, Pb, Cu, Ni, Cr）作为测试目标物，其中既有 Hg、As 等较易挥发元素，也含有 Cu、Ni、Cr 等难挥发元素，进行综合比较。

选取三个土壤标准样品（GSS-038、GSS-039、GSS-48）进行回收率的测定，分别测得在同一台冻干机上以 10℃和 30℃结束冻干程序时所得的测试数据，同步做不经过冻干、干样品直接消解测试，回收率统计见表 25。

表 25 不同冻干结束温度，元素 CRM（Hg, As, Cd, Zn, Pb, Cu, Ni, Cr）测试数据。

样品号	目标物	沸点 (°C)	10℃的结果平均回收率(%)	10℃的结果相对标准偏差 (%)	30℃的结果平均回收率(%)	30℃的结果相对标准偏差 (%)	直接测试的结果平均回收率 (%)	10℃占直接测试结果的百分比(%)	30℃占直接测试结果的百分比(%)
GSS-38	Hg	357	97.4	3.7	96.1	2.8	108	89.9	88.7
	As	613	98.4	7.2	102	7.1	96.1	102	106
	Cd	765	105	2.5	102	9.7	108	97.9	94.6
	Zn	907	101	4.5	98.0	8.0	97.3	104	101
	Pb	1740	102	3.5	103	3.4	101	101	102
	Cu	2562	101	3.9	94.3	4.4	98.4	102	95.8
	Ni	2732	100	4.3	104	8.6	96.3	104	108
	Cr	2761	101	4.4	104	8.7	102	99.1	102
GSS-39	Hg	357	98.9	6.6	92.4	3.6	95.5	104	96.8
	As	613	94.5	4.4	100	7.3	97.9	96.5	102

	Cd	765	105	2.9	105	4.9	106	98.7	99.4
	Zn	907	104	3.3	103	2.6	96.4	108	106
	Pb	1740	101	7.5	93.5	5.1	102	98.8	91.2
	Cu	2562	104	8.5	102	3.6	96.6	108	105
	Ni	2732	104	6.3	103	3.9	95.3	110	108
	Cr	2761	100	8.4	95.7	10	101	99.5	95.0
GSS-48	Hg	357	93.8	10	103	8.0	107	87.6	95.8
	As	613	107	2.6	108	3.3	105	102	103
	Cd	765	98.3	7.5	95.6	3.0	89.5	110	107
	Zn	907	101	8.6	101	3.7	91.4	110	110
	Pb	1740	100	2.4	99.4	1.3	96.8	104	103
	Cu	2562	103	4.8	99.2	5.3	92.8	111	107
	Ni	2732	104	3.7	92.9	1.9	97.8	108	95.0
	Cr	2761	100	6.3	94.3	3.5	93.3	107	101

通过表 25 测试数据可以得出，在不同的冻干结束温度下，冻干处理操作对非挥发性元素和易挥发性元素均未造成明显的损失；经过冻干处理的样品测试结果与未经过冻干处理的样品测试结果差异不明显。

(2) 冻干程序终止温度对石油烃（C₁₀-C₄₀）类组分的影响

石油烃（C₁₀-C₄₀）类组分，使用《土壤和沉积物 石油烃（C₁₀-C₄₀）的测定 气相色谱法》（HJ 1021-2019）方法进行测试。选取空白黏土进行加标回收率的测定，标准溶液使用石油烃（C₁₀-C₄₀）正构烷烃标准溶液，加标浓度为 155mg/kg，分别测得在同一台冻干机上以 10℃和 30℃结束冻干程序时所得的测试数据，同步做干土样直接加标、不经过冻干的测试，回收率统计见表 26。

表 26 不同冻干结束温度，空白样品加标浓度 155mg/kg 的石油烃（C₁₀-C₄₀）测试数据

目标物	HJ 1021 给出的 $\bar{P} \pm 2S_p$ (%)	10℃的结果平均回收率(%)	10℃的结果相对标准偏差 (%)	30℃的结果平均回收率(%)	30℃的结果相对标准偏差 (%)	直接测试的结果平均回收率 (%)	10℃占直接测试结果的百分比(%)	30℃占直接测试结果的百分比(%)
C ₁₀ -C ₄₀	86±22	88.9	6.6	77.5	3.2	94.1	94.4	82.4

通过表 26 测试数据可以得出，在不同的冻干结束温度下，冻干处理操作对石油烃（C₁₀-C₄₀）的测试造成一定的损失，冻干结束温度越高，损失越大。冻干结束温度分别为 10℃和 30℃时，各组分总计的平均回收率，分别为不经过冻干制备样品结果的总计平均回收率的 94.4%和 82.4%。

(3) 冻干程序终止温度对半挥发性有机物(SVOC)组分的影响

SVOC 类组分, 按照《土壤和沉积物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 834-2017) 方法进行测试, 选取各类典型半挥发性有机物作为测试目标物, 使用空白黏土进行加标回收率的测定, 各组分加标浓度为 5mg/kg, 分别测得在同一台冻干机上以 10°C 和 30°C 结束冻干程序时所得的测试数据, 同步做干土直接加标、不经过冻干的测试, 回收率统计见表 27。

表 27 不同冻干结束温度, 空白样品加标浓度 5mg/kg 的 SVOC 测试数据。

目标物	沸点 (°C)	HJ 834 给出的 $\bar{P} \pm 2S_p$ (%)	10°C 的结果平均回收率 (%)	10°C 的结果相对标准偏差 (%)	30°C 的结果平均回收率 (%)	30°C 的结果相对标准偏差 (%)	直接测试的结果平均回收率 (%)	10°C 占直接测试结果的百分比 (%)	30°C 占直接测试结果的百分比 (%)
苯酚	182	58±32	87.4	7.5	83.3	5.0	102	85.3	81.6
2-氯苯酚	175	61±26	88.8	6.9	80.3	8.2	112	78.9	71.4
2-甲基苯酚	191	55±38	82.1	11	81.5	4.7	106	77.1	76.5
2-硝基苯酚	215	55±22	89.4	9.0	57.6	22	96.0	93.1	60.0
2,4-二甲基苯酚	211	49±16	44.9	22	51.4	11	90.5	49.7	56.8
2,4-二氯苯酚	209	69±14	102	7.2	90.9	4.8	95.0	108	95.7
4-氯-3-甲基苯酚	235	71±20	99.8	5.1	91.8	8.0	122	81.5	74.9
2,4,6-三氯苯酚	246	68±20	85.5	12	71.0	15	104	81.8	67.9
2,4,5-三氯苯酚	248	73±42	74.0	6.9	60.8	14	94.0	78.7	64.7
萘	218	67±28	43.7	14	42.3	15	99.0	44.1	42.7
2-甲基萘	241	64±18	52.5	9.5	50.4	9.7	120	43.8	42.0
2-氯萘	256	68±22	78.9	9.7	72.7	3.9	105	74.8	68.9
蒽烯	275	74±18	83.8	5.6	67.8	8.8	101	82.9	67.1
蒽	279	70±34	92.1	7.4	85.3	2.5	105	87.7	81.2
芴	298	83±12	98.8	9.6	92.3	4.9	90.0	110	103
菲	336	100±40	101	9.4	95.0	7.1	101	99.7	94.1
蒽	340	83±18	88.6	10	78.5	10	116	76.4	67.7
荧蒽	384	91±28	103	11	93.0	9.0	110	93.4	84.2
芘	393	97±20	108	3.5	102	9.3	92.5	116	110
苯并(a)蒽	437.6	97±24	102	7.1	96.0	5.8	101	101	94.6
蒽	448	88±34	92.1	6.7	90.4	5.9	102	90.2	88.6
苯并(b)荧蒽	481	95±36	89.3	5.5	84.9	7.8	90.5	98.6	93.8
苯并(k)荧蒽	480	94±20	87.5	4.7	83.9	7.7	87.5	100	95.9
苯并(a)芘	495	75±30	86.8	4.3	85.7	5.1	93.5	92.9	91.7
茚并(1,2,3-cd)芘	536	92±40	96.5	5.5	94.1	6.4	102	94.6	92.3

目标物	沸点(°C)	HJ 834给出的 $\bar{P} \pm 2S_p$ (%)	10°C的结果平均回收率(%)	10°C的结果相对标准偏差(%)	30°C的结果平均回收率(%)	30°C的结果相对标准偏差(%)	直接测试的结果平均回收率(%)	10°C占直接测试结果的百分比(%)	30°C占直接测试结果的百分比(%)
二苯并(a,h)葱	524	96±32	97.3	4.5	94.9	6.4	104	93.1	90.8
苯并(g,h,i)花	550	87±38	95.0	5.9	95.5	7.4	94.5	100	101
邻苯二甲酸二甲酯	282.7	78±28	110	7.8	103	8.4	103	107	99.4
邻苯二甲酸二乙酯	298	86±36	109	11	99.2	7.5	93.0	117	107
邻苯二甲酸二丁酯	340	119±88	91.9	13	83.0	12	125	73.3	66.1
邻苯二甲酸丁苯酯	370	96±36	96.8	5.5	92.4	10	91.0	106	101
邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	386	97±68	109	6.3	106	5.8	111	97.5	95.2
邻苯二甲酸二正辛酯	380	101±36	99.0	8.0	92.8	7.3	80.0	124	116
N-亚硝基二正丙胺	237	67±26	87.8	7.7	78.4	6.5	96.0	91.5	81.7
硝基苯	210.9	64±26	62.5	5.4	56.4	7.6	103	60.6	54.8
异佛尔酮	215.3	64±26	88.3	7.8	80.9	10	87.5	101	92.5
2,6-二硝基甲苯	313.6	84±26	103	5.7	97.8	7.4	105	98.2	93.1
2,4-二硝基甲苯	300	80±30	100	5.6	96.3	9.3	93.0	108	103
偶氮苯	293	80±18	99.6	4.4	92.5	9.2	101	98.6	91.6
二(2-氯乙基)醚	178.5	65±30	64.1	8.7	59.4	14	104	61.6	57.1
二(2-氯异丙基)醚	242.2	64±26	45.2	14	40.2	20	97.5	46.3	41.2
二(2-氯乙氧基)甲烷	218.1	68±24	84.9	8.6	74.4	9.1	86.5	98.2	86.0
4-氯二苯基醚	284	78±12	104	9.3	101	7.7	97.5	107	103
4-溴二苯基醚	412.6	86±16	92.1	8.0	88.1	12	124	74.3	71.0
六氯苯	332	78±34	96.2	7.3	93.3	10	121	79.1	76.8
4-氯苯胺	232	49±16	62.9	12	65.2	6.7	73.0	86.2	89.3
2-硝基苯胺	284	80±22	104	9.0	91.2	12	106	97.8	86.0
3-硝基苯胺	306	50±10	86.0	6.5	76.3	7.7	86.0	99.9	88.7
二苯并呋喃	287	78±22	94.1	6.5	89.1	4.9	102	91.8	86.9
4-硝基苯胺	332	61±20	103	9.2	82.4	12	78.0	132	106
咪唑	355	86±36	93.6	7.4	84.0	6.7	117	79.7	71.5

通过表 27 测试数据可以得出，冻干法更容易损失低沸点、与土壤结合力差的组分；不同的冻干结束温度时，也是这些组分的结果差异更明显一些；冻干结束温度分别为 10°C 和 30°C 时，各组

分总计的平均回收率，分别为不经过冻干制备样品结果的总计平均回收率的 89.6%和 82.8%；在冻干结束温度为 30℃所测得的各组分的平均回收率普遍低于冻干结束温度为 10℃所测得结果，呈现随着冻干结束温度升高，待测组分损失逐渐增大的趋势。

综上，不同的冻干温度，不影响元素类测试数据的精密度和正确度，但是对半挥发性有机物测试的回收率有一定的影响。为了规范和统一以及实际工作的方便性，可以规定待测组分沸点在不超过 250℃时，冻干程序结束时的允许样品温度为 10℃~15℃；待测组分沸点超过 250℃时，补热型冻干机冻干程序结束时的允许样品温度为 10℃~30℃，非补热型冻干机样品最高温度只能达到冻干操作时的实验环境温度，可确定非补热型冻干机冻干程序结束时的允许样品温度为 10℃~25℃。

5.6.2 实验室内方法特性指标确认

分别验证易挥发元素、石油烃（C₁₀-C₄₀）、半挥发性有机物等组分经冻干后的精密度与正确度情况。

对于元素测试，选取三个土壤标准样品（GSS-038、GSS-039、GSS-48）；对于石油烃（C₁₀-C₄₀）、半挥发性有机物测试，选取空白样品加标试验。样品在使用前需首先加水、混匀，制成模拟新鲜样品使用。使用补热型和非补热型两种不同原理的冻干机，分别计算两种不同冻干机制样测试所得结果的平均值、标准偏差和回收率等参数。相关精密度与正确度测试数据见表 28~表 33。

表 28 使用博医康 Piot10-15S 补热型冻干机，元素（Hg, As, Cd, Zn, Pb, Cu, Ni, Cr）精密度和正确度数据。

样品号	目标物	证书值 (mg/kg)	加标测定值(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	相对标准 偏差(%)	平均回收 率(%)
			1	2	3	4	5	6				
GSS-38	Hg	0.24±0.02	0.23	0.24	0.23	0.22	0.24	0.24	0.23	0.009	3.7	97.4
	As	323±14	293	314	309	351	340	299	318	23	7.2	98.4
	Cd	2.8±0.2	3.0	2.9	2.9	3.1	2.9	2.9	3.0	0.1	2.5	105
	Zn	514±16	551	531	501	538	505	492	520	23.5	4.5	101
	Pb	727±16	764	750	730	765	745	696	741	25.7	3.5	102
	Cu	173±5	185	173	168	178	175	166	174	6.9	3.9	101
	Ni	22.3±0.9	23.6	22.6	21.4	23.3	22.2	21.3	22.5	1.0	4.3	100
	Cr	62±2	60	65	62	67	62	60	63	2.7	4.4	101
GSS-39	Hg	0.075±0.004	0.067	0.073	0.079	0.08	0.071	0.075	0.074	0.005	6.6	98.9
	As	12.9±0.9	13.3	11.9	11.8	12.0	12.0	12.1	12.2	0.5	4.4	94.5
	Cd	0.20±0.01	0.22	0.21	0.20	0.21	0.21	0.21	0.21	0.006	2.9	105
	Zn	70±3	76	74	74	73	71	69	73	2.4	3.3	104

	Pb	27.0±0.8	30.9	26.3	25.7	28.8	26.1	26.4	27.4	2.1	7.5	101
	Cu	25.3±1.0	27.2	30.2	24.3	26.6	24.6	24.9	26.3	2.2	8.5	104
	Ni	17.1±0.8	18.5	19.2	16.4	17.5	16.7	18.5	17.8	1.1	6.3	104
	Cr	60±3	67	63	54	56	62	58	60	5.0	8.4	100
GSS-48	Hg	0.014±0002	0.013	0.015	0.013	0.013	0.014	0.011	0.013	0.001	10	93.8
	As	3.9±0.3	4.2	4.0	4.2	4.3	4.1	4.1	4.2	0.1	2.6	107
	Cd	0.042±0.005	0.040	0.038	0.044	0.040	0.046	0.040	0.041	0.003	7.5	98.3
	Zn	21±3	21	21	21	19	21	25	21	1.8	8.6	101
	Pb	15.8±0.8	16	15.5	15.8	16.4	16.2	15.4	15.9	0.4	2.4	100
	Cu	(6)	6	7	6	6	6	6	6	0.3	4.8	103
	Ni	10.0±0.5	10.8	9.7	10.4	10.5	10.3	10.6	10.4	0.4	3.7	104
	Cr	(23)	26	22	23	22	23	22	23	1.4	6.3	100

表 29 使用博医康 FD-1A-50+ 非补热型冻干机，元素（Hg, As, Cd, Zn, Pb, Cu, Ni, Cr）精密度和正确度数据。

样品号	目标物	证书值 (mg/kg)	加标测定值(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	相对标准 偏差(%)	平均回收 率(%)
			1	2	3	4	5	6				
GSS-38	Hg	0.24±0.02	0.23	0.23	0.24	0.26	0.24	0.23	0.24	0.009	3.9	99.5
	As	323±14	333	372	291	343	306	344	332	29.2	8.8	103
	Cd	2.8±0.2	3.0	3.2	2.6	3.1	2.9	3.1	3.0	0.2	7.2	106
	Zn	514±16	536	575	453	523	524	519	521	39.3	7.6	101
	Pb	727±16	733	813	616	757	754	778	742	67.3	9.1	102

	Cu	173±5	175	198	152	182	178	178	177	14.6	8.3	102
	Ni	22.3±0.9	24.9	25.0	19.5	23	24.3	22.6	23.0	2.1	8.9	104
	Cr	62±2	59	67	52	61	61	60	60	4.9	8.2	96.8
GSS-39	Hg	0.075±0.004	0.068	0.072	0.075	0.073	0.076	0.075	0.073	0.003	4.2	97.8
	As	12.9±0.9	13.9	13.0	13.3	12.5	12.6	12.7	13.0	0.5	4.1	101
	Cd	0.20±0.01	0.21	0.21	0.21	0.19	0.20	0.19	0.20	0.009	4.3	101
	Zn	70±3	68	68	72	71	69	71	70	1.8	2.6	99.6
	Pb	27.0±0.8	30.0	25.2	26.2	25.9	26.8	25.8	26.6	1.7	6.4	98.7
	Cu	25.3±1.0	26.5	24.4	25.8	25.5	25.8	25.3	25.5	0.7	2.7	101
	Ni	17.1±0.8	17.4	16.6	17.5	17.3	17.1	17.5	17.2	0.3	2.0	101
	Cr	60±3	68	62	61	60	62	61	62	2.7	4.4	104
GSS-48	Hg	0.014±0.002	0.013	0.014	0.015	0.015	0.013	0.014	0.014	0.001	5.4	99.0
	As	3.9±0.3	4.1	4.1	4.1	4.0	4.2	4.1	4.1	0.1	1.3	105
	Cd	0.042±0.005	0.046	0.045	0.044	0.047	0.044	0.048	0.046	0.002	3.9	109
	Zn	21±3	21	23	23	21	23	21	22	1.1	4.9	105
	Pb	15.8±0.8	15.5	15.4	15.5	16.1	15.3	16.0	15.6	0.4	2.3	98.9
	Cu	(6)	6	6	6	6	6	6	6	0.1	1.4	98.4
	Ni	10.0±0.5	10.3	10.9	10.5	10.6	10.1	10.4	10.5	0.3	2.6	105
	Cr	(23)	24	26	24	25	23	25	25	0.8	3.3	107

表 30 使用博医康 Piot10-15S 补热型冻干机，空白样品加标的石油烃（C₁₀-C₄₀）精密度和正确度数据

目标物	样品号	加标水平 (mg/kg)	加标测定值(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	相对标准 偏差(%)	平均回收率 (%)
			1	2	3	4	5	6				
C ₁₀ -C ₄₀	①	62	52	46	50	46	48	51	49	2.4	4.9	78.7
	②	155	144	123	143	133	136	127	134	8.4	6.2	86.7
	③	465	419	376	424	418	406	395	406	18.1	4.4	87.4

表 31 使用博医康 FD-1A-50+ 非补热型冻干机，空白样品加标的石油烃（C₁₀-C₄₀）精密度和正确度数据

目标物	样品号	加标水平 (mg/kg)	加标测定值(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	相对标准 偏差(%)	平均回收率 (%)
			1	2	3	4	5	6				
C ₁₀ -C ₄₀	①	62	55	46	49	44	48	49	48	3.8	7.9	78.1
	②	155	137	144	145	125	129	146	138	9.0	6.6	88.9
	③	465	356	374	359	350	366	395	367	16.3	4.5	78.9

表 32 使用博医康 Piot10-15S 补热型冻干机，空白样品加标 10mg/kg 的 SVOC 精密度和正确度数据

目标物	加标测定值(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	相对标准偏 差(%)	平均回收率 (%)
	1	2	3	4	5	6				
苯酚	7.27	7.37	7.12	7.18	7.06	6.82	7.14	0.19	2.7	71.4
2-氯苯酚	5.44	5.94	4.88	5.44	5.46	5.29	5.41	0.34	6.3	54.1
2-甲基苯酚	6.69	7.39	6.21	6.73	6.75	6.59	6.73	0.38	5.7	67.3
2-硝基苯酚	7.28	7.95	7.48	6.70	6.25	7.66	7.22	0.63	8.8	72.2
2,4-二氯苯酚	8.76	8.51	8.05	9.19	7.74	8.36	8.44	0.51	6.1	84.4
4-氯-3-甲基苯酚	9.63	8.73	9.25	10.20	8.23	9.05	9.18	0.69	7.5	91.8
2,4,6-三氯苯酚	8.36	9.89	9.39	10.59	9.99	10.15	9.73	0.77	8.0	97.3
2,4,5-三氯苯酚	9.74	8.51	8.20	10.48	7.88	7.73	8.75	1.11	13	87.5
萘	2.69	3.43	2.31	2.54	3.14	2.93	2.84	0.41	14	28.4
2-甲基萘	5.51	5.61	5.54	5.36	5.24	5.44	5.45	0.13	2.5	54.5
2-氯萘	6.00	5.71	5.41	6.83	5.64	5.24	5.80	0.56	9.7	58.0
蒽烯	4.10	4.35	4.53	4.66	4.15	3.04	4.14	0.58	14	41.4
蒽	6.69	6.23	6.24	8.25	6.61	6.39	6.73	0.77	11	67.3
芴	8.41	8.14	7.06	8.34	7.95	8.08	8.00	0.49	6.1	80.0
菲	8.05	8.99	7.59	9.44	8.73	8.68	8.58	0.66	7.7	85.8
蒽	8.23	7.48	8.76	7.96	7.63	6.39	7.74	0.81	10	77.4
荧蒽	8.89	8.28	8.24	9.29	10.11	9.90	9.12	0.80	8.7	91.2
芘	8.46	7.74	8.23	8.23	7.43	8.34	8.07	0.40	5.0	80.7
苯并(a)蒽	9.08	7.98	8.71	7.49	7.30	8.50	8.18	0.70	8.6	81.8

目标物	加标测定值(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	相对标准偏 差(%)	平均回收率 (%)
	1	2	3	4	5	6				
蒎	9.76	9.40	8.99	7.99	8.31	9.36	8.97	0.69	7.7	89.7
苯并(b)荧蒹	8.81	8.46	8.44	8.60	8.65	6.94	8.32	0.69	8.3	83.2
苯并(k)荧蒹	8.86	7.15	9.21	10.51	7.69	6.50	8.32	1.48	18	83.2
苯并(a)芘	8.34	7.30	8.73	9.74	8.55	6.66	8.22	1.09	13	82.2
茚并(1,2,3-cd)芘	8.83	7.99	9.94	9.46	9.18	6.65	8.67	1.19	14	86.7
二苯并(a,h)蒽	8.34	8.31	8.45	8.53	8.41	6.29	8.05	0.87	11	80.5
苯并(g,h,i)芘	8.41	8.05	9.43	9.35	8.85	6.44	8.42	1.11	13	84.2
邻苯二甲酸二甲酯	9.69	9.29	8.74	10.26	9.93	7.43	9.22	1.03	11	92.2
邻苯二甲酸丁苄酯	10.10	9.73	10.24	7.99	8.45	10.01	9.42	0.96	10	94.2
邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	9.93	9.29	10.45	8.20	7.91	9.81	9.26	1.01	11	92.6
邻苯二甲酸二正辛酯	9.16	8.36	8.88	9.38	8.48	6.79	8.51	0.93	11	85.1
N-亚硝基二正丙胺	7.94	8.58	7.93	8.50	8.21	7.99	8.19	0.29	3.5	81.9
硝基苯	4.85	5.39	4.94	5.13	5.06	5.03	5.06	0.19	3.7	50.6
异佛尔酮	8.26	7.98	8.28	8.75	7.70	8.44	8.23	0.36	4.4	82.3
2,6-二硝基甲苯	7.68	7.28	7.00	8.33	6.85	6.63	7.29	0.62	8.5	72.9
2,4-二硝基甲苯	9.24	9.60	9.11	10.39	9.79	9.28	9.57	0.47	5.0	95.7
偶氮苯	6.35	7.64	8.25	7.04	7.53	7.44	7.37	0.64	8.6	73.7
二(2-氯乙基)醚	5.15	5.94	4.96	5.34	5.58	5.03	5.33	0.37	7.0	53.3
二(2-氯异丙基)醚	4.09	5.29	4.06	4.33	5.01	4.10	4.48	0.54	12	44.8
二(2-氯乙氧基)甲烷	7.78	7.70	7.96	7.53	7.03	7.81	7.63	0.33	4.3	76.3

目标物	加标测定值(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	相对标准偏 差(%)	平均回收率 (%)
	1	2	3	4	5	6				
4-氯二苯基醚	7.23	8.06	5.90	9.33	7.29	7.71	7.59	1.13	15	75.9
4-溴二苯基醚	8.79	8.76	7.46	9.49	6.88	5.60	7.83	1.45	19	78.3
六氯苯	8.01	7.04	6.46	8.59	8.81	9.21	8.02	1.07	13	80.2
4-氯苯胺	5.08	5.98	4.46	5.13	5.13	5.90	5.28	0.57	11	52.8
2-硝基苯胺	9.34	9.83	9.01	10.00	9.25	8.74	9.36	0.48	5.1	93.6
3-硝基苯胺	7.85	8.25	7.11	9.11	8.45	8.00	8.13	0.67	8.2	81.3
二苯并呋喃	8.29	8.11	7.29	9.13	8.18	7.63	8.10	0.63	7.8	81.0
4-硝基苯胺	7.05	6.53	6.73	7.90	7.20	6.50	6.98	0.53	7.6	69.8
咔唑	9.06	8.64	8.60	11.48	9.18	8.30	9.21	1.16	13	92.1

表 33 使用松源华兴 LGJ 18 非补热型冻干机，空白加标 10mg/kg 的 SVOC 精密度和正确度数据

目标物	加标测定值(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	相对标准偏 差(%)	平均回收率 (%)
	1	2	3	4	5	6				
苯酚	7.96	7.10	7.68	6.89	7.65	7.59	7.48	0.4	5.4	74.8
2-氯苯酚	7.21	6.49	7.34	6.40	7.18	6.84	6.91	0.4	5.7	69.1
2-甲基苯酚	6.74	5.96	6.64	6.18	6.91	6.29	6.45	0.4	5.7	64.5
2-硝基苯酚	6.05	5.10	5.94	4.50	5.53	6.29	5.57	0.7	12	55.7
2,4-二氯苯酚	6.70	5.60	5.96	5.29	6.07	6.00	5.94	0.5	8.1	59.4
4-氯-3-甲基苯酚	7.43	6.19	7.00	5.97	6.92	6.60	6.69	0.5	8.1	66.9

目标物	加标测定值(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	相对标准偏 差(%)	平均回收率 (%)
	1	2	3	4	5	6				
2,4,6-三氯苯酚	6.28	5.31	6.17	4.95	5.61	5.53	5.64	0.5	9.0	56.4
2,4,5-三氯苯酚	6.05	5.11	5.73	5.08	5.99	5.46	5.57	0.4	7.6	55.7
萘	6.83	5.84	6.71	5.90	6.48	5.92	6.28	0.4	7.1	62.8
2-甲基萘	7.69	6.58	7.27	6.55	7.34	7.07	7.08	0.4	6.3	70.8
2-氯萘	7.43	6.96	7.26	6.76	7.56	6.70	7.11	0.4	5.0	71.1
蒎烯	6.86	6.54	6.76	6.19	6.67	6.32	6.55	0.3	4.0	65.5
蒎	7.63	7.12	7.53	6.75	7.59	7.06	7.28	0.4	4.9	72.8
芴	7.25	6.32	7.17	6.72	7.46	6.82	6.96	0.4	6.0	69.6
菲	7.22	6.88	7.29	7.01	6.95	7.04	7.07	0.2	2.3	70.7
蒽	6.66	6.61	6.97	6.36	6.50	6.41	6.59	0.2	3.4	65.9
荧蒽	6.97	6.83	7.16	6.94	7.02	6.91	6.97	0.1	1.6	69.7
芘	6.43	6.22	7.02	6.89	6.89	6.63	6.68	0.3	4.6	66.8
苯并(a)蒽	6.86	6.62	7.61	6.89	7.07	6.67	6.95	0.4	5.2	69.5
蒉	6.81	6.63	7.05	7.23	6.99	6.55	6.88	0.3	3.8	68.8
苯并(b)荧蒽	6.49	6.46	6.79	6.57	6.87	6.17	6.56	0.3	3.8	65.6
苯并(k)荧蒽	6.81	6.67	7.20	6.86	6.99	6.61	6.86	0.2	3.2	68.6
苯并(a)芘	6.63	6.78	7.07	7.08	7.00	6.55	6.85	0.2	3.4	68.5
茚并(1,2,3-cd)芘	6.38	6.66	6.82	7.01	6.36	6.26	6.58	0.3	4.5	65.8
二苯并(a,h)蒽	6.55	6.44	6.78	6.79	6.78	6.35	6.61	0.2	3.0	66.1
苯并(g,h,i)芘	6.57	6.44	7.02	6.74	6.76	6.44	6.66	0.2	3.4	66.6

目标物	加标测定值(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	相对标准偏 差(%)	平均回收率 (%)
	1	2	3	4	5	6				
邻苯二甲酸二甲酯	6.76	5.99	6.53	5.96	6.60	6.36	6.37	0.3	5.2	63.7
邻苯二甲酸丁苄酯	6.69	6.45	7.32	6.64	6.92	6.53	6.76	0.3	4.7	67.6
邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	6.72	6.87	9.00	7.10	7.17	6.73	7.27	0.9	12	72.7
邻苯二甲酸二正辛酯	6.57	6.61	7.01	6.56	6.69	6.10	6.59	0.3	4.4	65.9
N-亚硝基二正丙胺	8.04	7.49	7.42	7.35	7.68	7.55	7.59	0.2	3.3	75.9
硝基苯	7.41	6.98	7.54	6.78	7.73	7.09	7.26	0.4	5.0	72.6
异佛尔酮	7.47	6.54	7.07	6.76	7.36	6.81	7.00	0.4	5.2	70.0
2,6-二硝基甲苯	6.01	5.82	6.18	5.67	6.03	6.07	5.96	0.2	3.1	59.6
2,4-二硝基甲苯	5.44	5.19	5.55	5.42	5.71	5.47	5.46	0.2	3.1	54.6
偶氮苯	6.85	6.34	6.97	6.42	7.12	6.45	6.69	0.3	4.9	66.9
二(2-氯乙基)醚	7.08	6.77	7.31	6.76	7.46	7.00	7.06	0.3	4.0	70.6
二(2-氯异丙基)醚	6.61	5.94	6.58	5.76	6.56	6.23	6.28	0.4	5.9	62.8
二(2-氯乙氧基)甲烷	7.97	6.81	7.49	7.05	7.51	7.53	7.39	0.4	5.5	73.9
4-氯二苯基醚	7.21	6.59	7.39	6.91	7.18	7.13	7.07	0.3	4.0	70.7
4-溴二苯基醚	7.20	6.86	7.18	6.59	7.16	6.73	6.95	0.3	3.8	69.5
六氯苯	7.87	6.63	7.38	6.81	7.68	6.96	7.22	0.5	6.9	72.2
4-氯苯胺	5.57	4.16	4.98	3.89	4.47	4.89	4.66	0.6	13	46.6
2-硝基苯胺	5.71	5.18	5.77	5.20	5.73	5.37	5.49	0.3	5.0	54.9
3-硝基苯胺	5.49	4.88	5.40	4.49	5.45	5.10	5.13	0.4	7.6	51.3
二苯并呋喃	7.03	6.73	7.32	6.41	7.15	6.65	6.88	0.3	5.0	68.8

目标物	加标测定值(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	相对标准偏 差(%)	平均回收率 (%)
	1	2	3	4	5	6				
4-硝基苯胺	5.59	4.37	5.81	4.27	5.96	6.00	5.33	0.8	15	53.3
咔唑	6.62	6.35	6.87	6.32	6.68	6.30	6.52	0.2	3.6	65.2

5.7 质量保证和质量控制

本规范仅考虑分析测试过程的除水制样环节，具体的质量保证和质量控制要求，还需参照其它方法标准。但是目前的方法标准均没有将除水制样这类样品预制步骤纳入质控范围。而在进行本规范的方法研究过程中，发现在除水制样过程中，有待测目标组分被污染的可能性。原因可能是器皿、材料等带入的污染，或是在冻干过程中产生的污染。因此为了更好的监控和规避污染的发生，本规范规定每批样品至少做一个同步空白冻干制样试验。

SVOC 测试类环境标准多用石英砂作为空白样品，可以很好地监控目标组分被污染的情况。而对于元素类测试，由于缺乏通用的无值的空白样品，当前环境测试标准普遍不使用空白样品，而是使用试剂空白进行监控，这给冻干制样的过程监控增加了难度，因此仅规定“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”。元素类的测试，可以选择方便易得的超低元素含量的粉末样品作为空白样品进行制样监控，以元素含量是否异常升高作为是否发生污染的判断原则。编制组已测试过的样品的元素含量如表 34。

表 34 元素类测试空白样品筛选表

元素含量(mg/kg)	As	Hg	Cu	Cd	Pb	Zn	Ni	Cr
常用检出限	0.6	0.002	1	0.01	10	1	3	4
常用定量限	2.4	0.008	4	0.04	40	4	12	16
石英砂	/	/	4	/	/	11	2	17
三氧化二铝粉	/	/	2	/	/	6	/	/
无水硫酸钠	/	/	1	/	/	3	/	/
淀粉	/	/	/	/	/	/	/	/
玉米粉	/	/	/	/	/	4	/	/
面粉	/	/	2	0.01	/	4	/	/
大米粉	/	/	3	0.01	/	10	/	/
小米粉	/	/	5	0.01	/	14	/	/
注：/代表未检出。								

5.8 注意事项

前文已经叙述，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。在方法研究中，编制组发现对部分半挥发性有机物，存在加标回收率异常低的情况。在不同实验室，使用不同的冻干机，进行不同浓度水平黏土样品加标，每个浓度水平分别做六平行加标后冻干制样，以

10℃结束冻干程序时所得的测试数据，见表 35。通过这些数据可以得出，这些化合物加标回收率低且不稳定，因此本规范不建议对这些化合物进行冻干法制样测试。

表 35 部分半挥发性有机化合物回收率统计

序号	化合物名称	沸点 (°C)	HJ 834 给出的 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)	测试号	测试 1	测试 2	测试 3	测试 4	测试 5	测试 6
				加标水平(mg/kg)	2.5	2.5	5.0	5.0	10.0	10.0
1	1,3-二氯苯	173	60±36	平均回收率(%)	14.2	10.3	9.9	12.4	38.8	2.4
				RSD_i (%)	23	27	24	18	10	54
2	1,4-二氯苯	174	58±36	平均回收率(%)	15.5	11.5	11.1	13.5	35.6	2.9
				RSD_i (%)	23	26	22	18	11	56
3	1,2-二氯苯	180	59±34	平均回收率(%)	17.0	12.9	14.9	16.7	40.7	3.7
				RSD_i (%)	21	26	22	15	9.5	52
4	六氯乙烷	186	63±28	平均回收率(%)	12.5	8.9	7.4	7.4	41.7	2.5
				RSD_i (%)	24	29	30	21	9.5	62
5	1,2,4-三氯 苯	221	63±28	平均回收率(%)	23.5	20.8	30.3	42.8	57.9	12.0
				RSD_i (%)	9.3	24	17	13	6.4	28
6	六氯丁二烯	220	49±16	平均回收率(%)	14.0	13.3	15.8	28.4	47.8	9.8
				RSD_i (%)	17	25	23	14	9.7	47

6 方法比对

考虑到作为通用除水制样规范，适用测试范围尽可能广泛，因此编制组筛选了典型的三组除水测试项目，分别为元素类、石油烃（C₁₀-C₄₀）和半挥发性有机物的常见组分，进行了冻干法和常用传统方法风干法、干燥剂法除水制样方法比对。对于各组测试项目，使用不同除水技术制样之后，使用相同的前处理及测试方法进行测试。

对于土壤/沉积物样品的元素类测试方法，风干法是常用的脱水制样方式；对于石油烃（C₁₀-C₄₀）、SVOC类测试，干燥剂法是常用的脱水制样方式。分别将冻干法与各自的风干法、干燥剂法进行结果比较。

6.1 方法比对方案及过程

(1) 对于元素类测试，本冻干法的制样效果的验证实验采用和传统的风干制样方法比较。编制组选取了3个土壤标准样品（GSS-038、GSS-039、GSS-48），加水制成模拟新鲜样品，分别采用新方法（冻干法）与比对方法（风干法）进行6个平行样制样，然后依照相同的测试方法（HJ 832-2017）进行测定。两种制样方法各自测试结果的精密度数据，以及两种方法间的精密度数据统计见表36。

表 36 元素测试冻干法与干燥剂法的精密度数据统计表

目标物	样品号	证书值(mg/kg)	冻干法(A)		风干法(B)		A,B法结果 相对偏差(%)
			测试结果 (mg/kg)	相对标准 偏差(%)	测试结果 (mg/kg)	相对标准偏 差(%)	
Hg	①	0.24±0.02	0.23	3.7	0.24	7.8	2.4
	②	0.075±0.004	0.074	6.6	0.072	5.8	1.3
	③	0.014±0.002	0.013	10	0.013	6.3	1.5
As	①	323±14	318	7.2	325	3.2	1.1
	②	12.9±0.9	12.2	4.4	12.4	7.4	0.8
	③	3.9±0.3	4.2	2.6	3.9	3.1	3.1
Cd	①	2.8±0.2	3.0	2.5	3.0	2.2	0.2
	②	0.20±0.01	0.21	2.9	0.20	5.1	1.5
	③	0.042±0.005	0.041	7.5	0.046	3.9	5.5
Zn	①	514±16	520	4.5	514	3.2	0.6
	②	70±3	73	3.3	69	6.0	2.8
	③	21±3	21	8.6	23	7.5	5.3
Pb	①	727±16	741	3.5	715	6.3	1.8

目标物	样品号	证书值(mg/kg)	冻干法(A)		风干法(B)		A,B法结果 相对偏差(%)
			测试结果 (mg/kg)	相对标准 偏差(%)	测试结果 (mg/kg)	相对标准偏 差(%)	
	②	27.0±0.8	27.4	7.5	27.1	8.6	0.6
	③	15.8±0.8	15.9	2.4	15.2	5.0	2.3
	①	173±5	174	3.9	172	4.5	0.4
Cu	②	25.3±1.0	26.3	8.5	25.0	8.5	2.5
	③	(6)	6	4.8	6	7.3	2.6
	①	22.3±0.9	22.5	4.3	23.0	4.3	1.0
Ni	②	17.1±0.8	17.8	6.3	16.6	6.5	3.5
	③	10.0±0.5	10.4	3.7	10.2	2.3	0.8
	①	62±2	63	4.4	60	5.3	2.1
Cr	②	60±3	60	8.4	60	4.3	0.2
	③	(23)	23	6.3	22	2.8	2.4

(2) 对于石油烃(C₁₀-C₄₀)类测试,本冻干法的制样效果的验证实验采用和传统的干燥剂制样方法比较。编制组选取了7个浓度水平接近的样品,分别采用新方法(冻干法)与比方法(干燥剂法)进行平行双样制样,然后依照相同的测试方法(HJ1021-2019)进行测定。两种制样方法各自测试结果的精密度数据,以及两种方法间的精密度数据统计见表37。

表 37 石油烃(C₁₀-C₄₀)测试冻干法与干燥剂法的精密度数据统计表

样品号	冻干法(A)		干燥剂法(B)		A,B法结果 相对偏差(%)
	测试结果(mg/kg)	相对标准偏差 (%)	测试结果(mg/kg)	相对标准偏差 (%)	
①	134	6.1	109	2.3	10
②	138	5.2	109	9.5	12
③	131	4.5	125	3.2	2.3
④	140	3.5	109	3.0	12
⑤	146	0.4	120	4.8	9.8
⑥	127	2.4	102	1.5	11
⑦	122	2.0	99	0.8	10
平均值	134	3.4	110	3.6	9.7

(3) 对于 SVOC 类测试,本冻干法的制样效果的验证实验采用和传统的干燥剂制样方法比较。编制组选取了7个浓度水平接近的样品,分别采用新方法(冻干法)与比方法(干燥剂法)进行

平行双样制样，然后依照相同的测试方法（HJ 834-2017）进行测定。两种制样方法各自测试结果的精密度数据，以及两种方法间的精密度数据统计见表 38。

表 38 SVHC 测试冻干法与干燥剂法的精密度数据统计表

目标物	样品号	冻干法(A)		干燥剂法(B)		A,B法结果 相对偏差(%)
		测试结果(mg/kg)	相对标准 偏差(%)	测试结果(mg/kg)	相对标准 偏差(%)	
苯酚	①	13.60	3.0	9.66	7.9	17
	②	11.35	14	9.63	9.3	8.2
	③	3.29	0.9	3.01	7	4.4
	④	10.36	2.2	9.43	15	4.7
	⑤	12.66	18	11.67	4.2	4.1
	⑥	13.46	3.2	10.29	0.4	13
	⑦	9.72	3.2	7.51	14	13
2,4-二氯苯 酚	①	16.56	0.8	17.71	0.9	3.3
	②	14.36	16	11.68	13	10
	③	3.42	7.8	3.01	9.9	6.4
	④	12.96	1.2	11.17	13	7.4
	⑤	15.47	27	13.99	0.7	5.0
	⑥	17.49	3.5	12.65	0.3	16
	⑦	12.01	4.9	8.58	16	17
2,4,6-三氯 苯酚	①	25.19	2.0	28.20	0.8	5.6
	②	22.05	11	18.97	9.8	7.5
	③	6.78	6.4	6.42	9.3	2.7
	④	19.63	1.4	18.21	11	3.8
	⑤	24.08	17	21.91	4.6	4.7
	⑥	26.35	3.1	19.67	0.2	14
	⑦	18.47	4.1	14.62	12	12
硝基苯	①	16.06	0.5	17.21	0.2	3.5
	②	13.19	14	11.07	11	8.7
	③	8.01	3.9	7.16	0.8	5.6
	④	14.51	1.3	12.63	13	6.9
	⑤	15.30	8.1	13.46	8	6.4
	⑥	17.55	4.5	16.04	0.9	4.5
	⑦	11.45	2.7	9.37	10	10

目标物	样品号	冻干法(A)		干燥剂法(B)		A,B法结果 相对偏差(%)
		测试结果(mg/kg)	相对标准 偏差(%)	测试结果(mg/kg)	相对标准 偏差(%)	
萘	①	15.33	0.1	11.87	0.1	12.7
	②	10.51	17	6.95	19	20
	③	5.45	8	4.04	0.7	15
	④	13.04	1.4	9.27	12	17
	⑤	14.12	3	10.03	16	17
	⑥	16.27	4.2	12.94	0	11
	⑦	9.87	2.4	6.27	14	22
茚烯	①	0.78	1.7	0.81	1.6	0.2
	②	0.74	7.6	0.58	9.8	12
	③	0.33	4.3	0.27	5.2	10
	④	0.78	3.6	0.69	14	6.1
	⑤	0.71	9.1	0.67	11	2.9
	⑥	1.03	4.1	0.73	1.9	17
	⑦	0.57	2.5	0.45	16	12
茚	①	12.46	1.0	11.34	0.2	4.7
	②	10.63	9.7	7.28	14	19
	③	8.73	4.4	6.75	4	13
	④	8.44	4.2	6.49	11	13
	⑤	12.05	12	9.62	9.7	11
	⑥	10.74	3.1	7.56	0.4	17
	⑦	9.48	3	6.26	14	20
芴	①	17.12	0.1	16.47	0.4	1.9
	②	14.97	9.9	10.87	13	16
	③	11.50	4.8	9.34	6.1	10
	④	13.89	4.8	11.23	11	11
	⑤	16.31	13	13.68	7.9	8.8
	⑥	17.79	3	12.75	0.3	16
	⑦	12.62	2.3	8.89	13	17
菲	①	19.59	2.1	21.86	0.3	5.5
	②	18.72	9.6	15.51	10	9.4
	③	12.40	2.6	11.68	9.2	3.0
	④	17.30	6.4	15.81	12	4.5

目标物	样品号	冻干法(A)		干燥剂法(B)		A,B法结果 相对偏差(%)
		测试结果(mg/kg)	相对标准 偏差(%)	测试结果(mg/kg)	相对标准 偏差(%)	
	⑤	19.31	7.1	17.73	6.3	4.3
	⑥	22.27	4	17.6	0.6	12
	⑦	14.45	1.9	12.31	11	8.0
蒽	①	3.88	2.2	4.582	1.2	8.2
	②	3.62	11	2.96	9.6	10
	③	4.33	4.9	4.09	7.3	2.9
	④	2.40	8.8	2.05	1	7.9
	⑤	3.62	4.7	3.58	7.1	0.6
	⑥	2.98	5.2	2.28	1.2	13
	⑦	2.75	1	2.44	12	6.0
荧蒽	①	19.70	1.0	23.17	0.9	8.1
	②	19.95	12	16.68	10	8.9
	③	13.09	1.9	12.56	10	2.1
	④	17.99	6.6	16.76	13	3.5
	⑤	19.82	7.4	18.87	6.2	2.5
	⑥	23.44	5.8	18.4	0.2	12
	⑦	14.92	0.9	13.19	11	6.2
芘	①	17.72	0.2	21.10	0.9	8.7
	②	17.16	9.8	15.27	8.8	5.8
	③	13.75	1.9	13.69	6.9	0.2
	④	15.30	6.6	15.49	11	0.6
	⑤	16.89	2.2	17.51	9.8	1.8
	⑥	19.92	8.3	16.57	0.3	9.2
	⑦	13.04	1	12.61	8.4	1.7
苯并(a)蒽	①	16.63	1.0	19.13	0.4	7.0
	②	16.48	14	13.49	11	10
	③	5.10	3.3	4.64	10	4.7
	④	14.01	6.7	13.31	13	2.6
	⑤	16.22	5.7	15.55	7.5	2.1
	⑥	19.06	9.9	14.52	0.6	13
	⑦	12.23	0.9	10.78	12	6.3
蒽	①	14.91	1.2	16.99	0.7	6.5

目标物	样品号	冻干法(A)		干燥剂法(B)		A,B法结果 相对偏差(%)
		测试结果(mg/kg)	相对标准 偏差(%)	测试结果(mg/kg)	相对标准 偏差(%)	
	②	15.04	12	12.40	11	9.6
	③	11.94	0.4	11.12	8.4	3.6
	④	13.35	8.2	12.47	11	3.4
	⑤	14.59	3.8	14.12	8.4	1.6
	⑥	17.60	9.2	13.34	0.2	14
	⑦	11.17	1.1	9.88	11	6.1
	苯并(a)芘	①	0.17	8.3	0.20	0.0
②		/	/	/	/	/
③		2.33	6	2.36	9.6	0.6
④		/	/	/	/	/
⑤		0.17	6.6	0.16	18	2.2
⑥		0.15	28	0.12	0	11
⑦		0.11	25	0.11	13	0.2
苯并(g,h,i) 芘	①	13.86	1.6	13.90	1.4	0.1
	②	14.47	17	10.99	11	14
	③	4.18	1.3	3.61	11	7.3
	④	12.19	8.8	10.35	14	8.2
	⑤	13.71	7.8	12.04	11	6.5
	⑥	16.26	10	11.15	0.9	19
	⑦	10.32	2.2	8.11	12	12

6.2 方法比对结论

将表 36~表 38 的数据进一步统计得到表 39, 可以得到, 所选取的典型的三组除水测试项目, 本冻干法与传统除水制样方法之间结果的相对偏差, 均满足各标准平行样的允许相对偏差要求, 因此这两个方法所得结果不存在显著性差异。

表 39 三组除水测试项目方法比对相对偏差范围及可参考的标准要求

测试类型	A,B法结果相对偏差范围 (%)	当前环境行业标准对平行样相对偏差的要求	
		允许标准偏差(%)	标准举例
元素类	0.2~5.5	≤15~20	HJ 1081-2019, HJ 491-2019
石油烃 (C10-C40)	2.3~12	≤25	HJ 1021-2019
SVOC 类	0.1~22	≤30~50	HJ 703-2014, HJ 834-2017, HJ 952-2018

7 方法验证

7.1 方法验证方案

7.1.1 参与方法验证的实验室、验证人员的基本情况

参与方法验证的实验室和人员的基本情况见表 40。

表 40 参加验证单位的人员情况登记表

姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	从事相关分析 工作年限	验证单位
王效国	男	31	工程师	环境工程	6 年	天津市生态环境监测中心
周博	女	28	环境技术主管	环境科学	3 年	通标标准技术服务(青岛)有限公司
张厚勇	男	39	高级工程师	环境科学	13 年	山东省济南生态环境监测中心
葛璇	女	36	高级工程师	环境工程	11 年	山东省济南生态环境监测中心
刘卫	男	29	工程师	化学工程	4 年	上海化工院检测有限公司
沈侯波	男	28	助理工程师	环境监测与治理技术	6 年	浙江省杭州生态环境监测中心
詹兰俊	女	27	助理工程师	环境监测与治理技术	5 年	浙江省杭州生态环境监测中心
林添	男	37	工程师	有机化学	11 年	福建省地质测试研究中心

7.1.2 方法验证方案

按照 HJ 168-2020 的要求，编制组邀请 6 家有资质的实验室进行方法验证。根据影响方法的精密度和准确度的主要因素和数理统计学的要求，编制方法验证报告。方法验证方案如下。

(1) 方法验证采用的样品

采用空白样品加标的方案进行方法验证，由编制组统一提供已经混合均匀的、含有适量水分的空白黏土样品，各验证实验室完成制样前的样品加标以及冻干制样过程。完成制备的所有样品最终由统一的实验室完成测试。

(2) 方法精密度和准确度

根据 HJ 168-2020 第六章的要求，选取部分易受制样温度影响的 SVOC 测试组分，分别进行 3 个浓度水平（1.0mg/kg, 2.5mg/kg, 7.5mg/kg）的空白样品加标冻干实验，每个浓度水平分别做 6 平行制样，分别对加标冻干后的样品进行测试，计算各浓度水平的样品测试平均值、标准偏差、相对标准偏差、回收率等参数。编制组对各验证实验室的数据进行汇总统计分析，计算实验室间相对误差均值和加标回收率最终值。

7.2 方法验证过程

为了验证不同品牌、不同工作原理的真空冻干机冻干效果是否有差异，本规范在进行方法验证时，尽可能选取了覆盖市场主流品牌和两种冻干原理（补热型和非补热型）的冻干机，确保了方法广泛的适用性。在此前提下，编制组筛选确定了6家有资质的方法验证单位。

按照方法验证方案准备实验用品，与验证单位确定验证时间，根据HJ 168-2020的要求编制了验证作业指导书，连同标准草案和验证样品一并发放。

7.3 方法验证统计分析结论

6个实验室分别对50种沸点范围在175°C~550°C的各类半挥发性有机物（涵盖酚类、多环芳烃类、硝基芳烃类、酞酸酯类、卤代烃类、苯胺和联苯胺类），进行1.0mg/kg、2.5mg/kg、7.5mg/kg加标测试，6次加标测试结果的实验室内相对标准偏差分别为：0.7%~34%、1.8%~24%、1.6%~18%；实验室间相对标准偏差分别为：4.9%~22%、3.2%~23%、3.2%~19%；重复性限（r）分别为：0.17mg/kg~0.47mg/kg、0.28mg/kg~0.84mg/kg、0.80mg/kg~1.88mg/kg；再现性限（R）分别为：0.22mg/kg~0.51mg/kg、0.42mg/kg~1.12mg/kg、1.22mg/kg~2.83mg/kg。加标回收率分别为：41.5%~125%、37.2%~121%、44.3%~116%；加标回收率最终值分别为：56.8%±18.4%~109%±23.9%、52.5%±7.4%~113%±12.5%、56.2%±18.6%~103%±7.8%。

《方法验证报告》见附件。

8 与开题报告差异说明

（1）根据开题论证会专家意见，将开题时的标题《土壤和沉积物 制样技术规范 冻干法》，改为《土壤和沉积物 冻干法制样技术规范》。

（2）开题报告中提出由于本规范是通用制样方法，无法进行正确度验证工作，仅采取冻干法与常用除水制备方法比对的方式证明方法的可靠性。经开题论证会专家建议，设计出在制样环节加标验证的方案，从而增加了通过加标回收率验证正确度的内容。

9 标准实施建议

《土壤和沉积物 冻干法制样技术规范》是一个通用样品除水制备方法，建议在这个制样方法的前提下，结合现有的各个可以适用冻干法的测试标准，形成一套完整有效的方法体系。

10 参考文献

[1] 总站土字[2018]407号，关于印发《土壤样品采集技术规定》等四项技术规定的通知：附件2 土壤样品制备流转与保存技术规定[S]. 中国环境监测总站，2018.9.12.

[2] DB4401/T 102.3-2020, 建设用地土壤污染防治 第3部分: 土壤重金属监测质量保证与质量控制技术规范[S].

[3] ISO 16720:2005, Soil quality — Pretreatment of samples by freeze-drying for subsequent analysis[S].

- [4] EN 16179-2012, Sludge, treated biowaste and soil -Guidance for sample pretreatment[S].
- [5] USGS Techniques and Methods 5 A-7, Methods for the Preparation and Analysis of Solids and Suspended Solids for Methylmercury[S].
- [6] K. Schlüter. Review- evaporation of mercury from soils. An integration and synthesis of current knowledge[J]. Environmental Geology 39(3-4) January 2000: 249-271.
- [7] Hojdová M, Rohovec J, Chrastny V, et al. The influence of sample drying procedures on Mercury concentrations analyzed in soils[J]. Bull Environ Contam Toxicol, 2015, 94, 570-576.
- [8] Wilcke W, Krauss M, Barančíková G, et al. Persistent organic pollutant concentrations in air - and freeze-dried compared to field-fresh extracted soil samples of an eastern Slovak deposition gradient[J]. J. Plant Nutr. Soil Sci., 2003, 166, 93-101.
- [9] Darren J. B, Christopher H. V, Mark R. C, et al. Effects of drying and comminution type on the quantification of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAH) in a homogenised gasworks soil and the implications for human health risk assessment[J]. Chemosphere 111 (2014): 396-404.
- [10] 何坤, 谢忠雷, 高传宇, 等. 两种干燥方式对土壤中多环芳烃回收率及同分异构体比值的影响[J]. 吉林大学学报(理学版), 2021, 59(1), 175-182.
- [11] 张乃明. 环境土壤学[M]. 中国农业大学出版社, 2012: 28-31.
- [12] Janusz Pawliszyn. Sample preparation-Quo Vadis[J]. Anal. Chem. 2003, 75, 2543-2558.
- [13] ISO 14507-2003, Soil quality-pretreatment of samples for determination of organic compounds[S].
- [14] JBT 20032-2012, 药用真空冷冻干燥机[S].
- [15] 王艳萍. 真空冷冻干燥技术原理简介[C]. 2018年河南省食品学会征文: 114-116.
- [16] GB/T 8059-2016, 家用和类似用途制冷器具[S].

附件

方法验证报告

方法名称：土壤和沉积物 冻干法制样技术规范

项目主编单位：通标标准技术服务（上海）有限公司

验证单位：天津市生态环境监测中心、通标标准技术服务（青岛）有限公司、山东省济南生态环境监测中心、上海化工院检测有限公司、浙江省杭州生态环境监测中心、福建省地质测试研究中心

项目负责人及职称：寇怀江（高级工程师）

通讯地址：上海市徐汇区宜山路 889 号 3 号楼 2 层

电话：020-61402666

报告编写人及职称：寇怀江（高级工程师）

报告日期：2021 年 12 月 20 日

1 原始测试数据

1.1 实验室基本情况

本规范的6家验证实验室依次为：1—天津市生态环境监测中心、2—通标标准技术服务（青岛）有限公司、3—山东省济南生态环境监测中心、4—上海化工院检测有限公司、5—浙江省杭州生态环境监测中心、6—福建省地质测试研究中心。参加验证的人员情况见附表1-1-1。

附表 1-1-1 参加验证的人员情况登记表

姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	从事相关分析 工作年限	验证单位
王效国	男	31	工程师	环境工程	6年	天津市生态环境监测中心
周博	女	28	环境技术主管	环境科学	3年	通标标准技术服务（青岛）有限公司
张厚勇	男	39	高级工程师	环境科学	13	山东省济南生态环境监测中心
葛璇	女	36	高级工程师	环境工程	11	山东省济南生态环境监测中心
刘卫	男	29岁	工程师	化学工程	4年	上海化工院检测有限公司
沈侯波	男	28	助理工程师	环境监测与治理技术	6年	浙江省杭州生态环境监测中心
詹兰俊	女	27	助理工程师	环境监测与治理技术	5年	浙江省杭州生态环境监测中心
林添	男	37	工程师	有机化学	11年	福建省地质测试研究中心

附表 1-1-2 冻干仪情况登记表

冻干仪 品牌	冻干仪 型号	有无样品 预冻功能	补热型或 非补热型	验证单位
Christ	Alpha 1-2 Ldplus	无	非补热型	天津市生态环境监测中心
北京博医康	Piot10-15S	有	补热型	通标标准技术服务（青岛）有限公司
Christ	Alpha 1-4 Ldplus	有	非补热型	山东省济南生态环境监测中心
宁波新芝	Scientz-18ND	有	补热型	上海化工院检测有限公司
Christ	Alpha 1-4 Ldplus	有	非补热型	浙江省杭州生态环境监测中心
北京博医康	Pilot7-12E	有	补热型	福建省地质测试研究中心

附表 1-1-3 使用测试仪器情况登记表

仪器名称	规格型号	仪器编号	性能状况
气相色谱-质谱联用仪	Agilent 7890B/5977B	CN16433131/US1643M01 CN16193055/US1618M010	良好
加压流体萃取仪	Buchi E-916	1100002003 1000288768 1000318128	良好
K-D 浓缩器	上海周灵		良好

附表 1-1-4 使用试剂及溶剂登记表

试剂名称	生产厂家	规格型号	备注
丙酮	安谱	农残级、4L	
正己烷	安谱	农残级、4L	
环境标准样品	曼哈格	SVOC Mix64	
内标标准溶液	First Standard	6 SVOCs mix solution	
硅藻土	国药	分析纯、1000克	
石英砂	国药	分析纯、500克	
无水硫酸钠	国药	分析纯、500克	

1.2 方法精密度测试数据

选取 20 克/个空白干燥黏土样品，添加 20% 水，混合均匀，配制目标化合物浓度为 1mg/kg、2.5mg/kg、7.5mg/kg 的基体加标样品进行冻干及精密度测定，每个浓度水平分别做 6 平行制样及测定。6 家实验室测试原始结果及汇总数据，见附表 1-2-1、1-2-2 及 1-2-3。

附表 1-2-1 SVOC 空白加标 1.0mg/kg，6 家实验室精密度测试原始数据

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏差 S(mg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
苯酚	1	0.71	0.93	1.09	0.92	0.82	0.71	0.86	0.15	17
	2	0.93	1.14	1.11	1.11	1.05	1.14	1.08	0.08	7.4
	3	0.77	0.83	0.73	0.73	0.75	0.77	0.76	0.04	4.7
	4	0.88	1.08	0.92	0.77	0.90	0.95	0.92	0.10	11
	5	1.03	0.98	1.02	0.92	0.99	0.94	0.98	0.04	4.4
	6	0.87	1.01	1.01	0.90	0.97	0.93	0.95	0.06	6.2
2-氯苯酚	1	0.66	0.92	1.11	0.89	0.85	0.70	0.85	0.16	19
	2	0.87	1.16	1.07	1.02	0.98	1.06	1.02	0.10	9.5
	3	0.89	0.92	0.89	0.90	0.87	0.85	0.89	0.02	2.7

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	4	1.19	1.28	1.14	0.98	0.99	1.06	1.10	0.12	11
	5	0.96	0.83	1.00	0.88	0.97	0.90	0.92	0.06	6.8
	6	0.92	0.92	0.93	0.83	0.92	0.86	0.90	0.04	4.2
2-甲基苯酚	1	0.49	0.67	0.76	0.59	0.53	0.50	0.59	0.11	18
	2	0.60	0.73	0.67	0.80	0.72	0.89	0.73	0.10	14
	3	0.43	0.42	0.40	0.39	0.43	0.43	0.42	0.02	4.4
	4	0.62	0.69	0.62	0.63	0.61	0.62	0.63	0.03	4.4
	5	0.66	0.80	0.73	0.71	0.72	0.68	0.71	0.05	6.9
	6	0.79	0.68	0.78	0.74	0.79	0.73	0.75	0.04	5.5
2-硝基苯酚	1	0.67	0.96	1.12	1.03	0.95	0.85	0.93	0.16	17
	2	0.80	1.29	1.23	1.05	1.07	1.11	1.09	0.17	15
	3	1.09	1.14	1.13	1.15	1.06	1.08	1.11	0.04	3.3
	4	1.35	1.18	1.34	1.20	1.17	1.25	1.25	0.08	6.4
	5	1.15	0.87	1.12	1.00	1.06	1.06	1.04	0.10	9.7
	6	0.97	0.99	1.01	0.90	1.03	1.01	0.99	0.05	4.6
2,4-二氯苯酚	1	0.56	0.89	1.04	0.88	0.80	0.70	0.81	0.17	20
	2	0.81	1.14	1.05	0.99	0.97	1.07	1.00	0.11	11
	3	0.90	0.93	0.93	0.96	0.88	0.91	0.92	0.03	3.0
	4	1.00	0.92	1.00	0.94	1.00	1.03	0.98	0.04	4.2
	5	1.02	0.94	1.02	0.90	0.98	0.96	0.97	0.05	4.9
	6	0.98	1.06	1.04	0.92	0.97	0.95	0.99	0.05	5.5
4-氯-3-甲基苯酚	1	0.50	0.83	0.96	0.83	0.70	0.66	0.75	0.16	21
	2	0.77	1.07	0.95	0.90	0.91	0.98	0.93	0.10	11
	3	0.82	0.87	0.85	0.87	0.86	0.85	0.85	0.02	2.1
	4	0.95	1.00	0.96	0.92	0.94	0.94	0.95	0.03	2.8
	5	0.96	0.93	0.94	0.87	0.88	0.88	0.91	0.04	4.2
	6	0.87	1.04	1.05	0.94	1.00	0.95	0.97	0.07	7.0
2,4,6-三氯苯酚	1	0.60	0.98	1.14	1.02	0.93	0.82	0.91	0.18	20
	2	0.73	1.31	1.25	1.13	1.13	1.19	1.12	0.21	18
	3	1.10	1.15	1.13	1.19	1.13	1.09	1.13	0.04	3.4
	4	1.28	1.13	1.22	1.24	1.27	1.22	1.22	0.05	4.3
	5	1.23	1.12	1.22	1.12	1.15	1.13	1.16	0.05	4.5

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	6	0.99	1.01	0.97	0.92	0.96	0.95	0.97	0.03	3.1
2,4,5-三氯 苯酚	1	0.61	1.02	1.10	0.98	0.92	0.80	0.90	0.17	19
	2	0.98	1.32	1.21	1.08	1.04	1.14	1.13	0.12	11
	3	1.05	1.13	1.06	1.11	1.03	0.98	1.06	0.05	5.0
	4	1.21	1.04	1.13	1.17	1.17	1.12	1.14	0.06	5.2
	5	1.14	1.05	1.11	1.03	1.08	1.04	1.07	0.04	3.9
	6	0.99	1.02	0.99	0.93	0.96	0.97	0.98	0.03	3.1
4-硝基苯酚	1	0.61	1.06	1.20	1.40	0.99	0.79	1.01	0.28	28
	2	0.83	1.39	1.52	1.13	1.12	1.19	1.20	0.24	20
	3	1.14	1.23	1.16	1.28	1.12	1.08	1.17	0.07	6.4
	4	0.93	1.02	0.91	0.91	0.99	0.93	0.95	0.04	4.7
	5	1.20	0.90	0.99	0.89	1.07	1.07	1.02	0.12	12
	6	1.00	1.17	0.93	0.92	1.02	1.03	1.01	0.09	9.0
萘	1	0.63	0.83	0.90	0.72	0.70	0.61	0.73	0.11	16
	2	0.88	0.92	0.82	0.81	0.77	0.80	0.83	0.06	6.7
	3	0.73	0.76	0.75	0.74	0.70	0.67	0.72	0.03	4.7
	4	0.64	0.77	0.64	0.61	0.65	0.62	0.65	0.06	8.7
	5	0.54	0.47	0.54	0.47	0.53	0.47	0.50	0.04	7.2
	6	0.53	0.51	0.53	0.44	0.50	0.46	0.50	0.04	7.6
2-甲基萘	1	0.58	0.85	0.95	0.75	0.77	0.62	0.75	0.14	18
	2	0.81	0.94	0.81	0.81	0.76	0.85	0.83	0.06	7.6
	3	0.85	0.85	0.83	0.85	0.79	0.75	0.82	0.04	5.0
	4	0.93	1.05	0.87	0.87	0.80	0.83	0.89	0.09	10
	5	0.67	0.57	0.71	0.61	0.65	0.61	0.63	0.05	7.9
	6	0.73	0.67	0.72	0.63	0.70	0.64	0.68	0.04	6.4
2-氯萘	1	0.63	0.88	1.06	0.78	0.76	0.64	0.79	0.16	20
	2	0.89	0.97	0.88	0.83	0.81	0.91	0.88	0.06	6.8
	3	0.85	0.86	0.82	0.88	0.81	0.79	0.83	0.03	4.2
	4	0.96	1.01	0.90	0.92	0.82	0.88	0.91	0.07	7.2
	5	0.76	0.69	0.84	0.73	0.81	0.76	0.76	0.05	7.2
	6	0.92	0.83	0.89	0.80	0.82	0.79	0.84	0.05	6.3
蒽烯	1	0.57	0.85	0.96	0.80	0.73	0.64	0.76	0.14	19

化合物名称	实验 室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	2	0.94	0.98	0.93	0.83	0.80	0.85	0.89	0.07	8.0
	3	0.85	0.90	0.86	0.91	0.82	0.82	0.86	0.04	4.4
	4	1.00	1.03	0.92	0.95	0.90	0.94	0.95	0.05	5.3
	5	0.85	0.72	0.87	0.77	0.83	0.80	0.81	0.06	6.9
	6	0.89	0.84	0.86	0.77	0.83	0.80	0.83	0.04	4.9
	茚	1	0.73	1.01	1.11	0.93	0.82	0.74	0.89	0.15
2		0.96	1.13	1.03	0.97	0.95	1.04	1.01	0.07	6.8
3		0.94	0.99	0.90	0.96	0.89	0.88	0.93	0.04	4.5
4		1.05	0.91	0.98	1.00	0.93	0.98	0.97	0.05	5.2
5		0.96	0.88	1.01	0.90	0.96	0.91	0.94	0.05	5.2
6		0.79	0.93	1.01	0.88	0.91	0.91	0.90	0.07	7.7
芴	1	0.70	1.01	1.09	0.89	0.82	0.72	0.87	0.16	18
	2	0.95	1.18	1.11	1.01	0.98	1.09	1.05	0.09	8.4
	3	0.91	0.96	0.91	0.94	0.88	0.87	0.91	0.04	3.9
	4	1.01	1.06	0.98	1.01	0.95	0.95	0.99	0.04	4.2
	5	0.99	0.96	1.04	0.91	0.97	0.92	0.96	0.05	5.0
	6	0.83	0.96	1.01	0.93	0.92	0.93	0.93	0.06	6.4
菲	1	0.75	1.07	1.17	0.98	0.85	0.78	0.93	0.17	18
	2	1.27	1.27	1.19	1.06	1.09	1.17	1.17	0.09	7.5
	3	1.02	1.08	0.99	1.03	1.02	1.01	1.02	0.03	3.0
	4	1.02	1.02	1.00	1.01	1.01	1.01	1.01	0.01	0.7
	5	0.85	1.09	1.12	1.02	1.06	1.04	1.03	0.10	9.3
	6	1.06	1.00	1.04	0.94	0.92	0.93	0.98	0.06	6.1
蒽	1	0.56	0.90	1.03	0.84	0.74	0.67	0.79	0.17	21
	2	1.02	1.05	1.00	0.89	0.88	0.94	0.96	0.07	7.4
	3	0.88	0.95	0.86	0.92	0.85	0.87	0.89	0.04	4.2
	4	0.95	1.00	0.96	0.97	0.98	0.98	0.97	0.02	1.7
	5	0.93	0.88	0.94	0.82	0.91	0.85	0.89	0.05	5.2
	6	1.01	0.92	0.96	0.83	0.88	0.87	0.91	0.06	7.1
荧蒽	1	0.66	1.03	1.12	0.94	0.83	0.74	0.88	0.18	20
	2	1.17	1.21	1.17	1.00	1.05	1.11	1.12	0.08	7.3
	3	0.94	1.04	0.96	0.98	0.96	0.94	0.97	0.04	3.7

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	4	0.95	0.97	0.96	0.96	0.97	0.97	0.96	0.01	0.9
	5	1.03	1.04	1.07	0.95	1.00	1.01	1.01	0.04	4.2
	6	1.05	1.00	1.07	0.94	0.96	0.96	1.00	0.05	5.3
茈	1	0.67	1.08	1.22	1.00	0.89	0.80	0.94	0.20	21
	2	1.09	1.24	1.24	1.08	1.11	1.19	1.15	0.08	6.5
	3	1.05	1.10	1.03	1.07	1.04	1.07	1.06	0.03	2.5
	4	1.06	1.05	0.99	1.08	1.05	1.03	1.04	0.03	2.8
	5	0.90	1.11	1.16	1.05	1.13	1.07	1.07	0.09	8.6
	6	1.16	1.01	1.02	0.95	0.96	0.95	1.01	0.08	7.9
苯并(a)蒽	1	0.61	1.02	1.06	0.92	0.82	0.74	0.86	0.17	20
	2	0.81	1.18	1.13	0.99	1.02	1.07	1.03	0.13	12
	3	0.94	1.00	0.98	0.95	0.92	0.93	0.95	0.03	3.4
	4	1.05	1.06	1.02	1.06	1.04	1.02	1.04	0.02	1.9
	5	1.02	1.03	1.04	0.95	0.95	0.94	0.99	0.05	4.6
	6	1.06	1.00	1.03	0.92	0.97	0.95	0.99	0.05	5.4
蒽	1	0.57	0.97	1.07	0.87	0.83	0.68	0.83	0.18	22
	2	0.89	1.12	1.07	0.97	0.98	1.06	1.01	0.08	8.2
	3	0.91	0.98	0.91	0.92	0.89	0.90	0.92	0.03	3.4
	4	1.02	1.01	0.96	1.02	0.98	0.97	0.99	0.03	2.7
	5	0.98	0.99	1.00	0.89	0.97	0.93	0.96	0.04	4.4
	6	1.05	1.00	1.03	0.90	0.95	0.97	0.98	0.05	5.4
苯并(b)荧蒽	1	0.57	0.92	1.04	0.90	0.74	0.69	0.81	0.18	22
	2	0.88	1.10	1.01	0.92	0.93	1.00	0.97	0.08	8.0
	3	0.88	0.93	0.91	0.88	0.85	0.83	0.88	0.04	4.3
	4	0.97	0.98	0.94	0.96	0.96	0.92	0.95	0.02	2.4
	5	0.96	0.94	0.97	0.87	0.91	0.88	0.92	0.04	4.5
	6	1.16	1.13	1.01	0.93	0.96	0.94	1.02	0.10	9.8
苯并(k)荧蒽	1	0.59	0.94	1.08	0.93	0.78	0.70	0.83	0.18	22
	2	0.77	1.15	1.07	0.97	0.98	1.06	1.00	0.13	13
	3	0.89	0.99	0.92	0.92	0.88	0.88	0.91	0.04	4.4
	4	1.03	1.03	0.99	1.00	0.99	0.98	1.00	0.02	2.3
	5	1.00	0.98	0.99	0.92	0.95	0.95	0.96	0.03	3.0

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	6	0.87	0.84	0.83	0.83	0.86	0.80	0.84	0.03	3.0
苯并(a)芘	1	0.48	0.84	0.98	0.85	0.72	0.66	0.75	0.17	23
	2	0.74	1.00	0.96	0.84	0.83	0.88	0.87	0.09	11
	3	0.85	0.93	0.87	0.89	0.84	0.83	0.87	0.04	4.1
	4	0.97	0.97	0.94	0.96	0.95	0.92	0.95	0.02	2.3
	5	0.90	0.84	0.87	0.82	0.82	0.82	0.84	0.03	3.9
	6	0.94	0.93	0.88	0.88	0.88	0.84	0.89	0.04	4.3
茚并(1,2,3-cd)芘	1	0.51	0.88	1.01	0.86	0.70	0.65	0.77	0.18	23
	2	0.73	1.13	1.04	0.93	0.90	1.00	0.95	0.14	14
	3	0.88	0.97	0.90	0.92	0.87	0.85	0.89	0.04	4.6
	4	1.00	0.92	0.95	0.97	0.95	0.92	0.95	0.03	3.2
	5	0.88	0.91	0.87	0.84	0.86	0.86	0.87	0.02	2.8
	6	0.93	0.94	0.95	0.94	0.95	0.88	0.93	0.03	2.8
二苯并(a,h)蒽	1	0.55	0.92	1.06	0.90	0.74	0.67	0.80	0.19	23
	2	0.86	1.14	1.06	0.94	0.94	1.02	0.99	0.10	10
	3	0.89	0.98	0.90	0.91	0.86	0.85	0.90	0.05	5.3
	4	1.02	0.93	0.95	0.97	0.96	0.92	0.96	0.03	3.6
	5	0.93	0.92	0.91	0.86	0.86	0.87	0.89	0.03	3.7
	6	0.89	0.99	0.94	0.94	0.90	0.91	0.93	0.04	3.9
苯并(g,h,i)芘	1	0.63	0.99	1.15	0.97	0.80	0.72	0.87	0.20	22
	2	0.89	1.20	1.12	0.96	0.97	1.07	1.03	0.12	11
	3	0.93	1.01	0.94	0.95	0.92	0.88	0.94	0.04	4.7
	4	1.03	0.96	0.97	0.99	0.98	0.92	0.97	0.04	3.7
	5	0.94	0.93	0.94	0.86	0.88	0.89	0.90	0.03	3.7
	6	1.00	0.98	0.99	0.94	0.96	0.92	0.97	0.03	3.2
邻苯二甲酸二甲酯	1	0.67	0.98	1.11	0.94	0.85	0.76	0.88	0.16	18
	2	0.91	1.22	1.15	1.05	1.02	1.09	1.07	0.11	10
	3	0.89	0.97	0.90	0.90	0.87	0.89	0.90	0.04	4.0
	4	1.02	1.12	1.00	0.90	1.02	1.00	1.01	0.07	7.0
	5	1.07	1.01	1.09	0.97	1.02	0.98	1.02	0.05	4.8
	6	0.95	0.99	1.01	0.92	0.93	0.94	0.96	0.04	3.8
	1	0.55	0.94	1.08	0.90	0.81	0.72	0.83	0.18	22

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
邻苯二甲酸 二乙酯	2	1.06	1.21	1.12	1.03	1.02	1.12	1.09	0.07	6.6
	3	0.94	1.01	0.95	0.98	0.94	0.92	0.95	0.03	3.6
	4	1.08	1.13	1.04	1.05	1.05	1.03	1.06	0.04	3.4
	5	1.05	1.06	1.07	1.00	1.03	1.00	1.03	0.03	2.8
	6	1.07	0.99	1.04	1.00	0.98	1.01	1.02	0.04	3.5
	邻苯二甲酸 二丁酯	1	0.45	0.92	1.14	0.99	0.87	0.78	0.86	0.23
2		1.28	1.24	1.24	1.08	1.12	1.18	1.19	0.08	6.7
3		0.99	1.12	0.99	1.05	0.98	1.04	1.03	0.05	5.3
4		1.15	1.29	1.11	1.13	1.23	1.17	1.18	0.07	5.8
5		1.16	1.11	1.16	0.98	0.84	1.10	1.06	0.12	12
6		1.13	1.01	1.08	0.95	1.05	0.96	1.03	0.07	6.8
邻苯二甲酸 丁苄酯	1	1.05	0.55	0.71	0.70	0.54	0.45	0.67	0.21	32
	2	0.87	0.90	0.90	0.80	0.82	0.90	0.87	0.04	5.2
	3	0.76	0.87	0.85	0.88	0.84	0.85	0.84	0.04	5.2
	4	1.00	0.99	0.94	0.99	1.00	0.92	0.97	0.03	3.6
	5	0.95	0.91	0.92	0.81	0.87	0.86	0.89	0.05	5.6
	6	1.02	0.96	1.03	0.92	0.92	0.95	0.97	0.05	5.2
邻苯二甲酸 二正辛酯	1	1.35	0.69	0.90	0.84	0.69	0.58	0.84	0.27	32
	2	1.04	1.12	1.15	1.02	1.06	1.15	1.09	0.06	5.2
	3	0.94	1.14	1.14	1.13	1.07	1.06	1.08	0.08	7.0
	4	1.08	1.40	1.23	1.29	1.28	1.22	1.25	0.11	8.5
	5	1.31	1.16	1.10	1.09	1.18	1.15	1.16	0.08	6.7
	6	1.02	1.09	1.01	0.94	1.01	0.98	1.01	0.05	4.9
N-亚硝基二 甲胺	1	1.01	0.84	0.74	0.77	0.72	0.64	0.78	0.13	16
	2	0.91	0.81	0.80	0.77	0.83	0.82	0.82	0.05	5.6
	3	0.73	0.81	0.75	0.77	0.71	0.75	0.75	0.03	4.5
	4	0.79	0.99	0.76	0.88	0.78	0.85	0.84	0.09	10
	5	0.80	0.78	0.79	0.76	0.84	0.80	0.79	0.03	3.2
	6	0.94	0.80	0.89	0.85	0.88	0.85	0.87	0.05	5.7
N-亚硝基二 正丙胺	1	0.55	0.82	1.01	0.79	0.77	0.63	0.76	0.16	21
	2	0.93	1.09	1.01	0.97	0.97	1.03	1.00	0.06	5.7
	3	0.83	0.85	0.86	0.88	0.86	0.78	0.84	0.03	4.0

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	4	0.93	0.99	0.96	0.81	0.88	0.92	0.91	0.06	7.0
	5	0.87	0.76	0.92	0.81	0.89	0.83	0.85	0.06	6.9
	6	0.98	0.92	1.05	0.92	0.97	0.90	0.96	0.06	5.9
硝基苯	1	1.26	0.79	0.98	0.75	0.75	0.62	0.86	0.23	27
	2	0.76	1.09	0.97	0.98	0.89	0.98	0.94	0.11	12
	3	0.84	0.90	0.86	0.86	0.79	0.82	0.84	0.04	4.7
	4	1.01	0.92	0.92	0.86	0.85	0.90	0.91	0.06	6.4
	5	0.74	0.57	0.77	0.67	0.71	0.66	0.69	0.07	10
	6	0.74	0.70	0.76	0.65	0.75	0.67	0.71	0.05	6.4
异佛尔酮	1	0.66	0.95	1.15	0.93	0.85	0.76	0.88	0.17	19
	2	0.94	1.17	1.11	1.03	1.04	1.13	1.07	0.08	7.8
	3	0.89	0.94	0.95	0.95	0.90	0.92	0.92	0.02	2.6
	4	0.98	1.05	0.97	0.89	0.95	0.99	0.97	0.05	5.4
	5	0.97	0.88	0.99	0.89	0.97	0.93	0.94	0.04	4.7
	6	0.86	0.96	1.02	0.94	1.00	0.94	0.95	0.06	5.9
2,6-二硝基 甲苯	1	0.42	0.79	0.88	0.71	0.66	0.58	0.67	0.16	24
	2	0.81	1.00	1.02	0.87	0.86	0.93	0.91	0.08	8.9
	3	0.75	0.83	0.78	0.83	0.74	0.75	0.78	0.04	5.4
	4	0.87	0.92	0.83	0.83	0.86	0.84	0.86	0.04	4.2
	5	0.85	0.83	0.91	0.78	0.86	0.81	0.84	0.05	5.4
	6	1.02	1.01	1.04	0.94	0.98	0.96	0.99	0.04	3.9
2,4-二硝基 甲苯	1	0.52	0.98	1.07	0.90	0.79	0.69	0.82	0.20	24
	2	0.83	1.21	1.18	1.04	1.00	1.10	1.06	0.14	13
	3	0.91	0.93	0.93	0.96	0.87	0.90	0.91	0.03	3.2
	4	1.04	1.09	0.97	0.99	1.00	0.99	1.01	0.04	4.4
	5	1.03	0.99	1.03	0.89	0.97	0.93	0.97	0.06	5.7
	6	1.00	0.99	1.02	0.95	0.96	0.98	0.98	0.03	2.8
偶氮苯	1	0.58	0.90	0.98	0.81	0.73	0.67	0.78	0.15	19
	2	1.09	1.07	1.05	0.92	0.94	1.01	1.01	0.07	7.1
	3	0.84	0.92	0.85	0.88	0.83	0.85	0.86	0.03	3.8
	4	0.93	0.94	0.91	0.90	0.93	0.95	0.93	0.02	1.9
	5	0.93	0.91	0.91	0.84	0.88	0.85	0.88	0.04	4.0

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	6	1.06	1.01	1.04	0.91	0.98	0.93	0.99	0.06	6.1
二(2-氯乙基)醚	1	0.62	0.79	0.91	0.71	0.75	1.14	0.82	0.18	22
	2	0.80	1.00	0.87	0.92	0.80	0.86	0.87	0.08	8.8
	3	0.78	0.85	0.76	0.80	0.71	0.68	0.76	0.06	7.8
	4	0.69	0.95	0.70	0.64	0.66	0.69	0.72	0.11	16
	5	0.53	0.41	0.58	0.47	0.53	0.48	0.50	0.06	12
	6	0.58	0.53	0.57	0.48	0.53	0.48	0.53	0.04	8.1
二(2-氯乙氧基)甲烷	1	0.72	0.98	1.12	0.90	0.85	0.73	0.88	0.15	17
	2	0.90	1.21	1.11	1.05	1.03	1.14	1.07	0.11	10
	3	0.92	0.96	0.92	0.94	0.88	0.88	0.91	0.03	3.5
	4	1.01	1.08	0.97	0.92	0.91	0.98	0.98	0.06	6.2
	5	0.99	0.89	1.03	0.87	0.99	0.92	0.95	0.06	6.5
	6	1.06	1.00	1.08	0.91	0.97	0.93	0.99	0.07	7.0
4-氯二苯基醚	1	0.67	0.98	1.05	0.87	0.79	0.70	0.84	0.15	18
	2	0.90	1.13	1.04	0.99	0.99	1.07	1.02	0.08	7.7
	3	0.87	0.92	0.87	0.91	0.86	0.84	0.88	0.03	3.4
	4	0.99	1.01	0.92	0.97	0.93	0.95	0.96	0.04	3.9
	5	0.90	0.95	0.95	0.89	0.95	0.88	0.92	0.03	3.6
	6	1.09	1.00	1.02	0.94	0.97	0.98	1.00	0.05	5.2
4-溴二苯基醚	1	0.64	0.96	1.05	0.88	0.77	0.69	0.83	0.16	19
	2	1.03	1.12	1.08	0.98	0.97	1.05	1.04	0.06	5.8
	3	0.89	0.96	0.88	0.89	0.87	0.84	0.89	0.04	4.7
	4	0.98	1.01	0.97	0.98	0.98	0.97	0.98	0.01	1.4
	5	0.98	0.97	0.98	0.90	0.95	0.90	0.95	0.04	4.1
	6	1.08	1.01	1.06	0.97	0.98	0.96	1.01	0.05	5.0
六氯苯	1	0.63	0.89	1.03	0.84	0.74	0.66	0.80	0.15	19
	2	0.98	1.07	1.05	0.90	0.93	0.99	0.99	0.07	6.8
	3	0.83	0.90	0.84	0.88	0.80	0.80	0.84	0.04	4.8
	4	0.92	0.94	0.92	0.88	0.93	0.91	0.92	0.02	2.1
	5	0.94	0.94	0.94	0.85	0.87	0.86	0.90	0.04	4.8
	6	1.05	0.98	1.02	0.89	0.95	0.90	0.96	0.06	6.6
4-氯苯胺	1	0.93	0.58	0.62	0.54	0.51	0.48	0.61	0.17	27

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	2	0.80	0.67	0.65	0.76	0.66	0.88	0.73	0.09	13
	3	0.47	0.65	0.49	0.52	0.49	0.45	0.51	0.07	14
	4	0.49	0.64	0.52	0.50	0.53	0.55	0.54	0.06	10
	5	0.50	0.71	0.44	0.54	0.55	0.48	0.54	0.09	17
	6	0.47	0.50	0.42	0.50	0.50	0.49	0.48	0.03	6.0
	2-硝基苯胺	1	1.21	0.67	0.80	0.65	0.58	0.51	0.74	0.25
2		0.87	0.89	0.84	0.79	0.74	0.82	0.82	0.05	6.5
3		0.66	0.76	0.69	0.72	0.70	0.64	0.69	0.04	6.0
4		0.79	0.85	0.73	0.72	0.76	0.76	0.77	0.05	6.3
5		0.76	0.74	0.78	0.69	0.70	0.71	0.73	0.04	5.0
6		0.98	0.99	1.00	0.92	0.98	0.96	0.97	0.03	3.0
3-硝基苯胺	1	0.51	0.82	0.95	0.79	0.73	0.70	0.75	0.15	20
	2	1.04	1.02	0.96	0.90	0.92	0.94	0.96	0.06	5.8
	3	0.79	0.83	0.81	0.82	0.80	0.82	0.81	0.02	2.1
	4	0.91	0.97	0.92	0.84	0.89	0.90	0.90	0.04	4.7
	5	0.90	0.92	0.94	0.90	0.86	0.88	0.90	0.03	3.2
	6	0.97	0.94	0.95	0.94	0.91	0.95	0.95	0.02	2.0
二苯并呋喃	1	0.74	1.06	1.13	0.93	0.86	0.78	0.91	0.15	17
	2	0.99	1.23	1.12	1.04	1.01	1.10	1.08	0.09	8.1
	3	0.95	0.99	0.96	0.98	0.92	0.90	0.95	0.03	3.5
	4	1.07	1.10	1.02	1.04	1.01	1.00	1.04	0.04	3.7
	5	1.02	1.00	1.08	0.97	0.99	0.96	1.00	0.04	4.2
	6	0.94	0.95	0.99	0.92	0.94	0.93	0.94	0.02	2.6
4-硝基苯胺	1	0.36	0.69	0.83	0.66	0.60	0.56	0.61	0.16	26
	2	0.71	0.90	0.84	0.78	0.80	0.82	0.81	0.06	7.9
	3	0.77	0.71	0.68	0.70	0.67	0.70	0.70	0.03	4.9
	4	0.79	0.86	0.80	0.72	0.77	0.78	0.78	0.05	5.8
	5	0.78	0.81	0.82	0.78	0.73	0.76	0.78	0.03	4.0
	6	1.01	0.94	0.95	0.94	0.91	0.95	0.95	0.04	3.7
咪唑	1	0.58	0.95	1.08	0.90	0.79	0.73	0.84	0.18	21
	2	1.05	1.17	1.11	0.95	0.99	1.07	1.05	0.08	7.5
	3	0.91	0.99	0.92	0.96	0.92	0.94	0.94	0.03	3.4

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	4	1.03	1.05	1.01	1.01	1.05	1.03	1.03	0.02	1.8
	5	1.02	1.00	1.01	0.91	0.98	0.93	0.97	0.04	4.6
	6	1.07	0.99	1.01	0.91	0.95	0.92	0.97	0.06	6.3

附表 1-2-2 SVOC 空白加标 2.5mg/kg, 6家实验室精密度测试原始数据

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
苯酚	1	2.59	2.33	2.64	2.26	2.29	2.32	2.40	0.16	6.8
	2	2.38	2.53	2.53	2.40	2.24	2.29	2.39	0.12	5.0
	3	1.52	1.54	1.65	1.86	1.69	1.83	1.68	0.14	8.4
	4	2.34	2.14	2.55	2.69	2.59	2.41	2.45	0.20	8.1
	5	2.44	2.25	2.47	2.16	2.22	1.99	2.25	0.18	8.0
	6	2.51	1.83	1.96	1.30	1.49	1.60	1.78	0.43	24
2-氯苯酚	1	2.40	2.35	2.62	2.13	2.06	2.19	2.29	0.20	8.9
	2	2.32	2.28	2.33	2.22	1.88	2.02	2.17	0.19	8.5
	3	2.11	2.03	1.96	2.02	1.95	2.08	2.02	0.06	3.0
	4	2.14	2.09	2.42	2.53	2.38	2.22	2.29	0.17	7.6
	5	2.12	1.79	2.19	1.76	1.94	1.60	1.90	0.23	12
	6	2.16	2.07	2.12	2.01	2.08	2.19	2.10	0.06	3.0
2-甲基苯酚	1	1.55	1.48	1.61	1.73	1.73	1.63	1.62	0.10	6.0
	2	1.34	1.34	1.58	1.34	1.20	1.28	1.34	0.13	9.5
	3	0.91	0.95	0.98	0.87	0.97	0.91	0.93	0.04	4.5
	4	1.61	1.71	1.81	1.84	1.71	1.63	1.72	0.09	5.4
	5	1.32	1.31	1.39	1.34	1.31	1.15	1.30	0.08	6.2
	6	1.70	1.43	1.44	1.35	1.54	1.65	1.52	0.14	8.9
2-硝基苯酚	1	2.33	2.40	2.81	2.18	1.95	2.33	2.33	0.28	12
	2	2.49	2.64	2.46	2.53	2.17	2.41	2.45	0.16	6.4
	3	2.40	2.50	2.12	2.67	2.20	2.51	2.40	0.21	8.6
	4	2.63	2.33	2.61	2.67	2.67	2.74	2.61	0.15	5.6
	5	2.27	2.01	2.62	1.98	2.27	2.09	2.21	0.24	11
	6	2.34	2.41	2.54	2.26	2.38	2.49	2.40	0.10	4.3

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2,4-二氯苯酚	1	2.30	2.31	2.94	2.23	2.10	2.37	2.37	0.29	12
	2	2.32	2.49	2.39	2.51	2.21	2.31	2.37	0.11	4.9
	3	2.33	2.35	2.16	2.57	2.06	2.36	2.30	0.18	7.7
	4	2.61	2.77	2.65	2.62	2.65	2.73	2.67	0.06	2.4
	5	2.41	2.42	2.50	2.28	2.24	2.34	2.36	0.10	4.1
	6	2.49	2.59	2.55	2.44	2.60	2.68	2.56	0.08	3.3
4-氯-3-甲基苯酚	1	2.25	2.25	2.79	2.31	2.04	2.11	2.29	0.26	11
	2	2.29	2.47	2.32	2.18	2.15	1.99	2.23	0.16	7.4
	3	2.03	1.96	1.83	2.28	1.88	2.01	2.00	0.16	7.9
	4	2.24	2.32	2.29	2.42	2.34	2.40	2.33	0.07	2.9
	5	2.12	2.22	2.38	2.03	2.11	2.44	2.21	0.16	7.5
	6	2.07	2.28	2.22	2.05	2.16	2.64	2.23	0.22	9.7
2,4,6-三氯苯酚	1	2.15	2.37	2.88	2.34	1.96	2.33	2.34	0.31	13
	2	2.26	2.28	2.42	2.42	2.04	2.24	2.28	0.14	6.2
	3	2.25	2.47	2.36	2.13	2.32	2.25	2.30	0.12	5.0
	4	2.58	2.40	2.68	2.91	2.64	3.07	2.71	0.24	8.8
	5	2.08	2.59	2.40	2.21	2.58	2.31	2.36	0.21	8.7
	6	2.11	2.54	2.60	2.31	2.73	2.82	2.52	0.27	11
2,4,5-三氯苯酚	1	2.11	2.44	2.57	2.40	2.18	2.40	2.35	0.17	7.4
	2	2.48	2.34	2.30	2.36	2.27	2.40	2.36	0.07	3.2
	3	2.47	2.50	2.43	2.49	2.24	2.26	2.40	0.12	4.8
	4	2.38	2.37	2.52	2.69	2.51	2.95	2.57	0.22	8.5
	5	2.22	2.45	2.44	2.12	2.32	2.22	2.29	0.13	5.8
	6	2.44	2.60	2.29	2.68	2.84	2.45	2.55	0.20	7.7
4-硝基苯酚	1	2.07	2.25	2.37	2.25	1.82	2.45	2.20	0.23	10
	2	2.38	2.61	2.42	2.57	2.44	2.55	2.49	0.10	3.8
	3	2.57	2.82	2.72	2.58	2.58	2.83	2.68	0.12	4.6
	4	2.89	2.90	2.82	2.68	2.79	2.99	2.84	0.11	3.8
	5	2.72	2.60	3.04	2.85	2.60	2.96	2.79	0.18	6.6
	6	2.78	2.84	3.00	2.85	2.78	2.95	2.87	0.09	3.1
萘	1	2.09	2.01	2.32	1.93	1.76	1.90	2.00	0.19	9.6
	2	1.63	1.37	1.59	1.78	1.34	1.63	1.55	0.17	11

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	3	1.66	1.74	1.61	1.87	1.72	1.82	1.73	0.10	5.7
	4	1.10	1.10	1.31	1.10	1.18	1.24	1.17	0.09	7.7
	5	1.16	1.07	1.32	1.03	1.10	0.98	1.11	0.12	11
	6	1.20	1.72	1.54	1.62	1.57	1.60	1.54	0.18	12
	1	2.08	2.21	2.36	2.25	2.08	2.25	2.20	0.11	5.0
	2	1.86	1.62	2.02	2.02	1.48	1.72	1.78	0.22	12
2-甲基萘	3	2.26	2.02	1.81	2.27	1.93	2.19	2.08	0.19	9.2
	4	1.86	1.60	2.14	1.87	1.97	2.05	1.91	0.19	9.9
	5	1.68	1.35	1.93	1.30	1.53	1.46	1.54	0.23	15
	6	1.72	1.73	1.71	1.70	1.78	1.86	1.75	0.06	3.5
	1	2.44	2.48	2.23	2.71	2.35	2.58	2.46	0.17	6.8
	2	2.14	1.80	2.43	2.08	1.81	1.90	2.02	0.24	12
2-氯萘	3	2.23	2.44	2.26	2.43	2.26	2.28	2.31	0.09	4.0
	4	2.24	2.04	2.22	2.37	2.33	2.89	2.35	0.29	12
	5	1.80	1.95	2.41	1.85	2.07	1.85	1.99	0.23	12
	6	2.31	1.92	2.03	2.11	2.03	2.30	2.12	0.16	7.5
	1	2.50	2.29	2.74	2.23	1.95	2.32	2.34	0.27	11
	2	2.38	1.71	2.15	2.29	1.97	2.29	2.13	0.25	12
萘烯	3	2.25	2.39	2.39	2.50	1.84	2.37	2.29	0.23	10
	4	2.39	2.29	2.55	2.42	2.58	3.14	2.56	0.30	12
	5	2.15	1.97	2.59	2.08	2.28	2.14	2.20	0.22	9.9
	6	2.09	2.19	1.99	2.29	2.35	2.58	2.25	0.21	9.3
	1	2.37	2.68	2.39	2.54	2.18	2.72	2.48	0.21	8.3
	2	2.41	2.06	2.59	2.45	2.01	2.13	2.27	0.24	10
萘	3	2.23	2.38	2.13	2.30	2.43	2.23	2.28	0.11	4.9
	4	2.49	2.03	2.28	2.34	2.61	3.05	2.46	0.35	14
	5	2.55	2.09	2.52	2.12	2.41	2.09	2.30	0.22	9.7
	6	2.36	2.38	2.14	2.35	2.34	2.52	2.35	0.12	5.2
	1	2.45	2.60	2.51	2.78	2.30	2.76	2.57	0.18	7.2
	2	2.43	2.13	2.49	2.46	2.11	2.17	2.30	0.18	7.8
芴	3	2.20	2.32	1.98	2.45	2.29	2.30	2.25	0.16	7.0
	4	2.48	2.59	2.33	2.43	2.67	3.00	2.58	0.24	9.2

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	5	2.43	2.57	2.66	2.30	2.45	2.42	2.47	0.13	5.2
	6	2.41	2.58	2.58	2.35	2.52	2.92	2.56	0.20	7.7
菲	1	3.14	2.71	2.66	2.75	2.55	2.69	2.75	0.20	7.3
	2	2.50	2.23	3.05	3.10	2.76	2.70	2.72	0.33	12
	3	2.84	2.62	2.51	2.70	2.69	2.63	2.66	0.11	4.0
	4	3.22	3.05	2.99	2.81	2.61	2.88	2.92	0.21	7.2
	5	3.07	2.65	2.27	2.67	2.74	2.49	2.65	0.27	10
	6	2.72	2.69	2.81	2.67	2.58	2.92	2.73	0.12	4.4
蒽	1	2.94	2.84	2.52	2.65	2.66	2.66	2.71	0.15	5.6
	2	2.82	2.02	2.87	2.70	2.57	2.75	2.62	0.31	12
	3	2.87	2.62	2.27	2.67	2.63	2.49	2.59	0.20	7.7
	4	3.17	2.55	2.92	2.76	3.14	2.99	2.92	0.24	8.1
	5	3.02	2.60	2.12	2.63	3.03	2.57	2.66	0.34	13
	6	3.06	2.75	2.95	3.02	2.47	2.93	2.86	0.22	7.7
荧蒽	1	3.34	3.19	2.61	2.60	2.67	2.65	2.84	0.33	12
	2	2.84	2.03	3.15	3.09	3.02	3.14	2.88	0.43	15
	3	2.60	2.65	2.51	2.72	2.52	2.48	2.58	0.09	3.6
	4	3.32	2.99	3.12	2.41	3.20	3.16	3.03	0.32	11
	5	3.00	2.79	2.38	2.48	3.22	2.50	2.73	0.33	12
	6	2.88	2.68	3.05	2.98	2.84	2.93	2.89	0.13	4.4
芘	1	2.80	2.55	2.47	2.79	2.53	2.68	2.64	0.14	5.3
	2	2.64	2.30	2.72	2.76	2.55	2.56	2.59	0.16	6.3
	3	2.55	2.56	2.16	2.50	2.76	2.14	2.44	0.24	10
	4	2.69	3.36	2.74	2.49	3.01	2.91	2.87	0.30	10
	5	3.19	2.47	2.08	2.62	2.97	2.68	2.67	0.39	14
	6	3.16	2.69	2.52	2.47	2.69	2.37	2.65	0.28	11
苯并(a)蒽	1	2.47	2.32	1.63	2.52	2.38	2.47	2.30	0.34	15
	2	2.35	2.14	2.37	2.14	2.40	2.12	2.25	0.13	5.9
	3	2.32	2.23	2.07	2.11	2.19	2.26	2.19	0.09	4.3
	4	2.72	2.72	2.44	2.09	2.46	2.74	2.53	0.26	10
	5	2.61	2.29	2.70	2.01	2.62	2.70	2.49	0.28	11
	6	2.48	2.63	2.24	1.98	2.52	2.26	2.35	0.24	10

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
蒽	1	2.37	2.62	2.11	2.28	2.12	2.33	2.30	0.19	8.1
	2	2.25	2.12	2.50	2.08	1.94	2.04	2.15	0.20	9.1
	3	2.16	2.10	1.93	2.16	2.37	2.01	2.12	0.15	7.1
	4	2.55	3.05	2.23	2.29	2.51	2.48	2.52	0.29	11
	5	2.79	2.26	2.33	1.92	2.39	2.38	2.34	0.28	12
	6	2.60	2.51	2.44	2.16	2.72	2.42	2.47	0.19	7.7
苯并(b)荧 蒽	1	2.42	2.27	2.26	2.05	1.80	2.00	2.13	0.23	11
	2	2.31	1.98	2.25	2.00	1.85	2.15	2.09	0.17	8.3
	3	2.07	2.31	2.23	1.97	2.08	2.11	2.12	0.12	5.8
	4	2.89	2.18	2.27	2.00	1.92	2.79	2.34	0.41	17
	5	2.21	2.15	2.33	2.48	2.19	2.34	2.28	0.13	5.5
	6	2.63	2.30	2.37	2.03	2.40	2.21	2.32	0.20	8.7
苯并(k)荧 蒽	1	2.78	2.51	2.49	2.18	1.97	2.56	2.41	0.29	12
	2	2.58	2.14	2.01	2.76	1.97	2.27	2.29	0.32	14
	3	2.51	2.22	2.26	2.62	2.21	2.22	2.34	0.18	7.7
	4	3.10	2.49	2.66	2.24	2.72	2.90	2.68	0.30	11
	5	2.49	2.52	2.73	2.91	2.51	2.46	2.60	0.18	6.9
	6	3.01	2.63	2.71	2.28	2.43	2.87	2.65	0.27	10
苯并(a)芘	1	2.40	2.20	2.55	1.79	1.72	1.98	2.10	0.33	16
	2	2.17	1.88	2.41	2.35	1.82	2.01	2.10	0.24	12
	3	2.01	2.22	2.00	2.26	2.02	2.09	2.10	0.11	5.5
	4	2.67	2.15	2.43	1.94	2.47	2.66	2.38	0.29	12
	5	2.15	1.83	2.31	2.18	2.34	1.78	2.10	0.24	11
	6	2.40	2.37	2.37	1.94	2.51	2.68	2.38	0.25	10
茚并(1,2,3- cd)芘	1	2.41	2.42	2.73	2.09	2.14	2.34	2.35	0.23	9.8
	2	2.40	2.11	2.20	2.30	1.88	2.32	2.20	0.19	8.5
	3	2.24	2.46	2.18	2.40	2.10	2.20	2.26	0.14	6.1
	4	2.69	2.38	2.43	2.05	2.52	2.85	2.48	0.28	11
	5	1.97	2.25	2.21	2.34	2.15	2.25	2.19	0.13	5.8
	6	2.77	2.48	2.43	2.13	2.21	2.60	2.43	0.24	9.8
二苯并(a,h) 蒽	1	2.30	2.71	2.89	2.27	2.22	2.59	2.50	0.27	11
	2	2.39	2.11	2.60	2.56	2.17	2.42	2.37	0.20	8.4

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)	
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次				
	3	2.32	2.46	2.21	2.52	2.33	2.58	2.40	0.14	5.8	
	4	2.91	2.57	2.60	2.11	2.51	2.79	2.58	0.28	11	
	5	2.53	2.04	2.78	2.93	2.62	2.21	2.52	0.34	13	
	6	2.54	2.59	2.70	2.37	2.66	2.57	2.57	0.12	4.5	
	苯并(g,h,i) 花	1	2.56	2.68	2.63	2.50	2.31	2.63	2.55	0.14	5.3
		2	2.46	2.17	2.69	2.47	2.19	2.43	2.40	0.19	8.1
3		2.58	2.27	2.19	2.74	2.41	2.69	2.48	0.23	9.1	
4		2.75	2.72	2.47	2.38	2.62	2.84	2.63	0.18	6.7	
5		2.50	2.23	2.34	2.68	2.45	2.47	2.44	0.15	6.3	
6		2.77	2.62	2.24	2.14	2.53	2.78	2.51	0.27	11	
邻苯二甲酸 二甲酯	1	2.48	2.64	2.24	2.85	2.17	2.49	2.48	0.25	10	
	2	2.48	2.12	2.48	2.45	2.28	2.45	2.38	0.15	6.1	
	3	2.08	2.06	2.23	2.34	2.03	2.01	2.12	0.13	6.2	
	4	2.54	2.42	2.26	2.49	2.65	3.10	2.57	0.29	11	
	5	2.43	2.61	2.54	2.40	2.45	2.27	2.45	0.12	4.7	
	6	2.62	2.39	2.24	1.93	2.41	2.44	2.34	0.23	9.9	
邻苯二甲酸 二乙酯	1	2.73	2.66	2.17	2.82	2.52	2.72	2.60	0.24	9.0	
	2	2.49	2.08	2.91	2.42	2.48	2.59	2.49	0.27	11	
	3	2.55	2.56	2.40	2.36	2.44	2.43	2.45	0.08	3.3	
	4	2.75	2.75	2.61	2.66	2.70	3.44	2.82	0.31	11	
	5	2.73	2.03	2.69	2.59	2.79	2.63	2.57	0.28	11	
	6	2.46	2.48	2.38	2.18	2.65	2.83	2.50	0.22	9.0	
邻苯二甲酸 二丁酯	1	2.57	3.02	2.94	2.95	2.72	2.82	2.83	0.17	5.9	
	2	2.67	2.50	2.87	2.81	2.64	2.78	2.71	0.13	4.9	
	3	2.47	2.71	2.41	2.89	2.78	3.01	2.71	0.23	8.7	
	4	3.25	2.94	3.23	2.50	3.00	2.89	2.97	0.27	9.2	
	5	3.09	2.70	2.15	2.70	2.82	2.53	2.66	0.31	12	
	6	3.35	2.45	2.92	2.93	3.26	2.82	2.95	0.33	11	
邻苯二甲酸 丁苯酯	1	2.33	2.59	2.20	2.31	2.26	2.35	2.34	0.13	5.7	
	2	2.35	1.82	2.29	2.15	2.09	2.27	2.16	0.19	8.9	
	3	2.11	2.13	2.01	2.11	2.37	2.48	2.20	0.18	8.2	
	4	2.54	2.81	2.36	2.18	2.45	2.37	2.45	0.21	8.7	

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	5	2.47	2.21	2.50	2.13	2.58	2.35	2.37	0.18	7.4
	6	2.46	2.11	2.16	2.10	2.76	2.35	2.32	0.26	11
邻苯二甲酸 二正辛酯	1	2.77	2.75	2.85	2.61	2.46	2.73	2.69	0.14	5.2
	2	2.64	2.29	2.72	2.86	2.36	2.61	2.58	0.22	8.4
	3	2.46	2.77	2.35	2.80	2.48	2.48	2.55	0.18	7.2
	4	2.99	2.85	2.83	2.34	2.97	3.40	2.89	0.34	12
	5	2.69	2.64	2.83	2.19	2.83	2.63	2.63	0.24	9.0
	6	2.28	2.82	2.83	2.48	2.92	2.55	2.64	0.25	9.4
N-亚硝基二 甲胺	1	2.33	2.10	2.26	1.89	1.89	1.88	2.06	0.20	9.9
	2	1.98	2.11	2.11	1.97	1.87	2.05	2.01	0.09	4.7
	3	1.98	2.05	1.85	1.72	1.76	1.78	1.85	0.13	7.1
	4	1.77	1.57	2.34	1.97	2.07	1.95	1.94	0.26	13
	5	1.98	1.81	2.05	1.57	1.98	1.55	1.82	0.22	12
	6	2.14	1.96	1.85	1.74	1.84	1.77	1.88	0.15	7.7
N-亚硝基二 正丙胺	1	2.52	2.44	2.67	2.17	2.18	2.28	2.37	0.20	8.5
	2	2.50	2.47	2.38	2.36	2.20	2.18	2.34	0.13	5.7
	3	2.27	2.31	2.04	2.16	2.13	2.23	2.19	0.10	4.6
	4	2.45	2.27	2.54	2.73	2.53	2.54	2.51	0.15	5.9
	5	2.26	1.88	2.47	1.88	1.98	1.90	2.06	0.25	12
	6	2.38	2.27	2.40	2.33	2.48	2.48	2.39	0.08	3.5
硝基苯	1	1.93	2.06	2.49	1.95	1.80	2.10	2.05	0.24	12
	2	1.92	2.15	2.05	1.93	1.64	1.84	1.92	0.18	9.2
	3	2.03	1.93	1.79	2.13	1.89	1.98	1.96	0.12	6.1
	4	1.58	1.47	1.83	1.74	1.76	1.80	1.69	0.14	8.3
	5	1.47	1.19	1.69	1.22	1.38	1.19	1.35	0.20	15
	6	1.50	2.02	1.85	1.89	1.88	1.92	1.84	0.18	9.7
异佛尔酮	1	2.43	2.53	2.92	2.40	2.20	2.34	2.47	0.25	10
	2	2.38	2.62	2.46	2.48	2.27	2.34	2.42	0.12	5.0
	3	2.40	2.39	2.20	2.65	2.13	2.45	2.37	0.19	7.9
	4	2.66	2.57	2.61	2.70	2.63	2.41	2.59	0.10	3.8
	5	2.40	2.20	2.66	2.11	2.25	2.25	2.31	0.19	8.4
	6	2.43	2.55	2.51	2.41	2.60	2.62	2.52	0.09	3.5

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2,6-二硝基 甲苯	1	2.41	2.55	3.16	2.30	2.08	2.21	2.45	0.38	16
	2	2.29	2.23	2.26	2.62	2.20	2.27	2.31	0.15	6.6
	3	2.21	2.42	2.15	2.19	2.06	2.33	2.22	0.13	5.8
	4	2.43	2.30	2.39	2.89	2.51	2.43	2.49	0.21	8.3
	5	2.56	2.32	2.69	2.09	2.39	2.18	2.37	0.23	9.6
	6	2.48	2.74	2.61	2.45	2.75	2.70	2.62	0.13	5.1
2,4-二硝基 甲苯	1	2.41	2.47	3.02	2.65	2.29	2.48	2.55	0.26	10
	2	2.30	2.46	2.51	2.44	2.23	2.53	2.41	0.12	5.0
	3	2.10	2.58	2.43	2.45	2.20	2.19	2.32	0.19	8.1
	4	2.60	2.21	2.40	2.76	2.57	2.17	2.45	0.23	9.5
	5	2.50	2.63	2.49	2.19	2.48	2.41	2.45	0.15	6.0
	6	2.52	2.67	2.50	2.42	2.60	2.79	2.58	0.13	5.1
偶氮苯	1	2.84	2.76	2.78	2.41	2.43	2.29	2.58	0.24	9.1
	2	2.47	2.52	2.53	2.52	2.34	2.47	2.47	0.07	2.8
	3	2.48	2.38	2.24	2.35	2.33	2.41	2.36	0.08	3.4
	4	2.98	2.52	2.88	2.73	2.80	2.29	2.70	0.25	9.4
	5	2.49	2.34	2.69	2.24	2.44	2.26	2.41	0.17	6.9
	6	2.98	2.38	2.58	2.49	2.86	2.60	2.65	0.23	8.6
二(2-氯乙 基)醚	1	2.14	1.99	2.28	1.84	1.83	1.84	1.98	0.19	9.5
	2	1.87	1.86	1.83	1.79	1.52	1.74	1.77	0.13	7.3
	3	1.76	1.77	1.69	1.71	1.78	1.75	1.74	0.04	2.1
	4	1.09	1.19	1.41	1.30	1.34	1.18	1.25	0.12	9.6
	5	1.17	0.83	1.35	0.89	0.98	0.88	1.01	0.20	20
	6	1.68	1.83	1.81	1.91	1.76	1.83	1.80	0.08	4.3
二(2-氯乙 氧基)甲烷	1	2.41	2.36	2.86	2.26	2.09	2.27	2.37	0.26	11
	2	2.43	2.48	2.28	2.48	2.14	2.22	2.34	0.15	6.3
	3	2.29	2.25	2.03	2.56	2.00	2.30	2.24	0.20	9.1
	4	2.30	2.32	2.43	2.58	2.45	2.60	2.44	0.12	5.1
	5	2.25	2.03	2.60	2.07	2.22	2.16	2.22	0.21	9.2
	6	2.34	2.33	2.36	2.29	2.42	2.36	2.35	0.04	1.8
4-氯二苯基 醚	1	2.49	2.42	2.75	2.70	2.25	2.61	2.54	0.19	7.4
	2	2.52	2.36	2.47	2.28	2.26	2.16	2.34	0.14	5.8

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准 偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	3	2.35	2.35	2.06	2.52	2.22	2.15	2.27	0.16	7.3
	4	2.61	2.49	2.51	2.84	2.76	2.87	2.68	0.17	6.3
	5	2.46	2.41	2.60	2.12	2.59	2.19	2.39	0.20	8.4
	6	2.57	2.26	2.35	2.41	2.70	2.71	2.50	0.19	7.6
	1	2.67	2.70	2.76	2.27	2.18	2.07	2.44	0.30	12
	2	2.30	2.13	2.39	2.02	1.83	2.33	2.16	0.22	10
4-溴二苯基 醚	3	1.94	1.95	2.13	2.39	2.45	2.36	2.20	0.23	10
	4	2.94	2.20	2.61	2.19	2.48	2.40	2.47	0.28	11
	5	2.15	2.22	2.65	1.97	2.32	2.06	2.23	0.24	11
	6	2.42	1.89	2.60	2.53	2.39	2.39	2.37	0.25	11
	1	2.23	2.25	2.79	2.05	2.01	2.04	2.23	0.29	13
	2	2.18	2.05	1.81	2.40	2.13	1.80	2.06	0.23	11
六氯苯	3	2.11	2.32	2.35	2.19	2.18	2.69	2.30	0.21	9.1
	4	2.59	2.42	2.77	1.74	2.64	2.44	2.43	0.36	15
	5	2.39	2.13	2.79	1.97	2.12	2.57	2.33	0.31	13
	6	2.64	2.18	2.61	2.19	2.84	2.80	2.54	0.29	11
	1	1.14	1.44	1.69	1.58	1.48	1.61	1.49	0.19	13
	2	1.28	1.30	1.19	1.29	1.37	1.39	1.30	0.07	5.5
4-氯苯胺	3	1.15	1.22	1.10	1.41	1.22	1.44	1.26	0.14	11
	4	1.24	1.46	1.29	1.43	1.41	1.16	1.33	0.12	9.1
	5	1.29	1.13	1.31	1.15	1.27	1.31	1.24	0.08	6.5
	6	1.21	1.08	1.24	1.17	1.42	1.39	1.25	0.13	11
	1	2.30	2.45	2.90	2.45	2.03	2.55	2.44	0.29	12
	2	2.31	2.40	2.44	2.42	2.17	2.25	2.33	0.11	4.6
2-硝基苯胺	3	2.14	2.29	2.20	2.24	2.12	2.29	2.21	0.07	3.3
	4	2.49	2.19	2.54	2.66	2.55	2.99	2.57	0.26	10
	5	2.36	2.52	2.51	2.24	2.31	2.20	2.36	0.14	5.8
	6	2.37	2.57	2.40	2.40	2.69	2.53	2.49	0.13	5.0
	1	1.75	1.91	2.43	2.03	1.71	1.96	1.96	0.26	13
	2	1.86	1.87	1.85	1.84	1.61	1.76	1.80	0.10	5.5
3-硝基苯胺	3	1.18	1.33	1.24	1.41	1.34	1.35	1.31	0.08	6.4
	4	1.87	1.65	1.75	2.08	2.19	2.14	1.94	0.22	11

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏差 S(mg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	5	1.81	1.85	1.91	1.69	1.87	1.79	1.82	0.08	4.2
	6	1.70	1.43	1.60	1.47	1.71	1.67	1.59	0.12	7.6
二苯并呋喃	1	2.49	2.89	2.92	2.77	2.29	2.97	2.72	0.27	9.9
	2	2.54	2.66	2.75	2.74	2.43	2.55	2.61	0.13	4.9
	3	2.59	2.75	2.41	2.47	2.39	2.63	2.54	0.14	5.5
	4	2.82	2.44	2.67	3.00	2.95	2.51	2.73	0.23	8.5
	5	2.59	2.84	2.59	2.39	2.66	2.33	2.56	0.19	7.2
	6	2.45	2.86	2.59	2.71	2.64	2.96	2.70	0.19	6.9
4-硝基苯胺	1	1.92	2.10	2.74	2.21	1.88	2.02	2.14	0.31	15
	2	1.98	2.06	2.01	2.15	1.87	1.96	2.00	0.10	4.8
	3	1.70	1.84	1.69	1.93	1.79	1.76	1.78	0.09	5.0
	4	2.04	1.89	2.16	2.38	2.38	2.64	2.25	0.27	12
	5	1.87	2.14	2.13	1.97	2.08	2.00	2.03	0.10	5.1
	6	1.85	2.21	2.20	2.07	2.16	2.30	2.13	0.16	7.4
咪唑	1	2.72	2.61	2.85	2.51	2.29	2.35	2.55	0.21	8.4
	2	2.47	2.61	2.68	2.76	2.49	2.45	2.57	0.12	4.8
	3	2.52	2.49	2.49	2.19	2.15	2.58	2.40	0.19	7.7
	4	2.81	2.77	2.40	2.84	2.87	2.84	2.75	0.18	6.5
	5	2.84	2.60	2.82	2.30	2.50	2.32	2.56	0.24	9.2
	6	2.97	2.57	2.83	2.67	3.12	2.86	2.84	0.20	7.0

附表 1-2-3 SVOC 空白加标 7.5mg/kg, 6 家实验室精密度测试原始数据

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏差 S(mg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
苯酚	1	7.60	7.33	7.68	7.26	7.30	7.46	7.44	0.17	2.3
	2	7.34	7.22	7.72	7.66	7.54	7.52	7.49	0.21	2.8
	3	5.94	6.22	6.44	5.52	5.93	6.11	6.01	0.35	5.8
	4	7.39	7.63	8.02	7.46	7.24	7.65	7.56	0.27	3.6
	5	7.42	7.13	7.23	6.93	6.77	7.55	7.17	0.29	4.1
	6	5.26	5.78	5.41	5.84	6.37	5.02	5.61	0.49	8.7
2-氯苯酚	1	7.19	6.99	7.35	6.90	6.82	7.09	7.05	0.20	2.8

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏 差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	2	7.06	7.15	6.46	7.50	6.75	7.14	6.98	0.40	5.7
	3	5.90	6.37	6.28	5.51	5.94	5.82	6.00	0.34	5.7
	4	7.23	7.40	7.77	7.37	7.26	7.53	7.43	0.20	2.7
	5	6.22	5.85	6.06	5.89	5.67	6.57	6.04	0.32	5.3
	6	5.62	6.04	5.86	6.25	6.42	5.67	5.97	0.32	5.3
	2-甲基苯酚	1	5.60	5.26	5.73	5.26	5.53	5.45	5.47	0.19
2		6.03	5.60	4.70	4.97	4.53	5.31	5.16	0.63	12
3		3.91	3.94	3.98	3.56	3.59	3.67	3.79	0.21	5.4
4		5.85	5.95	6.33	4.86	4.82	5.07	5.48	0.64	12
5		4.90	4.86	5.19	4.50	4.44	4.90	4.80	0.28	5.8
6		4.75	5.26	4.89	5.30	5.54	4.44	5.03	0.41	8.1
2-硝基苯酚	1	8.13	7.98	7.21	7.83	7.74	7.89	7.80	0.32	4.1
	2	7.63	7.58	6.88	7.20	7.22	7.37	7.30	0.31	4.2
	3	6.26	7.48	6.70	6.35	6.13	6.32	6.58	0.54	8.2
	4	7.23	7.38	7.52	7.24	7.48	7.72	7.43	0.18	2.5
	5	6.42	5.87	6.74	6.51	6.45	7.26	6.54	0.46	7.0
	6	6.45	6.89	6.89	7.08	7.23	6.71	6.87	0.27	4.0
2,4-二氯苯 酚	1	8.28	7.90	7.10	7.91	7.92	7.98	7.85	0.39	5.0
	2	8.02	8.34	7.80	7.59	7.82	7.84	7.91	0.28	3.5
	3	6.15	7.85	7.45	6.93	6.58	6.54	6.99	0.68	9.7
	4	6.90	7.13	7.33	6.71	6.75	7.03	6.97	0.23	3.4
	5	7.40	6.40	7.51	7.60	7.48	7.89	7.38	0.51	6.9
	6	6.60	7.14	7.00	7.39	7.63	6.71	7.08	0.39	5.6
4-氯-3-甲基 苯酚	1	7.60	7.62	6.48	7.29	7.26	7.39	7.27	0.42	5.7
	2	8.45	7.27	6.58	6.91	6.58	6.62	7.16	0.78	11
	3	5.67	6.94	6.19	6.20	5.91	5.69	6.18	0.48	7.7
	4	6.80	6.92	7.65	7.05	7.03	7.21	7.11	0.30	4.2
	5	6.20	6.03	6.74	6.36	6.67	6.97	6.49	0.36	5.5
	6	6.05	6.61	6.38	6.96	7.24	6.16	6.56	0.46	7.1
2,4,6-三氯 苯酚	1	7.90	8.01	7.32	7.94	7.76	7.78	7.78	0.25	3.2
	2	7.34	8.59	7.57	8.91	8.69	7.91	8.22	0.71	8.7
	3	6.77	7.30	8.27	7.73	6.97	7.34	7.40	0.60	8.1

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏 差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	4	7.04	6.93	7.25	6.88	6.78	7.14	7.00	0.17	2.5
	5	6.47	7.55	8.68	7.55	7.43	8.06	7.62	0.73	9.6
	6	6.95	7.29	7.24	7.71	8.05	6.97	7.37	0.43	5.9
2,4,5-三氯 苯酚	1	7.91	8.03	7.28	7.90	7.79	7.79	7.78	0.26	3.4
	2	8.52	7.67	7.40	9.73	8.19	8.54	8.30	0.91	11
	3	6.92	7.95	7.62	7.81	6.56	7.51	7.37	0.60	8.2
	4	7.12	7.02	7.30	6.92	6.53	7.09	6.99	0.26	3.8
	5	7.32	7.97	8.59	6.74	7.94	8.22	7.79	0.66	8.5
	6	6.86	7.17	7.22	7.58	7.99	6.80	7.27	0.45	6.2
4-硝基苯酚	1	8.16	8.73	7.64	8.39	8.33	8.03	8.21	0.37	4.5
	2	7.06	7.49	7.69	7.52	7.36	7.94	7.42	0.23	3.1
	3	7.47	8.06	8.09	8.07	7.93	7.56	7.92	0.26	3.3
	4	7.18	7.29	7.65	7.71	7.53	7.83	7.53	0.25	3.3
	5	7.95	7.47	8.13	7.80	8.08	7.73	7.86	0.25	3.1
	6	7.64	7.08	8.28	8.32	6.81	7.60	7.62	0.61	8.0
萘	1	5.32	5.12	5.65	4.87	5.13	5.43	5.25	0.27	5.2
	2	3.95	4.40	3.71	3.55	3.71	4.21	3.86	0.33	8.6
	3	4.25	5.16	4.91	4.86	4.73	4.54	4.78	0.33	7.0
	4	4.01	4.11	4.01	3.43	3.46	3.82	3.81	0.30	7.8
	5	4.46	3.84	4.32	4.06	4.11	4.59	4.23	0.28	6.6
	6	3.08	3.24	3.45	3.51	3.44	3.42	3.35	0.16	4.9
2-甲基萘	1	6.55	6.19	6.94	6.34	6.28	6.47	6.46	0.27	4.2
	2	6.37	6.61	5.10	6.30	5.87	7.14	6.05	0.59	9.8
	3	5.73	6.65	5.98	5.13	5.61	5.73	5.82	0.56	9.6
	4	6.13	6.34	6.52	6.27	6.27	6.68	6.37	0.20	3.1
	5	4.35	4.72	4.73	4.61	4.31	4.64	4.56	0.19	4.1
	6	4.17	4.37	4.36	4.69	4.73	4.42	4.46	0.21	4.8
2-氯萘	1	6.91	6.82	7.17	6.92	6.79	6.87	6.91	0.13	1.9
	2	6.48	6.79	7.19	9.00	7.45	7.34	7.38	0.98	13
	3	6.43	6.25	6.99	7.27	6.86	6.22	6.76	0.42	6.2
	4	6.68	6.49	6.81	6.50	6.35	6.90	6.62	0.21	3.2
	5	6.60	6.56	6.83	6.37	6.76	6.94	6.67	0.21	3.1

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏 差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	6	5.26	5.31	5.27	5.61	5.81	5.23	5.41	0.24	4.4
萘烯	1	6.25	6.28	6.82	6.57	6.32	6.06	6.38	0.27	4.2
	2	5.54	5.11	5.69	7.25	6.16	5.56	5.95	0.82	14
	3	5.84	5.53	6.34	6.66	5.67	6.82	6.01	0.47	7.9
	4	5.18	5.15	5.51	5.46	5.29	5.74	5.39	0.22	4.2
	5	5.43	5.57	5.76	5.86	5.85	5.68	5.69	0.17	3.0
	6	5.49	5.72	5.55	5.92	6.31	5.42	5.73	0.33	5.8
芴	1	6.87	6.50	7.33	6.66	6.53	6.70	6.76	0.31	4.5
	2	6.84	6.50	6.50	7.66	6.98	6.81	6.90	0.48	6.9
	3	5.89	6.41	6.34	6.55	5.73	6.80	6.18	0.35	5.7
	4	7.12	7.04	7.40	6.90	6.81	7.11	7.06	0.21	2.9
	5	6.03	6.63	6.95	5.87	6.51	6.03	6.33	0.42	6.7
	6	5.33	5.51	5.43	5.68	6.02	5.33	5.55	0.26	4.8
芴	1	6.83	6.72	7.28	6.76	6.71	6.92	6.87	0.22	3.1
	2	7.91	7.66	7.49	7.55	7.35	7.50	7.59	0.21	2.7
	3	5.74	6.77	6.82	6.71	6.05	7.63	6.42	0.49	7.7
	4	7.06	6.93	7.41	6.90	6.80	6.92	7.00	0.21	3.1
	5	6.61	7.49	7.46	6.86	7.15	7.39	7.16	0.36	5.0
	6	5.83	5.95	5.88	6.24	6.71	5.66	6.04	0.38	6.2
菲	1	6.82	6.56	6.90	6.83	6.58	6.87	6.76	0.15	2.2
	2	5.79	6.16	6.29	5.34	5.89	5.55	5.89	0.37	6.3
	3	7.12	6.25	7.13	5.93	7.04	7.07	6.69	0.56	8.4
	4	6.98	7.24	7.53	6.81	6.81	7.00	7.06	0.28	3.9
	5	5.34	5.04	5.68	5.87	6.29	5.93	5.69	0.45	7.8
	6	5.95	6.32	6.18	6.66	6.83	5.94	6.31	0.37	5.8
蒽	1	6.81	6.69	6.96	7.02	6.81	6.84	6.85	0.12	1.7
	2	5.71	6.32	6.68	5.59	6.07	5.91	6.07	0.45	7.4
	3	7.12	5.90	7.24	5.97	6.94	6.92	6.63	0.65	9.8
	4	6.63	6.68	6.93	6.69	6.76	6.68	6.73	0.11	1.6
	5	5.49	5.08	5.55	6.06	6.38	6.42	5.83	0.54	9.3
	6	6.49	6.81	6.66	7.22	7.55	6.43	6.86	0.44	6.4
荧蒽	1	7.92	7.45	7.91	7.61	7.46	7.76	7.68	0.21	2.7

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏 差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	2	6.00	7.37	6.85	5.83	6.23	6.20	6.45	0.64	10
	3	7.40	6.69	8.07	6.41	7.34	8.11	7.18	0.65	9.1
	4	6.50	6.62	6.80	6.30	6.37	6.36	6.49	0.19	2.9
	5	5.57	5.31	6.44	6.42	6.78	7.21	6.29	0.72	11
	6	6.53	6.98	6.84	7.21	7.87	6.36	6.96	0.54	7.7
	芘	1	7.71	7.14	7.64	7.16	7.19	7.41	7.37	0.25
2		5.79	6.24	5.98	6.49	5.52	5.56	6.00	0.38	6.3
3		7.95	6.21	6.91	6.97	7.91	6.62	7.19	0.74	10
4		6.99	7.13	7.41	6.80	6.86	6.89	7.01	0.23	3.2
5		5.60	5.70	6.24	6.05	5.82	5.31	5.78	0.33	5.7
6		6.41	6.62	6.46	6.69	7.20	6.11	6.58	0.36	5.5
苯并(a)蒽	1	7.34	7.07	7.61	7.06	7.10	7.18	7.22	0.21	3.0
	2	7.14	7.62	7.27	8.06	6.17	6.94	7.25	0.70	9.7
	3	6.79	5.50	6.41	6.34	7.82	6.21	6.57	0.84	13
	4	7.10	7.12	7.33	6.99	6.86	6.98	7.06	0.16	2.3
	5	6.28	6.64	5.87	5.79	6.43	6.45	6.24	0.34	5.4
	6	6.19	6.70	6.40	6.88	7.36	6.18	6.62	0.46	6.9
蒽	1	7.37	7.03	7.62	6.98	6.88	7.17	7.17	0.27	3.8
	2	6.82	8.10	6.44	7.34	5.86	6.13	6.91	0.86	12
	3	8.26	6.86	6.67	5.98	8.27	7.24	7.21	1.02	14
	4	7.21	7.24	7.60	6.97	7.09	7.10	7.20	0.22	3.0
	5	6.27	6.40	6.86	6.73	6.62	6.35	6.54	0.23	3.6
	6	6.31	6.59	6.48	6.80	7.22	6.22	6.60	0.36	5.5
苯并(b)荧蒽	1	7.20	6.90	7.27	7.07	6.89	7.30	7.10	0.18	2.6
	2	6.46	6.18	7.04	6.11	6.37	7.38	6.43	0.37	5.7
	3	5.37	5.53	6.24	5.65	5.32	6.06	5.62	0.37	6.6
	4	7.24	7.22	7.45	6.77	6.96	7.06	7.12	0.24	3.3
	5	5.94	5.45	6.64	5.29	6.17	5.94	5.90	0.49	8.3
	6	5.78	6.23	6.05	7.20	7.44	6.29	6.49	0.66	10
苯并(k)荧蒽	1	6.41	6.36	6.76	7.02	6.13	7.10	6.63	0.39	5.9
	2	6.47	6.37	7.11	7.33	6.54	7.98	6.76	0.43	6.3
	3	6.47	6.84	6.41	5.96	6.50	6.13	6.43	0.32	4.9

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏 差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	4	7.00	7.10	7.35	6.66	6.64	6.95	6.95	0.27	3.9
	5	6.05	5.55	7.06	7.46	6.78	6.27	6.53	0.70	11
	6	6.10	6.57	6.36	6.83	6.36	6.09	6.38	0.28	4.5
苯并(a)芘	1	6.85	6.73	7.22	6.82	6.61	6.54	6.79	0.24	3.5
	2	5.48	5.54	7.04	7.18	6.21	6.25	6.29	0.80	13
	3	6.46	5.89	6.22	5.55	5.85	6.38	5.99	0.35	5.9
	4	6.25	6.25	6.40	6.43	6.50	6.74	6.43	0.18	2.9
	5	6.64	5.23	5.67	6.60	6.14	5.96	6.04	0.54	9.0
	6	6.20	6.63	6.40	6.81	7.26	6.07	6.56	0.44	6.6
茚并(1,2,3-cd)芘	1	8.08	7.77	6.97	7.59	7.43	7.62	7.58	0.37	4.9
	2	7.17	6.05	7.24	7.09	6.55	6.74	6.82	0.51	7.5
	3	6.57	6.09	6.00	5.24	5.92	6.32	5.96	0.48	8.0
	4	6.94	7.25	7.79	7.71	7.27	6.78	7.29	0.40	5.5
	5	6.07	5.46	6.35	5.69	5.75	5.75	5.84	0.32	5.4
	6	6.78	7.26	7.01	7.41	7.79	6.55	7.13	0.45	6.3
二苯并(a,h)蒽	1	7.82	7.64	6.88	7.58	7.39	7.55	7.47	0.32	4.3
	2	7.77	6.95	7.12	7.10	6.97	7.76	7.18	0.34	4.7
	3	6.75	5.68	5.75	6.35	6.09	6.93	6.12	0.44	7.2
	4	7.04	7.61	7.93	7.78	7.36	7.49	7.53	0.31	4.2
	5	6.94	5.79	6.74	6.39	6.76	5.97	6.43	0.47	7.3
	6	6.71	7.14	6.84	7.26	7.78	6.45	7.03	0.47	6.7
苯并(g,h,i)芘	1	7.91	7.66	6.98	7.70	7.50	7.65	7.56	0.32	4.2
	2	7.45	6.77	7.02	6.87	6.58	6.94	6.94	0.33	4.7
	3	6.12	6.00	5.08	5.40	6.04	5.90	5.73	0.46	8.1
	4	6.95	7.52	7.84	7.65	7.21	7.34	7.42	0.32	4.3
	5	6.32	4.91	6.18	5.32	6.23	5.27	5.70	0.61	11
	6	6.69	7.17	6.94	7.39	7.78	6.49	7.07	0.47	6.7
邻苯二甲酸二甲酯	1	7.47	7.49	6.99	7.70	7.41	7.61	7.44	0.25	3.3
	2	7.40	7.15	7.20	8.45	7.43	7.26	7.52	0.53	7.0
	3	5.62	6.72	6.35	6.82	6.50	6.79	6.40	0.48	7.4
	4	7.28	7.26	7.39	6.98	6.82	7.24	7.16	0.22	3.0
	5	6.88	6.72	8.41	7.46	7.31	7.37	7.36	0.59	8.1

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏 差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	6	5.96	6.36	6.12	6.51	7.18	5.76	6.31	0.50	7.9
邻苯二甲酸 二乙酯	1	7.83	7.71	7.17	7.81	7.68	7.70	7.65	0.25	3.2
	2	7.30	7.14	7.02	8.22	6.95	7.30	7.32	0.52	7.1
	3	5.55	6.57	6.71	6.99	6.09	7.10	6.38	0.57	8.9
	4	7.18	6.97	7.38	6.88	6.64	6.93	7.00	0.26	3.7
	5	6.25	6.65	7.51	6.95	6.64	6.79	6.80	0.42	6.2
	6	6.53	6.85	6.61	7.05	7.69	6.28	6.83	0.50	7.3
邻苯二甲酸 二丁酯	1	6.19	5.83	6.07	5.94	5.87	5.85	5.96	0.14	2.4
	2	6.26	7.04	7.06	6.18	6.67	6.30	6.64	0.42	6.3
	3	6.65	5.59	6.54	5.56	6.76	6.12	6.22	0.59	9.6
	4	7.10	7.16	7.24	7.05	7.14	6.86	7.09	0.13	1.8
	5	6.31	5.66	6.29	6.58	7.42	6.51	6.46	0.57	8.8
	6	5.86	6.15	6.09	6.38	6.48	5.91	6.14	0.25	4.0
邻苯二甲酸 丁苯酯	1	8.61	8.31	7.53	8.28	8.32	8.32	8.23	0.36	4.4
	2	7.92	7.42	6.77	7.65	6.30	6.64	7.21	0.66	9.2
	3	6.17	5.67	5.91	5.14	6.89	5.16	5.95	0.65	11
	4	7.21	7.26	7.54	6.92	6.87	7.09	7.15	0.24	3.4
	5	6.42	6.08	6.76	6.25	5.78	5.89	6.19	0.36	5.8
	6	7.07	7.59	7.25	7.77	8.43	6.96	7.51	0.54	7.2
邻苯二甲酸 二正辛酯	1	7.49	7.54	6.96	7.48	7.45	7.61	7.42	0.23	3.2
	2	6.05	6.51	7.94	7.19	6.87	7.66	6.91	0.71	10
	3	7.06	6.48	6.41	5.94	7.01	6.90	6.58	0.47	7.1
	4	7.32	7.23	7.35	6.67	6.66	7.04	7.04	0.31	4.5
	5	7.42	6.27	7.19	7.06	7.36	6.44	6.96	0.48	7.0
	6	6.62	7.12	7.04	7.60	7.95	6.57	7.15	0.54	7.6
N-亚硝基二 甲胺	1	7.32	7.51	7.07	6.49	6.89	7.45	7.12	0.39	5.5
	2	6.53	5.64	5.85	6.88	6.26	6.65	6.23	0.50	8.0
	3	5.10	6.01	6.15	4.93	5.97	5.42	5.63	0.57	10
	4	6.90	6.91	7.11	7.33	6.86	7.43	7.09	0.25	3.5
	5	6.23	5.83	5.86	6.03	5.88	6.34	6.03	0.21	3.5
	6	5.34	5.91	5.82	5.94	6.13	6.13	5.88	0.29	5.0
	1	8.16	7.75	6.93	7.60	7.29	7.68	7.57	0.42	5.5

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏 差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
N-亚硝基二 正丙胺	2	7.78	7.41	7.08	7.68	7.11	7.27	7.41	0.32	4.3
	3	6.35	6.67	6.56	5.80	6.22	6.04	6.32	0.34	5.3
	4	7.53	7.55	7.96	7.02	7.42	7.82	7.55	0.33	4.3
	5	6.62	6.41	6.23	6.23	6.05	6.59	6.35	0.23	3.6
	6	6.61	6.96	6.74	7.28	7.55	6.64	6.96	0.38	5.4
	硝基苯	1	7.07	6.74	7.29	6.85	6.51	6.78	6.87	0.27
2		6.24	6.22	5.59	6.61	6.38	7.10	6.21	0.38	6.1
3		5.30	6.17	5.99	5.68	5.77	5.21	5.78	0.33	5.7
4		5.51	5.90	6.73	6.10	6.19	6.57	6.17	0.44	7.2
5		4.62	3.73	4.58	4.36	4.26	4.65	4.36	0.35	8.0
6		4.77	5.31	5.38	5.46	5.51	5.25	5.28	0.27	5.1
异佛尔酮	1	7.90	7.53	8.31	7.77	7.53	7.74	7.79	0.29	3.7
	2	7.72	8.10	7.35	7.56	7.35	7.34	7.61	0.31	4.1
	3	6.43	7.77	7.05	6.64	6.35	6.39	6.85	0.58	8.5
	4	7.15	7.28	7.62	6.94	7.01	7.10	7.18	0.24	3.4
	5	6.46	5.90	7.19	6.80	6.78	7.13	6.71	0.48	7.1
	6	6.62	7.17	6.98	7.54	7.56	6.70	7.09	0.40	5.7
2,6-二硝基 甲苯	1	8.53	8.29	7.86	8.49	8.19	8.38	8.29	0.24	2.9
	2	9.15	8.27	7.63	9.72	8.15	7.93	8.58	0.84	9.8
	3	6.87	7.89	7.60	7.45	6.83	8.23	7.33	0.46	6.3
	4	7.33	7.25	7.49	6.86	6.72	7.23	7.15	0.29	4.1
	5	6.37	8.05	8.65	7.80	7.60	7.37	7.64	0.76	10
	6	7.44	7.67	7.51	6.77	6.73	7.57	7.28	0.42	5.8
2,4-二硝基 甲苯	1	7.42	7.20	7.86	7.05	7.19	7.19	7.32	0.29	4.0
	2	8.09	7.47	6.97	7.97	7.01	7.94	7.50	0.52	7.0
	3	6.21	6.42	6.66	6.71	6.37	7.48	6.47	0.21	3.2
	4	7.12	7.11	7.51	6.82	6.77	7.12	7.08	0.27	3.8
	5	6.36	7.04	6.99	6.54	6.22	7.10	6.71	0.38	5.7
	6	6.18	6.39	6.23	6.61	7.09	6.07	6.43	0.38	5.8
偶氮苯	1	6.70	6.50	6.65	7.09	6.84	7.04	6.80	0.23	3.4
	2	8.25	8.25	8.09	6.92	7.37	6.94	7.78	0.60	7.7
	3	6.65	5.74	6.96	5.36	6.61	6.68	6.26	0.68	11

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏 差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	4	7.06	7.18	7.49	6.97	6.95	7.09	7.12	0.20	2.8
	5	6.34	5.69	6.72	6.64	7.51	7.28	6.69	0.66	9.8
	6	6.25	6.89	6.65	7.01	7.39	6.24	6.74	0.45	6.7
二(2-氯乙 基)醚	1	5.44	5.43	5.79	5.35	5.08	5.38	5.41	0.23	4.2
	2	5.50	5.39	5.18	6.25	5.73	6.95	5.61	0.41	7.3
	3	5.14	5.18	5.47	4.61	5.45	4.89	5.17	0.35	6.7
	4	5.49	5.65	6.09	6.25	6.06	6.57	6.02	0.39	6.5
	5	3.70	3.25	3.20	3.14	3.08	3.57	3.32	0.25	7.6
	6	4.25	4.58	4.67	4.79	4.80	4.64	4.62	0.20	4.3
二(2-氯乙 氧基)甲烷	1	7.18	7.07	7.55	7.02	6.83	7.01	7.11	0.24	3.4
	2	7.59	7.68	6.93	7.04	7.26	7.43	7.30	0.33	4.5
	3	6.12	7.03	6.41	6.18	5.96	5.83	6.34	0.42	6.6
	4	7.29	7.48	7.65	7.18	7.28	7.51	7.40	0.18	2.4
	5	6.62	5.82	7.04	6.54	6.61	7.28	6.65	0.50	7.5
	6	6.00	6.34	6.04	6.57	6.79	6.09	6.30	0.32	5.1
4-氯二苯基 醚	1	7.11	7.02	7.41	7.00	6.85	7.18	7.09	0.19	2.7
	2	9.14	7.41	8.17	9.02	7.71	8.30	8.29	0.77	9.3
	3	6.46	7.27	6.67	6.96	6.95	7.64	6.86	0.31	4.5
	4	6.99	6.81	7.30	6.96	6.73	6.86	6.94	0.20	2.9
	5	7.22	7.23	7.64	7.28	7.03	7.72	7.35	0.27	3.7
	6	6.07	6.34	6.20	6.46	7.12	6.04	6.37	0.40	6.3
4-溴二苯基 醚	1	7.28	6.98	7.27	7.17	6.92	7.25	7.14	0.16	2.2
	2	8.80	8.34	8.02	7.44	6.32	7.59	7.78	0.96	12
	3	6.08	5.77	6.46	5.12	5.68	5.30	5.82	0.50	8.5
	4	6.80	7.25	7.36	6.78	6.89	6.86	6.99	0.25	3.6
	5	6.09	5.97	5.96	7.61	7.27	6.47	6.56	0.71	11
	6	6.16	6.58	6.44	6.83	7.31	6.13	6.57	0.45	6.8
六氯苯	1	7.91	7.66	7.96	7.52	7.45	7.53	7.67	0.21	2.8
	2	8.76	9.21	9.37	8.24	7.88	7.46	8.69	0.63	7.3
	3	6.57	5.41	7.41	5.72	6.69	5.21	6.36	0.80	13
	4	6.90	7.27	7.50	6.75	7.03	6.85	7.05	0.28	4.0
	5	5.92	5.69	7.88	6.65	7.87	8.03	7.01	1.06	15

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏 差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	6	6.34	7.25	6.58	7.35	7.87	6.29	6.94	0.64	9.2
4-氯苯胺	1	4.83	4.97	4.24	4.25	4.70	5.15	4.69	0.37	8.0
	2	4.93	4.74	3.59	3.19	4.01	3.51	4.09	0.74	18
	3	3.26	3.50	3.46	3.27	3.35	3.16	3.37	0.11	3.3
	4	5.71	5.79	5.92	4.58	4.59	5.51	5.35	0.61	11
	5	3.35	3.37	5.13	4.39	4.52	5.04	4.30	0.78	18
	6	3.59	3.79	3.64	3.70	3.76	3.32	3.63	0.17	4.6
2-硝基苯胺	1	7.36	7.18	7.53	7.41	7.12	7.19	7.30	0.16	2.2
	2	8.04	8.04	7.64	8.46	7.75	7.72	7.98	0.32	4.0
	3	6.54	7.03	7.10	7.11	6.41	7.50	6.83	0.33	4.9
	4	7.00	6.99	7.33	6.91	6.63	6.93	6.96	0.22	3.2
	5	6.80	7.49	8.04	7.16	7.33	7.29	7.35	0.41	5.6
	6	6.66	6.84	6.86	7.01	7.39	6.66	6.90	0.27	4.0
3-硝基苯胺	1	6.71	6.51	7.02	6.35	6.42	6.52	6.59	0.24	3.7
	2	6.79	5.99	6.10	6.74	5.72	5.76	6.27	0.47	7.6
	3	3.98	4.12	4.14	4.26	4.04	4.65	4.10	0.11	2.6
	4	6.83	6.94	7.14	6.39	6.41	6.85	6.76	0.30	4.4
	5	5.39	5.81	6.42	5.92	6.07	5.64	5.87	0.35	6.0
	6	5.69	5.77	5.70	5.93	6.52	5.43	5.84	0.37	6.3
二苯并呋喃	1	7.35	7.10	7.75	6.89	6.81	7.09	7.16	0.34	4.8
	2	6.07	6.11	6.07	6.91	6.34	6.10	6.30	0.36	5.7
	3	5.70	6.03	5.94	6.46	5.64	6.46	5.95	0.33	5.5
	4	7.29	7.23	7.59	7.03	6.89	7.31	7.22	0.24	3.3
	5	5.76	6.77	6.92	6.35	6.56	6.11	6.41	0.43	6.7
	6	5.66	5.96	5.83	6.29	6.56	5.60	5.98	0.37	6.3
4-硝基苯胺	1	6.75	6.55	7.06	6.39	6.47	6.57	6.63	0.24	3.7
	2	7.29	7.47	7.47	7.88	7.57	7.20	7.53	0.22	2.9
	3	6.05	6.73	6.63	6.50	6.04	7.47	6.39	0.33	5.1
	4	6.84	6.95	7.15	6.41	6.42	6.86	6.77	0.30	4.4
	5	6.78	7.37	8.20	6.91	7.16	7.22	7.27	0.50	6.9
	6	5.74	5.82	5.75	5.98	6.56	5.47	5.88	0.37	6.3
呋唑	1	7.11	6.84	7.24	6.92	6.65	6.79	6.92	0.22	3.1

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	标准偏差 S(mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	2	7.58	8.50	7.67	6.58	7.53	7.13	7.57	0.68	9.0
	3	6.47	6.06	7.43	5.73	7.13	6.27	6.56	0.71	11
	4	6.77	7.13	7.34	6.88	6.80	6.89	6.97	0.22	3.2
	5	5.81	6.05	7.18	7.30	7.83	7.55	6.95	0.83	12
	6	5.91	6.34	6.09	6.42	7.07	5.80	6.27	0.46	7.3

1.3 方法正确度测试数据

选取 20 克/个空白干燥黏土样品，添加 20%水，混合均匀，配制目标化合物浓度为 1mg/kg、2.5mg/kg、7.5mg/kg 的基体加标样品进行冻干及测定，每个浓度水平分别做 6 平行制样及测定。6 家实验室测试原始结果及汇总数据，见附表 1-3-1、1-3-2 及 1-3-3。

附表 1-3-1 SVOC 空白加标 1.0mg/kg，6 家实验室正确度测试原始数据

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标 水平 (mg/kg)	加标回收 率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
苯酚	1	0.71	0.93	1.09	0.92	0.82	0.71	0.86	1.0	86.0
	2	0.93	1.14	1.11	1.11	1.05	1.14	1.08	1.0	108
	3	0.77	0.83	0.73	0.73	0.75	0.77	0.76	1.0	76.1
	4	0.88	1.08	0.92	0.77	0.90	0.95	0.92	1.0	91.5
	5	1.03	0.98	1.02	0.92	0.99	0.94	0.98	1.0	97.8
	6	0.87	1.01	1.01	0.90	0.97	0.93	0.95	1.0	94.6
2-氯苯酚	1	0.66	0.92	1.11	0.89	0.85	0.70	0.85	1.0	85.3
	2	0.87	1.16	1.07	1.02	0.98	1.06	1.02	1.0	102
	3	0.89	0.92	0.89	0.90	0.87	0.85	0.89	1.0	88.5
	4	1.19	1.28	1.14	0.98	0.99	1.06	1.10	1.0	110
	5	0.96	0.83	1.00	0.88	0.97	0.90	0.92	1.0	92.2
	6	0.92	0.92	0.93	0.83	0.92	0.86	0.90	1.0	89.6
2-甲基苯酚	1	0.49	0.67	0.76	0.59	0.53	0.50	0.59	1.0	58.7
	2	0.60	0.73	0.67	0.80	0.72	0.89	0.73	1.0	73.3
	3	0.43	0.42	0.40	0.39	0.43	0.43	0.42	1.0	41.5
	4	0.62	0.69	0.62	0.63	0.61	0.62	0.63	1.0	62.9
	5	0.66	0.80	0.73	0.71	0.72	0.68	0.71	1.0	71.4
	6	0.79	0.68	0.78	0.74	0.79	0.73	0.75	1.0	75.1

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基苯酚	1	0.67	0.96	1.12	1.03	0.95	0.85	0.93	1.0	92.8
	2	0.80	1.29	1.23	1.05	1.07	1.11	1.09	1.0	109
	3	1.09	1.14	1.13	1.15	1.06	1.08	1.11	1.0	110
	4	1.35	1.18	1.34	1.20	1.17	1.25	1.25	1.0	125
	5	1.15	0.87	1.12	1.00	1.06	1.06	1.04	1.0	104
	6	0.97	0.99	1.01	0.90	1.03	1.01	0.99	1.0	98.5
2,4-二氯苯酚	1	0.56	0.89	1.04	0.88	0.80	0.70	0.81	1.0	81.1
	2	0.81	1.14	1.05	0.99	0.97	1.07	1.00	1.0	100
	3	0.90	0.93	0.93	0.96	0.88	0.91	0.92	1.0	91.5
	4	1.00	0.92	1.00	0.94	1.00	1.03	0.98	1.0	97.8
	5	1.02	0.94	1.02	0.90	0.98	0.96	0.97	1.0	96.8
	6	0.98	1.06	1.04	0.92	0.97	0.95	0.99	1.0	98.7
4-氯-3-甲基苯酚	1	0.50	0.83	0.96	0.83	0.70	0.66	0.75	1.0	74.5
	2	0.77	1.07	0.95	0.90	0.91	0.98	0.93	1.0	92.8
	3	0.82	0.87	0.85	0.87	0.86	0.85	0.85	1.0	85.3
	4	0.95	1.00	0.96	0.92	0.94	0.94	0.95	1.0	94.9
	5	0.96	0.93	0.94	0.87	0.88	0.88	0.91	1.0	90.7
	6	0.87	1.04	1.05	0.94	1.00	0.95	0.97	1.0	97.4
2,4,6-三氯苯酚	1	0.60	0.98	1.14	1.02	0.93	0.82	0.91	1.0	91.3
	2	0.73	1.31	1.25	1.13	1.13	1.19	1.12	1.0	112
	3	1.10	1.15	1.13	1.19	1.13	1.09	1.13	1.0	113
	4	1.28	1.13	1.22	1.24	1.27	1.22	1.22	1.0	122
	5	1.23	1.12	1.22	1.12	1.15	1.13	1.16	1.0	116
	6	0.99	1.01	0.97	0.92	0.96	0.95	0.97	1.0	96.8
2,4,5-三氯苯酚	1	0.61	1.02	1.10	0.98	0.92	0.80	0.90	1.0	90.3
	2	0.98	1.32	1.21	1.08	1.04	1.14	1.13	1.0	113
	3	1.05	1.13	1.06	1.11	1.03	0.98	1.06	1.0	106
	4	1.21	1.04	1.13	1.17	1.17	1.12	1.14	1.0	114
	5	1.14	1.05	1.11	1.03	1.08	1.04	1.07	1.0	107
	6	0.99	1.02	0.99	0.93	0.96	0.97	0.98	1.0	97.7
4-硝基苯酚	1	0.61	1.06	1.20	1.40	0.99	0.79	1.01	1.0	100
	2	0.83	1.39	1.52	1.13	1.12	1.19	1.20	1.0	120

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)	
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次				
	3	1.14	1.23	1.16	1.28	1.12	1.08	1.17	1.0	117	
	4	0.93	1.02	0.91	0.91	0.99	0.93	0.95	1.0	94.9	
	5	1.20	0.90	0.99	0.89	1.07	1.07	1.02	1.0	102	
	6	1.00	1.17	0.93	0.92	1.02	1.03	1.01	1.0	101	
	萘	1	0.63	0.83	0.90	0.72	0.70	0.61	0.73	1.0	72.7
		2	0.88	0.92	0.82	0.81	0.77	0.80	0.83	1.0	83.2
3		0.73	0.76	0.75	0.74	0.70	0.67	0.72	1.0	72.3	
4		0.64	0.77	0.64	0.61	0.65	0.62	0.65	1.0	65.3	
5		0.54	0.47	0.54	0.47	0.53	0.47	0.50	1.0	50.1	
6		0.53	0.51	0.53	0.44	0.50	0.46	0.50	1.0	49.5	
2-甲基萘	1	0.58	0.85	0.95	0.75	0.77	0.62	0.75	1.0	75.0	
	2	0.81	0.94	0.81	0.81	0.76	0.85	0.83	1.0	82.8	
	3	0.85	0.85	0.83	0.85	0.79	0.75	0.82	1.0	81.8	
	4	0.93	1.05	0.87	0.87	0.80	0.83	0.89	1.0	89.0	
	5	0.67	0.57	0.71	0.61	0.65	0.61	0.63	1.0	63.3	
	6	0.73	0.67	0.72	0.63	0.70	0.64	0.68	1.0	68.2	
2-氯萘	1	0.63	0.88	1.06	0.78	0.76	0.64	0.79	1.0	79.0	
	2	0.89	0.97	0.88	0.83	0.81	0.91	0.88	1.0	87.9	
	3	0.85	0.86	0.82	0.88	0.81	0.79	0.83	1.0	83.3	
	4	0.96	1.01	0.90	0.92	0.82	0.88	0.91	1.0	91.2	
	5	0.76	0.69	0.84	0.73	0.81	0.76	0.76	1.0	76.3	
	6	0.92	0.83	0.89	0.80	0.82	0.79	0.84	1.0	84.1	
萘烯	1	0.57	0.85	0.96	0.80	0.73	0.64	0.76	1.0	75.7	
	2	0.94	0.98	0.93	0.83	0.80	0.85	0.89	1.0	88.6	
	3	0.85	0.90	0.86	0.91	0.82	0.82	0.86	1.0	85.6	
	4	1.00	1.03	0.92	0.95	0.90	0.94	0.95	1.0	95.3	
	5	0.85	0.72	0.87	0.77	0.83	0.80	0.81	1.0	80.5	
	6	0.89	0.84	0.86	0.77	0.83	0.80	0.83	1.0	83.0	
萘	1	0.73	1.01	1.11	0.93	0.82	0.74	0.89	1.0	88.6	
	2	0.96	1.13	1.03	0.97	0.95	1.04	1.01	1.0	101	
	3	0.94	0.99	0.90	0.96	0.89	0.88	0.93	1.0	92.5	
	4	1.05	0.91	0.98	1.00	0.93	0.98	0.97	1.0	97.3	

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	5	0.96	0.88	1.01	0.90	0.96	0.91	0.94	1.0	93.7
	6	0.79	0.93	1.01	0.88	0.91	0.91	0.90	1.0	90.5
芬	1	0.70	1.01	1.09	0.89	0.82	0.72	0.87	1.0	86.8
	2	0.95	1.18	1.11	1.01	0.98	1.09	1.05	1.0	105
	3	0.91	0.96	0.91	0.94	0.88	0.87	0.91	1.0	90.8
	4	1.01	1.06	0.98	1.01	0.95	0.95	0.99	1.0	99.3
	5	0.99	0.96	1.04	0.91	0.97	0.92	0.96	1.0	96.1
	6	0.83	0.96	1.01	0.93	0.92	0.93	0.93	1.0	93.1
菲	1	0.75	1.07	1.17	0.98	0.85	0.78	0.93	1.0	93.1
	2	1.27	1.27	1.19	1.06	1.09	1.17	1.17	1.0	117
	3	1.02	1.08	0.99	1.03	1.02	1.01	1.02	1.0	102
	4	1.02	1.02	1.00	1.01	1.01	1.01	1.01	1.0	101
	5	0.85	1.09	1.12	1.02	1.06	1.04	1.03	1.0	103
	6	1.06	1.00	1.04	0.94	0.92	0.93	0.98	1.0	98.1
蒽	1	0.56	0.90	1.03	0.84	0.74	0.67	0.79	1.0	78.8
	2	1.02	1.05	1.00	0.89	0.88	0.94	0.96	1.0	96.1
	3	0.88	0.95	0.86	0.92	0.85	0.87	0.89	1.0	88.6
	4	0.95	1.00	0.96	0.97	0.98	0.98	0.97	1.0	97.2
	5	0.93	0.88	0.94	0.82	0.91	0.85	0.89	1.0	88.8
	6	1.01	0.92	0.96	0.83	0.88	0.87	0.91	1.0	91.0
荧蒽	1	0.66	1.03	1.12	0.94	0.83	0.74	0.88	1.0	88.4
	2	1.17	1.21	1.17	1.00	1.05	1.11	1.12	1.0	112
	3	0.94	1.04	0.96	0.98	0.96	0.94	0.97	1.0	96.8
	4	0.95	0.97	0.96	0.96	0.97	0.97	0.96	1.0	96.1
	5	1.03	1.04	1.07	0.95	1.00	1.01	1.01	1.0	101
	6	1.05	1.00	1.07	0.94	0.96	0.96	1.00	1.0	99.6
芘	1	0.67	1.08	1.22	1.00	0.89	0.80	0.94	1.0	94.3
	2	1.09	1.24	1.24	1.08	1.11	1.19	1.15	1.0	115
	3	1.05	1.10	1.03	1.07	1.04	1.07	1.06	1.0	106
	4	1.06	1.05	0.99	1.08	1.05	1.03	1.04	1.0	104
	5	0.90	1.11	1.16	1.05	1.13	1.07	1.07	1.0	107
	6	1.16	1.01	1.02	0.95	0.96	0.95	1.01	1.0	101

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
苯并(a)蒽	1	0.61	1.02	1.06	0.92	0.82	0.74	0.86	1.0	85.8
	2	0.81	1.18	1.13	0.99	1.02	1.07	1.03	1.0	103
	3	0.94	1.00	0.98	0.95	0.92	0.93	0.95	1.0	95.2
	4	1.05	1.06	1.02	1.06	1.04	1.02	1.04	1.0	104
	5	1.02	1.03	1.04	0.95	0.95	0.94	0.99	1.0	98.8
	6	1.06	1.00	1.03	0.92	0.97	0.95	0.99	1.0	98.6
蒽	1	0.57	0.97	1.07	0.87	0.83	0.68	0.83	1.0	83.2
	2	0.89	1.12	1.07	0.97	0.98	1.06	1.01	1.0	101
	3	0.91	0.98	0.91	0.92	0.89	0.90	0.92	1.0	91.6
	4	1.02	1.01	0.96	1.02	0.98	0.97	0.99	1.0	99.2
	5	0.98	0.99	1.00	0.89	0.97	0.93	0.96	1.0	95.8
	6	1.05	1.00	1.03	0.90	0.95	0.97	0.98	1.0	98.3
苯并(b)荧蒽	1	0.57	0.92	1.04	0.90	0.74	0.69	0.81	1.0	80.7
	2	0.88	1.10	1.01	0.92	0.93	1.00	0.97	1.0	97.2
	3	0.88	0.93	0.91	0.88	0.85	0.83	0.88	1.0	87.6
	4	0.97	0.98	0.94	0.96	0.96	0.92	0.95	1.0	95.4
	5	0.96	0.94	0.97	0.87	0.91	0.88	0.92	1.0	91.8
	6	1.16	1.13	1.01	0.93	0.96	0.94	1.02	1.0	102
苯并(k)荧蒽	1	0.59	0.94	1.08	0.93	0.78	0.70	0.83	1.0	83.3
	2	0.77	1.15	1.07	0.97	0.98	1.06	1.00	1.0	99.8
	3	0.89	0.99	0.92	0.92	0.88	0.88	0.91	1.0	91.2
	4	1.03	1.03	0.99	1.00	0.99	0.98	1.00	1.0	100
	5	1.00	0.98	0.99	0.92	0.95	0.95	0.96	1.0	96.4
	6	0.87	0.84	0.83	0.83	0.86	0.80	0.84	1.0	83.8
苯并(a)芘	1	0.48	0.84	0.98	0.85	0.72	0.66	0.75	1.0	75.3
	2	0.74	1.00	0.96	0.84	0.83	0.88	0.87	1.0	87.3
	3	0.85	0.93	0.87	0.89	0.84	0.83	0.87	1.0	86.8
	4	0.97	0.97	0.94	0.96	0.95	0.92	0.95	1.0	94.8
	5	0.90	0.84	0.87	0.82	0.82	0.82	0.84	1.0	84.3
	6	0.94	0.93	0.88	0.88	0.88	0.84	0.89	1.0	89.2
茚并(1,2,3-cd)芘	1	0.51	0.88	1.01	0.86	0.70	0.65	0.77	1.0	76.7
	2	0.73	1.13	1.04	0.93	0.90	1.00	0.95	1.0	95.2

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	3	0.88	0.97	0.90	0.92	0.87	0.85	0.89	1.0	89.4
	4	1.00	0.92	0.95	0.97	0.95	0.92	0.95	1.0	95.1
	5	0.88	0.91	0.87	0.84	0.86	0.86	0.87	1.0	86.8
	6	0.93	0.94	0.95	0.94	0.95	0.88	0.93	1.0	93.5
	1	0.55	0.92	1.06	0.90	0.74	0.67	0.80	1.0	80.3
	2	0.86	1.14	1.06	0.94	0.94	1.02	0.99	1.0	99.1
二苯并(a,h)蒽	3	0.89	0.98	0.90	0.91	0.86	0.85	0.90	1.0	89.7
	4	1.02	0.93	0.95	0.97	0.96	0.92	0.96	1.0	95.6
	5	0.93	0.92	0.91	0.86	0.86	0.87	0.89	1.0	88.8
	6	0.89	0.99	0.94	0.94	0.90	0.91	0.93	1.0	92.7
	1	0.63	0.99	1.15	0.97	0.80	0.72	0.87	1.0	87.4
	2	0.89	1.20	1.12	0.96	0.97	1.07	1.03	1.0	103
苯并(g,h,i)芘	3	0.93	1.01	0.94	0.95	0.92	0.88	0.94	1.0	93.6
	4	1.03	0.96	0.97	0.99	0.98	0.92	0.97	1.0	97.3
	5	0.94	0.93	0.94	0.86	0.88	0.89	0.90	1.0	90.3
	6	1.00	0.98	0.99	0.94	0.96	0.92	0.97	1.0	96.7
	1	0.67	0.98	1.11	0.94	0.85	0.76	0.88	1.0	88.1
	2	0.91	1.22	1.15	1.05	1.02	1.09	1.07	1.0	107
邻苯二甲酸二甲酯	3	0.89	0.97	0.90	0.90	0.87	0.89	0.90	1.0	90.1
	4	1.02	1.12	1.00	0.90	1.02	1.00	1.01	1.0	101
	5	1.07	1.01	1.09	0.97	1.02	0.98	1.02	1.0	102
	6	0.95	0.99	1.01	0.92	0.93	0.94	0.96	1.0	95.6
	1	0.55	0.94	1.08	0.90	0.81	0.72	0.83	1.0	83.0
	2	1.06	1.21	1.12	1.03	1.02	1.12	1.09	1.0	109
邻苯二甲酸二乙酯	3	0.94	1.01	0.95	0.98	0.94	0.92	0.95	1.0	95.4
	4	1.08	1.13	1.04	1.05	1.05	1.03	1.06	1.0	106
	5	1.05	1.06	1.07	1.00	1.03	1.00	1.03	1.0	103
	6	1.07	0.99	1.04	1.00	0.98	1.01	1.02	1.0	102
	1	0.45	0.92	1.14	0.99	0.87	0.78	0.86	1.0	85.5
	2	1.28	1.24	1.24	1.08	1.12	1.18	1.19	1.0	119
邻苯二甲酸二丁酯	3	0.99	1.12	0.99	1.05	0.98	1.04	1.03	1.0	102
	4	1.15	1.29	1.11	1.13	1.23	1.17	1.18	1.0	118

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	5	1.16	1.11	1.16	0.98	0.84	1.10	1.06	1.0	106
	6	1.13	1.01	1.08	0.95	1.05	0.96	1.03	1.0	103
邻苯二甲酸丁苄酯	1	1.05	0.55	0.71	0.70	0.54	0.45	0.67	1.0	66.5
	2	0.87	0.90	0.90	0.80	0.82	0.90	0.87	1.0	86.5
	3	0.76	0.87	0.85	0.88	0.84	0.85	0.84	1.0	83.9
	4	1.00	0.99	0.94	0.99	1.00	0.92	0.97	1.0	97.1
	5	0.95	0.91	0.92	0.81	0.87	0.86	0.89	1.0	88.6
	6	1.02	0.96	1.03	0.92	0.92	0.95	0.97	1.0	96.7
邻苯二甲酸二正辛酯	1	1.35	0.69	0.90	0.84	0.69	0.58	0.84	1.0	83.9
	2	1.04	1.12	1.15	1.02	1.06	1.15	1.09	1.0	109
	3	0.94	1.14	1.14	1.13	1.07	1.06	1.08	1.0	108
	4	1.08	1.40	1.23	1.29	1.28	1.22	1.25	1.0	125
	5	1.31	1.16	1.10	1.09	1.18	1.15	1.16	1.0	116
	6	1.02	1.09	1.01	0.94	1.01	0.98	1.01	1.0	101
N-亚硝基二甲胺	1	1.01	0.84	0.74	0.77	0.72	0.64	0.78	1.0	78.4
	2	0.91	0.81	0.80	0.77	0.83	0.82	0.82	1.0	82.0
	3	0.73	0.81	0.75	0.77	0.71	0.75	0.75	1.0	75.1
	4	0.79	0.99	0.76	0.88	0.78	0.85	0.84	1.0	84.0
	5	0.80	0.78	0.79	0.76	0.84	0.80	0.79	1.0	79.1
	6	0.94	0.80	0.89	0.85	0.88	0.85	0.87	1.0	86.8
N-亚硝基二正丙胺	1	0.55	0.82	1.01	0.79	0.77	0.63	0.76	1.0	76.0
	2	0.93	1.09	1.01	0.97	0.97	1.03	1.00	1.0	99.7
	3	0.83	0.85	0.86	0.88	0.86	0.78	0.84	1.0	83.9
	4	0.93	0.99	0.96	0.81	0.88	0.92	0.91	1.0	91.3
	5	0.87	0.76	0.92	0.81	0.89	0.83	0.85	1.0	84.5
	6	0.98	0.92	1.05	0.92	0.97	0.90	0.96	1.0	95.7
硝基苯	1	1.26	0.79	0.98	0.75	0.75	0.62	0.86	1.0	85.6
	2	0.76	1.09	0.97	0.98	0.89	0.98	0.94	1.0	94.3
	3	0.84	0.90	0.86	0.86	0.79	0.82	0.84	1.0	84.4
	4	1.01	0.92	0.92	0.86	0.85	0.90	0.91	1.0	90.8
	5	0.74	0.57	0.77	0.67	0.71	0.66	0.69	1.0	68.5
	6	0.74	0.70	0.76	0.65	0.75	0.67	0.71	1.0	71.4

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
异佛尔酮	1	0.66	0.95	1.15	0.93	0.85	0.76	0.88	1.0	88.1
	2	0.94	1.17	1.11	1.03	1.04	1.13	1.07	1.0	107
	3	0.89	0.94	0.95	0.95	0.90	0.92	0.92	1.0	92.3
	4	0.98	1.05	0.97	0.89	0.95	0.99	0.97	1.0	97.1
	5	0.97	0.88	0.99	0.89	0.97	0.93	0.94	1.0	93.7
	6	0.86	0.96	1.02	0.94	1.00	0.94	0.95	1.0	95.4
2,6-二硝基甲苯	1	0.42	0.79	0.88	0.71	0.66	0.58	0.67	1.0	67.2
	2	0.81	1.00	1.02	0.87	0.86	0.93	0.91	1.0	91.2
	3	0.75	0.83	0.78	0.83	0.74	0.75	0.78	1.0	77.7
	4	0.87	0.92	0.83	0.83	0.86	0.84	0.86	1.0	85.6
	5	0.85	0.83	0.91	0.78	0.86	0.81	0.84	1.0	83.8
	6	1.02	1.01	1.04	0.94	0.98	0.96	0.99	1.0	99.0
2,4-二硝基甲苯	1	0.52	0.98	1.07	0.90	0.79	0.69	0.82	1.0	82.2
	2	0.83	1.21	1.18	1.04	1.00	1.10	1.06	1.0	106
	3	0.91	0.93	0.93	0.96	0.87	0.90	0.91	1.0	91.4
	4	1.04	1.09	0.97	0.99	1.00	0.99	1.01	1.0	101
	5	1.03	0.99	1.03	0.89	0.97	0.93	0.97	1.0	97.1
	6	1.00	0.99	1.02	0.95	0.96	0.98	0.98	1.0	98.3
偶氮苯	1	0.58	0.90	0.98	0.81	0.73	0.67	0.78	1.0	77.8
	2	1.09	1.07	1.05	0.92	0.94	1.01	1.01	1.0	101
	3	0.84	0.92	0.85	0.88	0.83	0.85	0.86	1.0	85.9
	4	0.93	0.94	0.91	0.90	0.93	0.95	0.93	1.0	92.5
	5	0.93	0.91	0.91	0.84	0.88	0.85	0.88	1.0	88.4
	6	1.06	1.01	1.04	0.91	0.98	0.93	0.99	1.0	98.9
二(2-氯乙基)醚	1	0.62	0.79	0.91	0.71	0.75	1.14	0.82	1.0	82.0
	2	0.80	1.00	0.87	0.92	0.80	0.86	0.87	1.0	87.4
	3	0.78	0.85	0.76	0.80	0.71	0.68	0.76	1.0	76.1
	4	0.69	0.95	0.70	0.64	0.66	0.69	0.72	1.0	71.9
	5	0.53	0.41	0.58	0.47	0.53	0.48	0.50	1.0	49.8
	6	0.58	0.53	0.57	0.48	0.53	0.48	0.53	1.0	53.1
二(2-氯乙氧基)甲烷	1	0.72	0.98	1.12	0.90	0.85	0.73	0.88	1.0	88.2
	2	0.90	1.21	1.11	1.05	1.03	1.14	1.07	1.0	107

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)	
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次				
	3	0.92	0.96	0.92	0.94	0.88	0.88	0.91	1.0	91.4	
	4	1.01	1.08	0.97	0.92	0.91	0.98	0.98	1.0	97.7	
	5	0.99	0.89	1.03	0.87	0.99	0.92	0.95	1.0	94.6	
	6	1.06	1.00	1.08	0.91	0.97	0.93	0.99	1.0	98.9	
	4-氯二苯基醚	1	0.67	0.98	1.05	0.87	0.79	0.70	0.84	1.0	84.1
		2	0.90	1.13	1.04	0.99	0.99	1.07	1.02	1.0	102
3		0.87	0.92	0.87	0.91	0.86	0.84	0.88	1.0	87.7	
4		0.99	1.01	0.92	0.97	0.93	0.95	0.96	1.0	96.0	
5		0.90	0.95	0.95	0.89	0.95	0.88	0.92	1.0	91.8	
6		1.09	1.00	1.02	0.94	0.97	0.98	1.00	1.0	100	
4-溴二苯基醚	1	0.64	0.96	1.05	0.88	0.77	0.69	0.83	1.0	82.8	
	2	1.03	1.12	1.08	0.98	0.97	1.05	1.04	1.0	104	
	3	0.89	0.96	0.88	0.89	0.87	0.84	0.89	1.0	88.6	
	4	0.98	1.01	0.97	0.98	0.98	0.97	0.98	1.0	97.9	
	5	0.98	0.97	0.98	0.90	0.95	0.90	0.95	1.0	94.5	
	6	1.08	1.01	1.06	0.97	0.98	0.96	1.01	1.0	101	
六氯苯	1	0.63	0.89	1.03	0.84	0.74	0.66	0.80	1.0	79.6	
	2	0.98	1.07	1.05	0.90	0.93	0.99	0.99	1.0	98.5	
	3	0.83	0.90	0.84	0.88	0.80	0.80	0.84	1.0	83.8	
	4	0.92	0.94	0.92	0.88	0.93	0.91	0.92	1.0	91.6	
	5	0.94	0.94	0.94	0.85	0.87	0.86	0.90	1.0	89.8	
	6	1.05	0.98	1.02	0.89	0.95	0.90	0.96	1.0	96.4	
4-氯苯胺	1	0.93	0.58	0.62	0.54	0.51	0.48	0.61	1.0	60.8	
	2	0.80	0.67	0.65	0.76	0.66	0.88	0.73	1.0	73.4	
	3	0.47	0.65	0.49	0.52	0.49	0.45	0.51	1.0	51.3	
	4	0.49	0.64	0.52	0.50	0.53	0.55	0.54	1.0	53.6	
	5	0.50	0.71	0.44	0.54	0.55	0.48	0.54	1.0	53.6	
	6	0.47	0.50	0.42	0.50	0.50	0.49	0.48	1.0	47.9	
2-硝基苯胺	1	1.21	0.67	0.80	0.65	0.58	0.51	0.74	1.0	73.6	
	2	0.87	0.89	0.84	0.79	0.74	0.82	0.82	1.0	82.4	
	3	0.66	0.76	0.69	0.72	0.70	0.64	0.69	1.0	69.3	
	4	0.79	0.85	0.73	0.72	0.76	0.76	0.77	1.0	76.7	

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	5	0.76	0.74	0.78	0.69	0.70	0.71	0.73	1.0	72.8
	6	0.98	0.99	1.00	0.92	0.98	0.96	0.97	1.0	97.2
3-硝基苯胺	1	0.51	0.82	0.95	0.79	0.73	0.70	0.75	1.0	74.6
	2	1.04	1.02	0.96	0.90	0.92	0.94	0.96	1.0	95.8
	3	0.79	0.83	0.81	0.82	0.80	0.82	0.81	1.0	81.0
	4	0.91	0.97	0.92	0.84	0.89	0.90	0.90	1.0	90.3
	5	0.90	0.92	0.94	0.90	0.86	0.88	0.90	1.0	89.6
	6	0.97	0.94	0.95	0.94	0.91	0.95	0.95	1.0	94.5
二苯并呋喃	1	0.74	1.06	1.13	0.93	0.86	0.78	0.91	1.0	91.4
	2	0.99	1.23	1.12	1.04	1.01	1.10	1.08	1.0	108
	3	0.95	0.99	0.96	0.98	0.92	0.90	0.95	1.0	94.9
	4	1.07	1.10	1.02	1.04	1.01	1.00	1.04	1.0	104
	5	1.02	1.00	1.08	0.97	0.99	0.96	1.00	1.0	100
	6	0.94	0.95	0.99	0.92	0.94	0.93	0.94	1.0	94.5
4-硝基苯胺	1	0.36	0.69	0.83	0.66	0.60	0.56	0.61	1.0	61.3
	2	0.71	0.90	0.84	0.78	0.80	0.82	0.81	1.0	80.6
	3	0.77	0.71	0.68	0.70	0.67	0.70	0.70	1.0	70.1
	4	0.79	0.86	0.80	0.72	0.77	0.78	0.78	1.0	78.3
	5	0.78	0.81	0.82	0.78	0.73	0.76	0.78	1.0	77.6
	6	1.01	0.94	0.95	0.94	0.91	0.95	0.95	1.0	95.0
咪唑	1	0.58	0.95	1.08	0.90	0.79	0.73	0.84	1.0	83.6
	2	1.05	1.17	1.11	0.95	0.99	1.07	1.05	1.0	105
	3	0.91	0.99	0.92	0.96	0.92	0.94	0.94	1.0	93.8
	4	1.03	1.05	1.01	1.01	1.05	1.03	1.03	1.0	103
	5	1.02	1.00	1.01	0.91	0.98	0.93	0.97	1.0	97.2
	6	1.07	0.99	1.01	0.91	0.95	0.92	0.97	1.0	97.3

附表 1-3-2 SVOC 空白加标 2.5mg/kg, 6 家实验室正确度测试原始数据

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
苯酚	1	2.59	2.33	2.64	2.26	2.29	2.32	2.40	2.5	96.1

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	2	2.38	2.53	2.53	2.40	2.24	2.29	2.39	2.5	95.7
	3	1.52	1.54	1.65	1.86	1.69	1.83	1.68	2.5	67.2
	4	2.34	2.14	2.55	2.69	2.59	2.41	2.45	2.5	98.0
	5	2.44	2.25	2.47	2.16	2.22	1.99	2.25	2.5	90.0
	6	2.51	1.83	1.96	1.30	1.49	1.60	1.78	2.5	71.2
	2-氯苯酚	1	2.40	2.35	2.62	2.13	2.06	2.19	2.29	2.5
2		2.32	2.28	2.33	2.22	1.88	2.02	2.17	2.5	87.0
3		2.11	2.03	1.96	2.02	1.95	2.08	2.02	2.5	80.9
4		2.14	2.09	2.42	2.53	2.38	2.22	2.29	2.5	91.8
5		2.12	1.79	2.19	1.76	1.94	1.60	1.90	2.5	75.9
6		2.16	2.07	2.12	2.01	2.08	2.19	2.10	2.5	84.1
2-甲基苯酚	1	1.55	1.48	1.61	1.73	1.73	1.63	1.62	2.5	64.8
	2	1.34	1.34	1.58	1.34	1.20	1.28	1.34	2.5	53.8
	3	0.91	0.95	0.98	0.87	0.97	0.91	0.93	2.5	37.2
	4	1.61	1.71	1.81	1.84	1.71	1.63	1.72	2.5	68.7
	5	1.32	1.31	1.39	1.34	1.31	1.15	1.30	2.5	52.1
	6	1.70	1.43	1.44	1.35	1.54	1.65	1.52	2.5	60.6
2-硝基苯酚	1	2.33	2.40	2.81	2.18	1.95	2.33	2.33	2.5	93.3
	2	2.49	2.64	2.46	2.53	2.17	2.41	2.45	2.5	98.0
	3	2.40	2.50	2.12	2.67	2.20	2.51	2.40	2.5	95.8
	4	2.63	2.33	2.61	2.67	2.67	2.74	2.61	2.5	104
	5	2.27	2.01	2.62	1.98	2.27	2.09	2.21	2.5	88.2
	6	2.34	2.41	2.54	2.26	2.38	2.49	2.40	2.5	96.0
2,4-二氯苯酚	1	2.30	2.31	2.94	2.23	2.10	2.37	2.37	2.5	94.9
	2	2.32	2.49	2.39	2.51	2.21	2.31	2.37	2.5	94.8
	3	2.33	2.35	2.16	2.57	2.06	2.36	2.30	2.5	92.1
	4	2.61	2.77	2.65	2.62	2.65	2.73	2.67	2.5	107
	5	2.41	2.42	2.50	2.28	2.24	2.34	2.36	2.5	94.5
	6	2.49	2.59	2.55	2.44	2.60	2.68	2.56	2.5	102
4-氯-3-甲基苯酚	1	2.25	2.25	2.79	2.31	2.04	2.11	2.29	2.5	91.6
	2	2.29	2.47	2.32	2.18	2.15	1.99	2.23	2.5	89.3
	3	2.03	1.96	1.83	2.28	1.88	2.01	2.00	2.5	79.9

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	4	2.24	2.32	2.29	2.42	2.34	2.40	2.33	2.5	93.3
	5	2.12	2.22	2.38	2.03	2.11	2.44	2.21	2.5	88.5
	6	2.07	2.28	2.22	2.05	2.16	2.64	2.23	2.5	89.4
2,4,6-三氯苯酚	1	2.15	2.37	2.88	2.34	1.96	2.33	2.34	2.5	93.4
	2	2.26	2.28	2.42	2.42	2.04	2.24	2.28	2.5	91.0
	3	2.25	2.47	2.36	2.13	2.32	2.25	2.30	2.5	91.8
	4	2.58	2.40	2.68	2.91	2.64	3.07	2.71	2.5	108
	5	2.08	2.59	2.40	2.21	2.58	2.31	2.36	2.5	94.3
	6	2.11	2.54	2.60	2.31	2.73	2.82	2.52	2.5	101
2,4,5-三氯苯酚	1	2.11	2.44	2.57	2.40	2.18	2.40	2.35	2.5	93.9
	2	2.48	2.34	2.30	2.36	2.27	2.40	2.36	2.5	94.2
	3	2.47	2.50	2.43	2.49	2.24	2.26	2.40	2.5	95.9
	4	2.38	2.37	2.52	2.69	2.51	2.95	2.57	2.5	103
	5	2.22	2.45	2.44	2.12	2.32	2.22	2.29	2.5	91.8
	6	2.44	2.60	2.29	2.68	2.84	2.45	2.55	2.5	102
4-硝基苯酚	1	2.07	2.25	2.37	2.25	1.82	2.45	2.20	2.5	88.0
	2	2.38	2.61	2.42	2.57	2.44	2.55	2.49	2.5	99.7
	3	2.57	2.82	2.72	2.58	2.58	2.83	2.68	2.5	107
	4	2.89	2.90	2.82	2.68	2.79	2.99	2.84	2.5	114
	5	2.72	2.60	3.04	2.85	2.60	2.96	2.79	2.5	112
	6	2.78	2.84	3.00	2.85	2.78	2.95	2.87	2.5	115
萘	1	2.09	2.01	2.32	1.93	1.76	1.90	2.00	2.5	79.9
	2	1.63	1.37	1.59	1.78	1.34	1.63	1.55	2.5	62.1
	3	1.66	1.74	1.61	1.87	1.72	1.82	1.73	2.5	69.4
	4	1.10	1.10	1.31	1.10	1.18	1.24	1.17	2.5	46.7
	5	1.16	1.07	1.32	1.03	1.10	0.98	1.11	2.5	44.3
	6	1.20	1.72	1.54	1.62	1.57	1.60	1.54	2.5	61.6
2-甲基萘	1	2.08	2.21	2.36	2.25	2.08	2.25	2.20	2.5	88.1
	2	1.86	1.62	2.02	2.02	1.48	1.72	1.78	2.5	71.4
	3	2.26	2.02	1.81	2.27	1.93	2.19	2.08	2.5	83.1
	4	1.86	1.60	2.14	1.87	1.97	2.05	1.91	2.5	76.5
	5	1.68	1.35	1.93	1.30	1.53	1.46	1.54	2.5	61.6

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	6	1.72	1.73	1.71	1.70	1.78	1.86	1.75	2.5	69.9
2-氯萘	1	2.44	2.48	2.23	2.71	2.35	2.58	2.46	2.5	98.5
	2	2.14	1.80	2.43	2.08	1.81	1.90	2.02	2.5	81.0
	3	2.23	2.44	2.26	2.43	2.26	2.28	2.31	2.5	92.5
	4	2.24	2.04	2.22	2.37	2.33	2.89	2.35	2.5	93.9
	5	1.80	1.95	2.41	1.85	2.07	1.85	1.99	2.5	79.4
	6	2.31	1.92	2.03	2.11	2.03	2.30	2.12	2.5	84.6
萘烯	1	2.50	2.29	2.74	2.23	1.95	2.32	2.34	2.5	93.4
	2	2.38	1.71	2.15	2.29	1.97	2.29	2.13	2.5	85.2
	3	2.25	2.39	2.39	2.50	1.84	2.37	2.29	2.5	91.5
	4	2.39	2.29	2.55	2.42	2.58	3.14	2.56	2.5	102
	5	2.15	1.97	2.59	2.08	2.28	2.14	2.20	2.5	87.9
	6	2.09	2.19	1.99	2.29	2.35	2.58	2.25	2.5	89.9
萘	1	2.37	2.68	2.39	2.54	2.18	2.72	2.48	2.5	99.1
	2	2.41	2.06	2.59	2.45	2.01	2.13	2.27	2.5	90.9
	3	2.23	2.38	2.13	2.30	2.43	2.23	2.28	2.5	91.2
	4	2.49	2.03	2.28	2.34	2.61	3.05	2.46	2.5	98.5
	5	2.55	2.09	2.52	2.12	2.41	2.09	2.30	2.5	91.8
	6	2.36	2.38	2.14	2.35	2.34	2.52	2.35	2.5	93.8
芴	1	2.45	2.60	2.51	2.78	2.30	2.76	2.57	2.5	103
	2	2.43	2.13	2.49	2.46	2.11	2.17	2.30	2.5	91.8
	3	2.20	2.32	1.98	2.45	2.29	2.30	2.25	2.5	90.2
	4	2.48	2.59	2.33	2.43	2.67	3.00	2.58	2.5	103
	5	2.43	2.57	2.66	2.30	2.45	2.42	2.47	2.5	98.8
	6	2.41	2.58	2.58	2.35	2.52	2.92	2.56	2.5	102
菲	1	3.14	2.71	2.66	2.75	2.55	2.69	2.75	2.5	110
	2	2.50	2.23	3.05	3.10	2.76	2.70	2.72	2.5	109
	3	2.84	2.62	2.51	2.70	2.69	2.63	2.66	2.5	106
	4	3.22	3.05	2.99	2.81	2.61	2.88	2.92	2.5	117
	5	3.07	2.65	2.27	2.67	2.74	2.49	2.65	2.5	106
	6	2.72	2.69	2.81	2.67	2.58	2.92	2.73	2.5	109
蒽	1	2.94	2.84	2.52	2.65	2.66	2.66	2.71	2.5	108

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	2	2.82	2.02	2.87	2.70	2.57	2.75	2.62	2.5	105
	3	2.87	2.62	2.27	2.67	2.63	2.49	2.59	2.5	104
	4	3.17	2.55	2.92	2.76	3.14	2.99	2.92	2.5	117
	5	3.02	2.60	2.12	2.63	3.03	2.57	2.66	2.5	106
	6	3.06	2.75	2.95	3.02	2.47	2.93	2.86	2.5	114
	荧蒽	1	3.34	3.19	2.61	2.60	2.67	2.65	2.84	2.5
2		2.84	2.03	3.15	3.09	3.02	3.14	2.88	2.5	115
3		2.60	2.65	2.51	2.72	2.52	2.48	2.58	2.5	103
4		3.32	2.99	3.12	2.41	3.20	3.16	3.03	2.5	121
5		3.00	2.79	2.38	2.48	3.22	2.50	2.73	2.5	109
6		2.88	2.68	3.05	2.98	2.84	2.93	2.89	2.5	116
芘	1	2.80	2.55	2.47	2.79	2.53	2.68	2.64	2.5	105
	2	2.64	2.30	2.72	2.76	2.55	2.56	2.59	2.5	103
	3	2.55	2.56	2.16	2.50	2.76	2.14	2.44	2.5	97.8
	4	2.69	3.36	2.74	2.49	3.01	2.91	2.87	2.5	116
	5	3.19	2.47	2.08	2.62	2.97	2.68	2.67	2.5	107
	6	3.16	2.69	2.52	2.47	2.69	2.37	2.65	2.5	106
苯并(a)蒽	1	2.47	2.32	1.63	2.52	2.38	2.47	2.30	2.5	91.8
	2	2.35	2.14	2.37	2.14	2.40	2.12	2.25	2.5	90.0
	3	2.32	2.23	2.07	2.11	2.19	2.26	2.19	2.5	87.7
	4	2.72	2.72	2.44	2.09	2.46	2.74	2.53	2.5	101
	5	2.61	2.29	2.70	2.01	2.62	2.70	2.49	2.5	99.5
	6	2.48	2.63	2.24	1.98	2.52	2.26	2.35	2.5	94.0
蒽	1	2.37	2.62	2.11	2.28	2.12	2.33	2.30	2.5	92.1
	2	2.25	2.12	2.50	2.08	1.94	2.04	2.15	2.5	86.2
	3	2.16	2.10	1.93	2.16	2.37	2.01	2.12	2.5	84.8
	4	2.55	3.05	2.23	2.29	2.51	2.48	2.52	2.5	101
	5	2.79	2.26	2.33	1.92	2.39	2.38	2.34	2.5	93.6
	6	2.60	2.51	2.44	2.16	2.72	2.42	2.47	2.5	98.9
苯并(b)蒽	1	2.42	2.27	2.26	2.05	1.80	2.00	2.13	2.5	85.2
	2	2.31	1.98	2.25	2.00	1.85	2.15	2.09	2.5	83.5
	3	2.07	2.31	2.23	1.97	2.08	2.11	2.12	2.5	85.0

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	4	2.89	2.18	2.27	2.00	1.92	2.79	2.34	2.5	93.6
	5	2.21	2.15	2.33	2.48	2.19	2.34	2.28	2.5	91.2
	6	2.63	2.30	2.37	2.03	2.40	2.21	2.32	2.5	92.8
苯并(k)荧蒽	1	2.78	2.51	2.49	2.18	1.97	2.56	2.41	2.5	96.6
	2	2.58	2.14	2.01	2.76	1.97	2.27	2.29	2.5	91.4
	3	2.51	2.22	2.26	2.62	2.21	2.22	2.34	2.5	93.5
	4	3.10	2.49	2.66	2.24	2.72	2.90	2.68	2.5	107
	5	2.49	2.52	2.73	2.91	2.51	2.46	2.60	2.5	104
	6	3.01	2.63	2.71	2.28	2.43	2.87	2.65	2.5	106
苯并(a)芘	1	2.40	2.20	2.55	1.79	1.72	1.98	2.10	2.5	84.1
	2	2.17	1.88	2.41	2.35	1.82	2.01	2.10	2.5	84.2
	3	2.01	2.22	2.00	2.26	2.02	2.09	2.10	2.5	83.9
	4	2.67	2.15	2.43	1.94	2.47	2.66	2.38	2.5	95.3
	5	2.15	1.83	2.31	2.18	2.34	1.78	2.10	2.5	83.9
	6	2.40	2.37	2.37	1.94	2.51	2.68	2.38	2.5	95.0
茚并(1,2,3-cd)芘	1	2.41	2.42	2.73	2.09	2.14	2.34	2.35	2.5	94.1
	2	2.40	2.11	2.20	2.30	1.88	2.32	2.20	2.5	88.0
	3	2.24	2.46	2.18	2.40	2.10	2.20	2.26	2.5	90.5
	4	2.69	2.38	2.43	2.05	2.52	2.85	2.48	2.5	99.3
	5	1.97	2.25	2.21	2.34	2.15	2.25	2.19	2.5	87.7
	6	2.77	2.48	2.43	2.13	2.21	2.60	2.43	2.5	97.3
二苯并(a,h)蒽	1	2.30	2.71	2.89	2.27	2.22	2.59	2.50	2.5	99.8
	2	2.39	2.11	2.60	2.56	2.17	2.42	2.37	2.5	95.0
	3	2.32	2.46	2.21	2.52	2.33	2.58	2.40	2.5	96.1
	4	2.91	2.57	2.60	2.11	2.51	2.79	2.58	2.5	103
	5	2.53	2.04	2.78	2.93	2.62	2.21	2.52	2.5	101
	6	2.54	2.59	2.70	2.37	2.66	2.57	2.57	2.5	103
苯并(g,h,i)芘	1	2.56	2.68	2.63	2.50	2.31	2.63	2.55	2.5	102
	2	2.46	2.17	2.69	2.47	2.19	2.43	2.40	2.5	96.0
	3	2.58	2.27	2.19	2.74	2.41	2.69	2.48	2.5	99.1
	4	2.75	2.72	2.47	2.38	2.62	2.84	2.63	2.5	105
	5	2.50	2.23	2.34	2.68	2.45	2.47	2.44	2.5	97.7

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	6	2.77	2.62	2.24	2.14	2.53	2.78	2.51	2.5	100
邻苯二甲酸二甲酯	1	2.48	2.64	2.24	2.85	2.17	2.49	2.48	2.5	99.0
	2	2.48	2.12	2.48	2.45	2.28	2.45	2.38	2.5	95.0
	3	2.08	2.06	2.23	2.34	2.03	2.01	2.12	2.5	84.9
	4	2.54	2.42	2.26	2.49	2.65	3.10	2.57	2.5	103
	5	2.43	2.61	2.54	2.40	2.45	2.27	2.45	2.5	97.9
	6	2.62	2.39	2.24	1.93	2.41	2.44	2.34	2.5	93.4
邻苯二甲酸二乙酯	1	2.73	2.66	2.17	2.82	2.52	2.72	2.60	2.5	104
	2	2.49	2.08	2.91	2.42	2.48	2.59	2.49	2.5	99.7
	3	2.55	2.56	2.40	2.36	2.44	2.43	2.45	2.5	98.2
	4	2.75	2.75	2.61	2.66	2.70	3.44	2.82	2.5	113
	5	2.73	2.03	2.69	2.59	2.79	2.63	2.57	2.5	103
	6	2.46	2.48	2.38	2.18	2.65	2.83	2.50	2.5	99.9
邻苯二甲酸二丁酯	1	2.57	3.02	2.94	2.95	2.72	2.82	2.83	2.5	113
	2	2.67	2.50	2.87	2.81	2.64	2.78	2.71	2.5	108
	3	2.47	2.71	2.41	2.89	2.78	3.01	2.71	2.5	108
	4	3.25	2.94	3.23	2.50	3.00	2.89	2.97	2.5	119
	5	3.09	2.70	2.15	2.70	2.82	2.53	2.66	2.5	106
	6	3.35	2.45	2.92	2.93	3.26	2.82	2.95	2.5	118
邻苯二甲酸丁苄酯	1	2.33	2.59	2.20	2.31	2.26	2.35	2.34	2.5	93.5
	2	2.35	1.82	2.29	2.15	2.09	2.27	2.16	2.5	86.4
	3	2.11	2.13	2.01	2.11	2.37	2.48	2.20	2.5	88.0
	4	2.54	2.81	2.36	2.18	2.45	2.37	2.45	2.5	97.9
	5	2.47	2.21	2.50	2.13	2.58	2.35	2.37	2.5	94.8
	6	2.46	2.11	2.16	2.10	2.76	2.35	2.32	2.5	92.9
邻苯二甲酸二正辛酯	1	2.77	2.75	2.85	2.61	2.46	2.73	2.69	2.5	108
	2	2.64	2.29	2.72	2.86	2.36	2.61	2.58	2.5	103
	3	2.46	2.77	2.35	2.80	2.48	2.48	2.55	2.5	102
	4	2.99	2.85	2.83	2.34	2.97	3.40	2.89	2.5	116
	5	2.69	2.64	2.83	2.19	2.83	2.63	2.63	2.5	105
	6	2.28	2.82	2.83	2.48	2.92	2.55	2.64	2.5	106
	1	2.33	2.10	2.26	1.89	1.89	1.88	2.06	2.5	82.2

化合物名称	实验 室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标 水平 (mg/kg)	加标回收 率 P(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
N-亚硝基二甲胺	2	1.98	2.11	2.11	1.97	1.87	2.05	2.01	2.5	80.5
	3	1.98	2.05	1.85	1.72	1.76	1.78	1.85	2.5	74.1
	4	1.77	1.57	2.34	1.97	2.07	1.95	1.94	2.5	77.7
	5	1.98	1.81	2.05	1.57	1.98	1.55	1.82	2.5	72.8
	6	2.14	1.96	1.85	1.74	1.84	1.77	1.88	2.5	75.2
	N-亚硝基二正丙胺	1	2.52	2.44	2.67	2.17	2.18	2.28	2.37	2.5
2		2.50	2.47	2.38	2.36	2.20	2.18	2.34	2.5	93.8
3		2.27	2.31	2.04	2.16	2.13	2.23	2.19	2.5	87.5
4		2.45	2.27	2.54	2.73	2.53	2.54	2.51	2.5	100
5		2.26	1.88	2.47	1.88	1.98	1.90	2.06	2.5	82.3
6		2.38	2.27	2.40	2.33	2.48	2.48	2.39	2.5	95.5
硝基苯	1	1.93	2.06	2.49	1.95	1.80	2.10	2.05	2.5	82.0
	2	1.92	2.15	2.05	1.93	1.64	1.84	1.92	2.5	76.7
	3	2.03	1.93	1.79	2.13	1.89	1.98	1.96	2.5	78.2
	4	1.58	1.47	1.83	1.74	1.76	1.80	1.69	2.5	67.7
	5	1.47	1.19	1.69	1.22	1.38	1.19	1.35	2.5	54.1
	6	1.50	2.02	1.85	1.89	1.88	1.92	1.84	2.5	73.6
异佛尔酮	1	2.43	2.53	2.92	2.40	2.20	2.34	2.47	2.5	98.7
	2	2.38	2.62	2.46	2.48	2.27	2.34	2.42	2.5	96.9
	3	2.40	2.39	2.20	2.65	2.13	2.45	2.37	2.5	94.6
	4	2.66	2.57	2.61	2.70	2.63	2.41	2.59	2.5	104
	5	2.40	2.20	2.66	2.11	2.25	2.25	2.31	2.5	92.4
	6	2.43	2.55	2.51	2.41	2.60	2.62	2.52	2.5	101
2,6-二硝基甲苯	1	2.41	2.55	3.16	2.30	2.08	2.21	2.45	2.5	97.9
	2	2.29	2.23	2.26	2.62	2.20	2.27	2.31	2.5	92.4
	3	2.21	2.42	2.15	2.19	2.06	2.33	2.22	2.5	89.0
	4	2.43	2.30	2.39	2.89	2.51	2.43	2.49	2.5	99.6
	5	2.56	2.32	2.69	2.09	2.39	2.18	2.37	2.5	94.8
	6	2.48	2.74	2.61	2.45	2.75	2.70	2.62	2.5	105
2,4-二硝基甲苯	1	2.41	2.47	3.02	2.65	2.29	2.48	2.55	2.5	102
	2	2.30	2.46	2.51	2.44	2.23	2.53	2.41	2.5	96.3
	3	2.10	2.58	2.43	2.45	2.20	2.19	2.32	2.5	92.9

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	4	2.60	2.21	2.40	2.76	2.57	2.17	2.45	2.5	97.9
	5	2.50	2.63	2.49	2.19	2.48	2.41	2.45	2.5	97.9
	6	2.52	2.67	2.50	2.42	2.60	2.79	2.58	2.5	103
偶氮苯	1	2.84	2.76	2.78	2.41	2.43	2.29	2.58	2.5	103
	2	2.47	2.52	2.53	2.52	2.34	2.47	2.47	2.5	98.9
	3	2.48	2.38	2.24	2.35	2.33	2.41	2.36	2.5	94.4
	4	2.98	2.52	2.88	2.73	2.80	2.29	2.70	2.5	108
	5	2.49	2.34	2.69	2.24	2.44	2.26	2.41	2.5	96.3
	6	2.98	2.38	2.58	2.49	2.86	2.60	2.65	2.5	106
二(2-氯乙基)醚	1	2.14	1.99	2.28	1.84	1.83	1.84	1.98	2.5	79.3
	2	1.87	1.86	1.83	1.79	1.52	1.74	1.77	2.5	70.6
	3	1.76	1.77	1.69	1.71	1.78	1.75	1.74	2.5	69.7
	4	1.09	1.19	1.41	1.30	1.34	1.18	1.25	2.5	50.0
	5	1.17	0.83	1.35	0.89	0.98	0.88	1.01	2.5	40.5
	6	1.68	1.83	1.81	1.91	1.76	1.83	1.80	2.5	72.1
二(2-氯乙氧基)甲烷	1	2.41	2.36	2.86	2.26	2.09	2.27	2.37	2.5	94.9
	2	2.43	2.48	2.28	2.48	2.14	2.22	2.34	2.5	93.4
	3	2.29	2.25	2.03	2.56	2.00	2.30	2.24	2.5	89.4
	4	2.30	2.32	2.43	2.58	2.45	2.60	2.44	2.5	97.8
	5	2.25	2.03	2.60	2.07	2.22	2.16	2.22	2.5	88.8
	6	2.34	2.33	2.36	2.29	2.42	2.36	2.35	2.5	93.9
4-氯二苯基醚	1	2.49	2.42	2.75	2.70	2.25	2.61	2.54	2.5	101
	2	2.52	2.36	2.47	2.28	2.26	2.16	2.34	2.5	93.6
	3	2.35	2.35	2.06	2.52	2.22	2.15	2.27	2.5	90.8
	4	2.61	2.49	2.51	2.84	2.76	2.87	2.68	2.5	107
	5	2.46	2.41	2.60	2.12	2.59	2.19	2.39	2.5	95.7
	6	2.57	2.26	2.35	2.41	2.70	2.71	2.50	2.5	100
4-溴二苯基醚	1	2.67	2.70	2.76	2.27	2.18	2.07	2.44	2.5	97.6
	2	2.30	2.13	2.39	2.02	1.83	2.33	2.16	2.5	86.5
	3	1.94	1.95	2.13	2.39	2.45	2.36	2.20	2.5	88.1
	4	2.94	2.20	2.61	2.19	2.48	2.40	2.47	2.5	98.7
	5	2.15	2.22	2.65	1.97	2.32	2.06	2.23	2.5	89.0

化合物名称	实验 室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标 水平 (mg/kg)	加标回收 率 P(%)
		第一 次	第二 次	第三 次	第四 次	第五 次	第六 次			
	6	2.42	1.89	2.60	2.53	2.39	2.39	2.37	2.5	94.7
六氯苯	1	2.23	2.25	2.79	2.05	2.01	2.04	2.23	2.5	89.0
	2	2.18	2.05	1.81	2.40	2.13	1.80	2.06	2.5	82.4
	3	2.11	2.32	2.35	2.19	2.18	2.69	2.30	2.5	92.1
	4	2.59	2.42	2.77	1.74	2.64	2.44	2.43	2.5	97.2
	5	2.39	2.13	2.79	1.97	2.12	2.57	2.33	2.5	93.0
	6	2.64	2.18	2.61	2.19	2.84	2.80	2.54	2.5	102
4-氯苯胺	1	1.14	1.44	1.69	1.58	1.48	1.61	1.49	2.5	59.5
	2	1.28	1.30	1.19	1.29	1.37	1.39	1.30	2.5	52.0
	3	1.15	1.22	1.10	1.41	1.22	1.44	1.26	2.5	50.3
	4	1.24	1.46	1.29	1.43	1.41	1.16	1.33	2.5	53.2
	5	1.29	1.13	1.31	1.15	1.27	1.31	1.24	2.5	49.7
	6	1.21	1.08	1.24	1.17	1.42	1.39	1.25	2.5	50.0
2-硝基苯胺	1	2.30	2.45	2.90	2.45	2.03	2.55	2.44	2.5	97.8
	2	2.31	2.40	2.44	2.42	2.17	2.25	2.33	2.5	93.3
	3	2.14	2.29	2.20	2.24	2.12	2.29	2.21	2.5	88.4
	4	2.49	2.19	2.54	2.66	2.55	2.99	2.57	2.5	103
	5	2.36	2.52	2.51	2.24	2.31	2.20	2.36	2.5	94.2
	6	2.37	2.57	2.40	2.40	2.69	2.53	2.49	2.5	99.6
3-硝基苯胺	1	1.75	1.91	2.43	2.03	1.71	1.96	1.96	2.5	78.5
	2	1.86	1.87	1.85	1.84	1.61	1.76	1.80	2.5	71.9
	3	1.18	1.33	1.24	1.41	1.34	1.35	1.31	2.5	52.2
	4	1.87	1.65	1.75	2.08	2.19	2.14	1.94	2.5	77.7
	5	1.81	1.85	1.91	1.69	1.87	1.79	1.82	2.5	72.7
	6	1.70	1.43	1.60	1.47	1.71	1.67	1.59	2.5	63.8
二苯并呋喃	1	2.49	2.89	2.92	2.77	2.29	2.97	2.72	2.5	109
	2	2.54	2.66	2.75	2.74	2.43	2.55	2.61	2.5	104
	3	2.59	2.75	2.41	2.47	2.39	2.63	2.54	2.5	101
	4	2.82	2.44	2.67	3.00	2.95	2.51	2.73	2.5	109
	5	2.59	2.84	2.59	2.39	2.66	2.33	2.56	2.5	102
	6	2.45	2.86	2.59	2.71	2.64	2.96	2.70	2.5	108
4-硝基苯胺	1	1.92	2.10	2.74	2.21	1.88	2.02	2.14	2.5	85.7

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	2	1.98	2.06	2.01	2.15	1.87	1.96	2.00	2.5	80.1
	3	1.70	1.84	1.69	1.93	1.79	1.76	1.78	2.5	71.3
	4	2.04	1.89	2.16	2.38	2.38	2.64	2.25	2.5	89.8
	5	1.87	2.14	2.13	1.97	2.08	2.00	2.03	2.5	81.1
	6	1.85	2.21	2.20	2.07	2.16	2.30	2.13	2.5	85.2
	咪唑	1	2.72	2.61	2.85	2.51	2.29	2.35	2.55	2.5
2		2.47	2.61	2.68	2.76	2.49	2.45	2.57	2.5	103
3		2.52	2.49	2.49	2.19	2.15	2.58	2.40	2.5	96.0
4		2.81	2.77	2.40	2.84	2.87	2.84	2.75	2.5	110
5		2.84	2.60	2.82	2.30	2.50	2.32	2.56	2.5	102
6		2.97	2.57	2.83	2.67	3.12	2.86	2.84	2.5	113

附表 1-3-3 SVOC 空白加标 7.5mg/kg, 6家实验室正确度测试原始数据

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
苯酚	1	7.60	7.33	7.68	7.26	7.30	7.46	7.44	7.5	99.2
	2	7.34	7.22	7.72	7.66	7.54	7.52	7.49	7.5	99.9
	3	5.94	6.22	6.44	5.52	5.93	6.11	6.01	7.5	80.1
	4	7.39	7.63	8.02	7.46	7.24	7.65	7.56	7.5	101
	5	7.42	7.13	7.23	6.93	6.77	7.55	7.17	7.5	95.6
	6	5.26	5.78	5.41	5.84	6.37	5.02	5.61	7.5	74.8
2-氯苯酚	1	7.19	6.99	7.35	6.90	6.82	7.09	7.05	7.5	94.1
	2	7.06	7.15	6.46	7.50	6.75	7.14	6.98	7.5	93.1
	3	5.90	6.37	6.28	5.51	5.94	5.82	6.00	7.5	79.9
	4	7.23	7.40	7.77	7.37	7.26	7.53	7.43	7.5	99.0
	5	6.22	5.85	6.06	5.89	5.67	6.57	6.04	7.5	80.6
	6	5.62	6.04	5.86	6.25	6.42	5.67	5.97	7.5	79.6
2-甲基苯酚	1	5.60	5.26	5.73	5.26	5.53	5.45	5.47	7.5	72.9
	2	6.03	5.60	4.70	4.97	4.53	5.31	5.16	7.5	68.9
	3	3.91	3.94	3.98	3.56	3.59	3.67	3.79	7.5	50.6
	4	5.85	5.95	6.33	4.86	4.82	5.07	5.48	7.5	73.1

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	5	4.90	4.86	5.19	4.50	4.44	4.90	4.80	7.5	64.0
	6	4.75	5.26	4.89	5.30	5.54	4.44	5.03	7.5	67.0
2-硝基苯酚	1	8.13	7.98	7.21	7.83	7.74	7.89	7.80	7.5	104
	2	7.63	7.58	6.88	7.20	7.22	7.37	7.30	7.5	97.3
	3	6.26	7.48	6.70	6.35	6.13	6.32	6.58	7.5	87.8
	4	7.23	7.38	7.52	7.24	7.48	7.72	7.43	7.5	99.0
	5	6.42	5.87	6.74	6.51	6.45	7.26	6.54	7.5	87.2
	6	6.45	6.89	6.89	7.08	7.23	6.71	6.87	7.5	91.7
2,4-二氯苯酚	1	8.28	7.90	7.10	7.91	7.92	7.98	7.85	7.5	105
	2	8.02	8.34	7.80	7.59	7.82	7.84	7.91	7.5	105
	3	6.15	7.85	7.45	6.93	6.58	6.54	6.99	7.5	93.2
	4	6.90	7.13	7.33	6.71	6.75	7.03	6.97	7.5	93.0
	5	7.40	6.40	7.51	7.60	7.48	7.89	7.38	7.5	98.4
	6	6.60	7.14	7.00	7.39	7.63	6.71	7.08	7.5	94.3
4-氯-3-甲基苯酚	1	7.60	7.62	6.48	7.29	7.26	7.39	7.27	7.5	96.9
	2	8.45	7.27	6.58	6.91	6.58	6.62	7.16	7.5	95.4
	3	5.67	6.94	6.19	6.20	5.91	5.69	6.18	7.5	82.4
	4	6.80	6.92	7.65	7.05	7.03	7.21	7.11	7.5	94.8
	5	6.20	6.03	6.74	6.36	6.67	6.97	6.49	7.5	86.6
	6	6.05	6.61	6.38	6.96	7.24	6.16	6.56	7.5	87.5
2,4,6-三氯苯酚	1	7.90	8.01	7.32	7.94	7.76	7.78	7.78	7.5	104
	2	7.34	8.59	7.57	8.91	8.69	7.91	8.22	7.5	109
	3	6.77	7.30	8.27	7.73	6.97	7.34	7.40	7.5	98.7
	4	7.04	6.93	7.25	6.88	6.78	7.14	7.00	7.5	93.4
	5	6.47	7.55	8.68	7.55	7.43	8.06	7.62	7.5	102
	6	6.95	7.29	7.24	7.71	8.05	6.97	7.37	7.5	98.2
2,4,5-三氯苯酚	1	7.91	8.03	7.28	7.90	7.79	7.79	7.78	7.5	104
	2	8.52	7.67	7.40	9.73	8.19	8.54	8.30	7.5	111
	3	6.92	7.95	7.62	7.81	6.56	7.51	7.37	7.5	98.3
	4	7.12	7.02	7.30	6.92	6.53	7.09	6.99	7.5	93.3
	5	7.32	7.97	8.59	6.74	7.94	8.22	7.79	7.5	104
	6	6.86	7.17	7.22	7.58	7.99	6.80	7.27	7.5	96.9

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
4-硝基苯酚	1	8.16	8.73	7.64	8.39	8.33	8.03	8.21	7.5	109
	2	7.06	7.49	7.69	7.52	7.36	7.94	7.42	7.5	98.9
	3	7.47	8.06	8.09	8.07	7.93	7.56	7.92	7.5	106
	4	7.18	7.29	7.65	7.71	7.53	7.83	7.53	7.5	100
	5	7.95	7.47	8.13	7.80	8.08	7.73	7.86	7.5	105
	6	7.64	7.08	8.28	8.32	6.81	7.60	7.62	7.5	102
萘	1	5.32	5.12	5.65	4.87	5.13	5.43	5.25	7.5	70.0
	2	3.95	4.40	3.71	3.55	3.71	4.21	3.86	7.5	51.5
	3	4.25	5.16	4.91	4.86	4.73	4.54	4.78	7.5	63.7
	4	4.01	4.11	4.01	3.43	3.46	3.82	3.81	7.5	50.7
	5	4.46	3.84	4.32	4.06	4.11	4.59	4.23	7.5	56.4
	6	3.08	3.24	3.45	3.51	3.44	3.42	3.35	7.5	44.7
2-甲基萘	1	6.55	6.19	6.94	6.34	6.28	6.47	6.46	7.5	86.1
	2	6.37	6.61	5.10	6.30	5.87	7.14	6.05	7.5	80.7
	3	5.73	6.65	5.98	5.13	5.61	5.73	5.82	7.5	77.6
	4	6.13	6.34	6.52	6.27	6.27	6.68	6.37	7.5	84.9
	5	4.35	4.72	4.73	4.61	4.31	4.64	4.56	7.5	60.8
	6	4.17	4.37	4.36	4.69	4.73	4.42	4.46	7.5	59.4
2-氯萘	1	6.91	6.82	7.17	6.92	6.79	6.87	6.91	7.5	92.1
	2	6.48	6.79	7.19	9.00	7.45	7.34	7.38	7.5	98.4
	3	6.43	6.25	6.99	7.27	6.86	6.22	6.76	7.5	90.1
	4	6.68	6.49	6.81	6.50	6.35	6.90	6.62	7.5	88.3
	5	6.60	6.56	6.83	6.37	6.76	6.94	6.67	7.5	89.0
	6	5.26	5.31	5.27	5.61	5.81	5.23	5.41	7.5	72.1
蒽烯	1	6.25	6.28	6.82	6.57	6.32	6.06	6.38	7.5	85.1
	2	5.54	5.11	5.69	7.25	6.16	5.56	5.95	7.5	79.3
	3	5.84	5.53	6.34	6.66	5.67	6.82	6.01	7.5	80.1
	4	5.18	5.15	5.51	5.46	5.29	5.74	5.39	7.5	71.9
	5	5.43	5.57	5.76	5.86	5.85	5.68	5.69	7.5	75.9
	6	5.49	5.72	5.55	5.92	6.31	5.42	5.73	7.5	76.4
蒽	1	6.87	6.50	7.33	6.66	6.53	6.70	6.76	7.5	90.2
	2	6.84	6.50	6.50	7.66	6.98	6.81	6.90	7.5	91.9

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)	
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次				
	3	5.89	6.41	6.34	6.55	5.73	6.80	6.18	7.5	82.4	
	4	7.12	7.04	7.40	6.90	6.81	7.11	7.06	7.5	94.2	
	5	6.03	6.63	6.95	5.87	6.51	6.03	6.33	7.5	84.5	
	6	5.33	5.51	5.43	5.68	6.02	5.33	5.55	7.5	73.9	
	芴	1	6.83	6.72	7.28	6.76	6.71	6.92	6.87	7.5	91.5
		2	7.91	7.66	7.49	7.55	7.35	7.50	7.59	7.5	101
3		5.74	6.77	6.82	6.71	6.05	7.63	6.42	7.5	85.5	
4		7.06	6.93	7.41	6.90	6.80	6.92	7.00	7.5	93.4	
5		6.61	7.49	7.46	6.86	7.15	7.39	7.16	7.5	95.4	
6		5.83	5.95	5.88	6.24	6.71	5.66	6.04	7.5	80.6	
菲	1	6.82	6.56	6.90	6.83	6.58	6.87	6.76	7.5	90.1	
	2	5.79	6.16	6.29	5.34	5.89	5.55	5.89	7.5	78.6	
	3	7.12	6.25	7.13	5.93	7.04	7.07	6.69	7.5	89.3	
	4	6.98	7.24	7.53	6.81	6.81	7.00	7.06	7.5	94.2	
	5	5.34	5.04	5.68	5.87	6.29	5.93	5.69	7.5	75.9	
	6	5.95	6.32	6.18	6.66	6.83	5.94	6.31	7.5	84.2	
蒽	1	6.81	6.69	6.96	7.02	6.81	6.84	6.85	7.5	91.4	
	2	5.71	6.32	6.68	5.59	6.07	5.91	6.07	7.5	80.9	
	3	7.12	5.90	7.24	5.97	6.94	6.92	6.63	7.5	88.5	
	4	6.63	6.68	6.93	6.69	6.76	6.68	6.73	7.5	89.7	
	5	5.49	5.08	5.55	6.06	6.38	6.42	5.83	7.5	77.7	
	6	6.49	6.81	6.66	7.22	7.55	6.43	6.86	7.5	91.4	
荧蒽	1	7.92	7.45	7.91	7.61	7.46	7.76	7.68	7.5	102	
	2	6.00	7.37	6.85	5.83	6.23	6.20	6.45	7.5	86.0	
	3	7.40	6.69	8.07	6.41	7.34	8.11	7.18	7.5	95.8	
	4	6.50	6.62	6.80	6.30	6.37	6.36	6.49	7.5	86.5	
	5	5.57	5.31	6.44	6.42	6.78	7.21	6.29	7.5	83.8	
	6	6.53	6.98	6.84	7.21	7.87	6.36	6.96	7.5	92.8	
芘	1	7.71	7.14	7.64	7.16	7.19	7.41	7.37	7.5	98.3	
	2	5.79	6.24	5.98	6.49	5.52	5.56	6.00	7.5	80.0	
	3	7.95	6.21	6.91	6.97	7.91	6.62	7.19	7.5	95.9	
	4	6.99	7.13	7.41	6.80	6.86	6.89	7.01	7.5	93.5	

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	5	5.60	5.70	6.24	6.05	5.82	5.31	5.78	7.5	77.1
	6	6.41	6.62	6.46	6.69	7.20	6.11	6.58	7.5	87.7
苯并(a)蒽	1	7.34	7.07	7.61	7.06	7.10	7.18	7.22	7.5	96.3
	2	7.14	7.62	7.27	8.06	6.17	6.94	7.25	7.5	96.7
	3	6.79	5.50	6.41	6.34	7.82	6.21	6.57	7.5	87.6
	4	7.10	7.12	7.33	6.99	6.86	6.98	7.06	7.5	94.2
	5	6.28	6.64	5.87	5.79	6.43	6.45	6.24	7.5	83.2
	6	6.19	6.70	6.40	6.88	7.36	6.18	6.62	7.5	88.2
蒽	1	7.37	7.03	7.62	6.98	6.88	7.17	7.17	7.5	95.6
	2	6.82	8.10	6.44	7.34	5.86	6.13	6.91	7.5	92.1
	3	8.26	6.86	6.67	5.98	8.27	7.24	7.21	7.5	96.1
	4	7.21	7.24	7.60	6.97	7.09	7.10	7.20	7.5	96.0
	5	6.27	6.40	6.86	6.73	6.62	6.35	6.54	7.5	87.2
	6	6.31	6.59	6.48	6.80	7.22	6.22	6.60	7.5	88.0
苯并(b)荧蒽	1	7.20	6.90	7.27	7.07	6.89	7.30	7.10	7.5	94.7
	2	6.46	6.18	7.04	6.11	6.37	7.38	6.43	7.5	85.7
	3	5.37	5.53	6.24	5.65	5.32	6.06	5.62	7.5	74.9
	4	7.24	7.22	7.45	6.77	6.96	7.06	7.12	7.5	94.9
	5	5.94	5.45	6.64	5.29	6.17	5.94	5.90	7.5	78.7
	6	5.78	6.23	6.05	7.20	7.44	6.29	6.49	7.5	86.6
苯并(k)荧蒽	1	6.41	6.36	6.76	7.02	6.13	7.10	6.63	7.5	88.4
	2	6.47	6.37	7.11	7.33	6.54	7.98	6.76	7.5	90.1
	3	6.47	6.84	6.41	5.96	6.50	6.13	6.43	7.5	85.8
	4	7.00	7.10	7.35	6.66	6.64	6.95	6.95	7.5	92.7
	5	6.05	5.55	7.06	7.46	6.78	6.27	6.53	7.5	87.0
	6	6.10	6.57	6.36	6.83	6.36	6.09	6.38	7.5	85.1
苯并(a)芘	1	6.85	6.73	7.22	6.82	6.61	6.54	6.79	7.5	90.6
	2	5.48	5.54	7.04	7.18	6.21	6.25	6.29	7.5	83.8
	3	6.46	5.89	6.22	5.55	5.85	6.38	5.99	7.5	79.9
	4	6.25	6.25	6.40	6.43	6.50	6.74	6.43	7.5	85.7
	5	6.64	5.23	5.67	6.60	6.14	5.96	6.04	7.5	80.5
	6	6.20	6.63	6.40	6.81	7.26	6.07	6.56	7.5	87.5

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
茚并(1,2,3-cd)芘	1	8.08	7.77	6.97	7.59	7.43	7.62	7.58	7.5	101
	2	7.17	6.05	7.24	7.09	6.55	6.74	6.82	7.5	90.9
	3	6.57	6.09	6.00	5.24	5.92	6.32	5.96	7.5	79.5
	4	6.94	7.25	7.79	7.71	7.27	6.78	7.29	7.5	97.2
	5	6.07	5.46	6.35	5.69	5.75	5.75	5.84	7.5	77.9
	6	6.78	7.26	7.01	7.41	7.79	6.55	7.13	7.5	95.1
二苯并(a,h)蒽	1	7.82	7.64	6.88	7.58	7.39	7.55	7.47	7.5	99.6
	2	7.77	6.95	7.12	7.10	6.97	7.76	7.18	7.5	95.7
	3	6.75	5.68	5.75	6.35	6.09	6.93	6.12	7.5	81.6
	4	7.04	7.61	7.93	7.78	7.36	7.49	7.53	7.5	100
	5	6.94	5.79	6.74	6.39	6.76	5.97	6.43	7.5	85.7
	6	6.71	7.14	6.84	7.26	7.78	6.45	7.03	7.5	93.7
苯并(g,h,i)花	1	7.91	7.66	6.98	7.70	7.50	7.65	7.56	7.5	101
	2	7.45	6.77	7.02	6.87	6.58	6.94	6.94	7.5	92.5
	3	6.12	6.00	5.08	5.40	6.04	5.90	5.73	7.5	76.3
	4	6.95	7.52	7.84	7.65	7.21	7.34	7.42	7.5	98.9
	5	6.32	4.91	6.18	5.32	6.23	5.27	5.70	7.5	76.0
	6	6.69	7.17	6.94	7.39	7.78	6.49	7.07	7.5	94.3
邻苯二甲酸二甲酯	1	7.47	7.49	6.99	7.70	7.41	7.61	7.44	7.5	99.3
	2	7.40	7.15	7.20	8.45	7.43	7.26	7.52	7.5	100
	3	5.62	6.72	6.35	6.82	6.50	6.79	6.40	7.5	85.3
	4	7.28	7.26	7.39	6.98	6.82	7.24	7.16	7.5	95.5
	5	6.88	6.72	8.41	7.46	7.31	7.37	7.36	7.5	98.1
	6	5.96	6.36	6.12	6.51	7.18	5.76	6.31	7.5	84.1
邻苯二甲酸二乙酯	1	7.83	7.71	7.17	7.81	7.68	7.70	7.65	7.5	102
	2	7.30	7.14	7.02	8.22	6.95	7.30	7.32	7.5	97.6
	3	5.55	6.57	6.71	6.99	6.09	7.10	6.38	7.5	85.1
	4	7.18	6.97	7.38	6.88	6.64	6.93	7.00	7.5	93.3
	5	6.25	6.65	7.51	6.95	6.64	6.79	6.80	7.5	90.6
	6	6.53	6.85	6.61	7.05	7.69	6.28	6.83	7.5	91.1
邻苯二甲酸二丁酯	1	6.19	5.83	6.07	5.94	5.87	5.85	5.96	7.5	79.4
	2	6.26	7.04	7.06	6.18	6.67	6.30	6.64	7.5	88.5

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	3	6.65	5.59	6.54	5.56	6.76	6.12	6.22	7.5	82.9
	4	7.10	7.16	7.24	7.05	7.14	6.86	7.09	7.5	94.5
	5	6.31	5.66	6.29	6.58	7.42	6.51	6.46	7.5	86.1
	6	5.86	6.15	6.09	6.38	6.48	5.91	6.14	7.5	81.9
	1	8.61	8.31	7.53	8.28	8.32	8.32	8.23	7.5	110
	2	7.92	7.42	6.77	7.65	6.30	6.64	7.21	7.5	96.1
邻苯二甲酸丁苄酯	3	6.17	5.67	5.91	5.14	6.89	5.16	5.95	7.5	79.4
	4	7.21	7.26	7.54	6.92	6.87	7.09	7.15	7.5	95.3
	5	6.42	6.08	6.76	6.25	5.78	5.89	6.19	7.5	82.6
	6	7.07	7.59	7.25	7.77	8.43	6.96	7.51	7.5	100
	1	7.49	7.54	6.96	7.48	7.45	7.61	7.42	7.5	99.0
	2	6.05	6.51	7.94	7.19	6.87	7.66	6.91	7.5	92.1
邻苯二甲酸二正辛酯	3	7.06	6.48	6.41	5.94	7.01	6.90	6.58	7.5	87.7
	4	7.32	7.23	7.35	6.67	6.66	7.04	7.04	7.5	93.9
	5	7.42	6.27	7.19	7.06	7.36	6.44	6.96	7.5	92.7
	6	6.62	7.12	7.04	7.60	7.95	6.57	7.15	7.5	95.3
	1	7.32	7.51	7.07	6.49	6.89	7.45	7.12	7.5	94.9
	2	6.53	5.64	5.85	6.88	6.26	6.65	6.23	7.5	83.0
N-亚硝基二甲胺	3	5.10	6.01	6.15	4.93	5.97	5.42	5.63	7.5	75.1
	4	6.90	6.91	7.11	7.33	6.86	7.43	7.09	7.5	94.5
	5	6.23	5.83	5.86	6.03	5.88	6.34	6.03	7.5	80.3
	6	5.34	5.91	5.82	5.94	6.13	6.13	5.88	7.5	78.4
	1	8.16	7.75	6.93	7.60	7.29	7.68	7.57	7.5	101
	2	7.78	7.41	7.08	7.68	7.11	7.27	7.41	7.5	98.8
N-亚硝基二正丙胺	3	6.35	6.67	6.56	5.80	6.22	6.04	6.32	7.5	84.2
	4	7.53	7.55	7.96	7.02	7.42	7.82	7.55	7.5	101
	5	6.62	6.41	6.23	6.23	6.05	6.59	6.35	7.5	84.7
	6	6.61	6.96	6.74	7.28	7.55	6.64	6.96	7.5	92.8
	1	7.07	6.74	7.29	6.85	6.51	6.78	6.87	7.5	91.6
	2	6.24	6.22	5.59	6.61	6.38	7.10	6.21	7.5	82.7
硝基苯	3	5.30	6.17	5.99	5.68	5.77	5.21	5.78	7.5	77.0
	4	5.51	5.90	6.73	6.10	6.19	6.57	6.17	7.5	82.2

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	5	4.62	3.73	4.58	4.36	4.26	4.65	4.36	7.5	58.2
	6	4.77	5.31	5.38	5.46	5.51	5.25	5.28	7.5	70.4
异佛尔酮	1	7.90	7.53	8.31	7.77	7.53	7.74	7.79	7.5	104
	2	7.72	8.10	7.35	7.56	7.35	7.34	7.61	7.5	101
	3	6.43	7.77	7.05	6.64	6.35	6.39	6.85	7.5	91.3
	4	7.15	7.28	7.62	6.94	7.01	7.10	7.18	7.5	95.8
	5	6.46	5.90	7.19	6.80	6.78	7.13	6.71	7.5	89.4
	6	6.62	7.17	6.98	7.54	7.56	6.70	7.09	7.5	94.6
2,6-二硝基甲苯	1	8.53	8.29	7.86	8.49	8.19	8.38	8.29	7.5	110
	2	9.15	8.27	7.63	9.72	8.15	7.93	8.58	7.5	114
	3	6.87	7.89	7.60	7.45	6.83	8.23	7.33	7.5	97.7
	4	7.33	7.25	7.49	6.86	6.72	7.23	7.15	7.5	95.3
	5	6.37	8.05	8.65	7.80	7.60	7.37	7.64	7.5	102
	6	7.44	7.67	7.51	6.77	6.73	7.57	7.28	7.5	97.1
2,4-二硝基甲苯	1	7.42	7.20	7.86	7.05	7.19	7.19	7.32	7.5	97.5
	2	8.09	7.47	6.97	7.97	7.01	7.94	7.50	7.5	100
	3	6.21	6.42	6.66	6.71	6.37	7.48	6.47	7.5	86.3
	4	7.12	7.11	7.51	6.82	6.77	7.12	7.08	7.5	94.3
	5	6.36	7.04	6.99	6.54	6.22	7.10	6.71	7.5	89.4
	6	6.18	6.39	6.23	6.61	7.09	6.07	6.43	7.5	85.7
偶氮苯	1	6.70	6.50	6.65	7.09	6.84	7.04	6.80	7.5	90.7
	2	8.25	8.25	8.09	6.92	7.37	6.94	7.78	7.5	104
	3	6.65	5.74	6.96	5.36	6.61	6.68	6.26	7.5	83.5
	4	7.06	7.18	7.49	6.97	6.95	7.09	7.12	7.5	95.0
	5	6.34	5.69	6.72	6.64	7.51	7.28	6.69	7.5	89.2
	6	6.25	6.89	6.65	7.01	7.39	6.24	6.74	7.5	89.8
二(2-氯乙基)醚	1	5.44	5.43	5.79	5.35	5.08	5.38	5.41	7.5	72.1
	2	5.50	5.39	5.18	6.25	5.73	6.95	5.61	7.5	74.8
	3	5.14	5.18	5.47	4.61	5.45	4.89	5.17	7.5	68.9
	4	5.49	5.65	6.09	6.25	6.06	6.57	6.02	7.5	80.2
	5	3.70	3.25	3.20	3.14	3.08	3.57	3.32	7.5	44.3
	6	4.25	4.58	4.67	4.79	4.80	4.64	4.62	7.5	61.6

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
二(2-氯乙氧基)甲烷	1	7.18	7.07	7.55	7.02	6.83	7.01	7.11	7.5	94.8
	2	7.59	7.68	6.93	7.04	7.26	7.43	7.30	7.5	97.3
	3	6.12	7.03	6.41	6.18	5.96	5.83	6.34	7.5	84.5
	4	7.29	7.48	7.65	7.18	7.28	7.51	7.40	7.5	98.7
	5	6.62	5.82	7.04	6.54	6.61	7.28	6.65	7.5	88.7
	6	6.00	6.34	6.04	6.57	6.79	6.09	6.30	7.5	84.1
4-氯二苯基醚	1	7.11	7.02	7.41	7.00	6.85	7.18	7.09	7.5	94.6
	2	9.14	7.41	8.17	9.02	7.71	8.30	8.29	7.5	110
	3	6.46	7.27	6.67	6.96	6.95	7.64	6.86	7.5	91.5
	4	6.99	6.81	7.30	6.96	6.73	6.86	6.94	7.5	92.6
	5	7.22	7.23	7.64	7.28	7.03	7.72	7.35	7.5	98.0
	6	6.07	6.34	6.20	6.46	7.12	6.04	6.37	7.5	84.9
4-溴二苯基醚	1	7.28	6.98	7.27	7.17	6.92	7.25	7.14	7.5	95.2
	2	8.80	8.34	8.02	7.44	6.32	7.59	7.78	7.5	104
	3	6.08	5.77	6.46	5.12	5.68	5.30	5.82	7.5	77.6
	4	6.80	7.25	7.36	6.78	6.89	6.86	6.99	7.5	93.2
	5	6.09	5.97	5.96	7.61	7.27	6.47	6.56	7.5	87.5
	6	6.16	6.58	6.44	6.83	7.31	6.13	6.57	7.5	87.6
六氯苯	1	7.91	7.66	7.96	7.52	7.45	7.53	7.67	7.5	102
	2	8.76	9.21	9.37	8.24	7.88	7.46	8.69	7.5	116
	3	6.57	5.41	7.41	5.72	6.69	5.21	6.36	7.5	84.8
	4	6.90	7.27	7.50	6.75	7.03	6.85	7.05	7.5	94.0
	5	5.92	5.69	7.88	6.65	7.87	8.03	7.01	7.5	93.4
	6	6.34	7.25	6.58	7.35	7.87	6.29	6.94	7.5	92.6
4-氯苯胺	1	4.83	4.97	4.24	4.25	4.70	5.15	4.69	7.5	62.5
	2	4.93	4.74	3.59	3.19	4.01	3.51	4.09	7.5	54.5
	3	3.26	3.50	3.46	3.27	3.35	3.16	3.37	7.5	44.9
	4	5.71	5.79	5.92	4.58	4.59	5.51	5.35	7.5	71.3
	5	3.35	3.37	5.13	4.39	4.52	5.04	4.30	7.5	57.3
	6	3.59	3.79	3.64	3.70	3.76	3.32	3.63	7.5	48.4
2-硝基苯胺	1	7.36	7.18	7.53	7.41	7.12	7.19	7.30	7.5	97.3
	2	8.04	8.04	7.64	8.46	7.75	7.72	7.98	7.5	106

化合物名称	实验室号	测定值 (mg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P(%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	3	6.54	7.03	7.10	7.11	6.41	7.50	6.83	7.5	91.1
	4	7.00	6.99	7.33	6.91	6.63	6.93	6.96	7.5	92.9
	5	6.80	7.49	8.04	7.16	7.33	7.29	7.35	7.5	98.0
	6	6.66	6.84	6.86	7.01	7.39	6.66	6.90	7.5	92.0
	1	6.71	6.51	7.02	6.35	6.42	6.52	6.59	7.5	87.8
	2	6.79	5.99	6.10	6.74	5.72	5.76	6.27	7.5	83.5
3-硝基苯胺	3	3.98	4.12	4.14	4.26	4.04	4.65	4.10	7.5	54.7
	4	6.83	6.94	7.14	6.39	6.41	6.85	6.76	7.5	90.2
	5	5.39	5.81	6.42	5.92	6.07	5.64	5.87	7.5	78.3
	6	5.69	5.77	5.70	5.93	6.52	5.43	5.84	7.5	77.8
	1	7.35	7.10	7.75	6.89	6.81	7.09	7.16	7.5	95.5
	2	6.07	6.11	6.07	6.91	6.34	6.10	6.30	7.5	84.0
二苯并呋喃	3	5.70	6.03	5.94	6.46	5.64	6.46	5.95	7.5	79.3
	4	7.29	7.23	7.59	7.03	6.89	7.31	7.22	7.5	96.3
	5	5.76	6.77	6.92	6.35	6.56	6.11	6.41	7.5	85.4
	6	5.66	5.96	5.83	6.29	6.56	5.60	5.98	7.5	79.7
	1	6.75	6.55	7.06	6.39	6.47	6.57	6.63	7.5	88.4
	2	7.29	7.47	7.47	7.88	7.57	7.20	7.53	7.5	100
4-硝基苯胺	3	6.05	6.73	6.63	6.50	6.04	7.47	6.39	7.5	85.2
	4	6.84	6.95	7.15	6.41	6.42	6.86	6.77	7.5	90.3
	5	6.78	7.37	8.20	6.91	7.16	7.22	7.27	7.5	97.0
	6	5.74	5.82	5.75	5.98	6.56	5.47	5.88	7.5	78.4
	1	7.11	6.84	7.24	6.92	6.65	6.79	6.92	7.5	92.3
	2	7.58	8.50	7.67	6.58	7.53	7.13	7.57	7.5	101
咪唑	3	6.47	6.06	7.43	5.73	7.13	6.27	6.56	7.5	87.5
	4	6.77	7.13	7.34	6.88	6.80	6.89	6.97	7.5	92.9
	5	5.81	6.05	7.18	7.30	7.83	7.55	6.95	7.5	92.7
	6	5.91	6.34	6.09	6.42	7.07	5.80	6.27	7.5	83.6

2 方法验证数据汇总

2.1 方法精密度数据汇总

选取 20 克/个空白干燥黏土样品，添加 20%水，混合均匀，配制目标化合物浓度为 1mg/kg、2.5mg/kg、7.5mg/kg 的基体加标样品进行冻干及精密度测定，6 家实验室测试汇总数据，见附表 2-1-1。

附表 2-1-1 精密度测试数据汇总表

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	
			实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6						
1	苯酚	1.0	\bar{x}_i	0.86	1.08	0.76	0.92	0.98	0.95	0.92	0.11	12	0.24	0.37
			S_i	0.15	0.08	0.04	0.10	0.04	0.06					
			$RSD_i(\%)$	17	7.4	4.7	11	4.4	6.2					
		2.5	\bar{x}_i	2.40	2.39	1.68	2.45	2.25	1.78	2.16	0.34	16	0.64	1.12
			S_i	0.16	0.12	0.14	0.20	0.18	0.43					
			$RSD_i(\%)$	6.8	5.0	8.4	8.1	8.0	24					
		7.5	\bar{x}_i	7.44	7.49	6.01	7.56	7.17	5.61	6.88	0.85	12	0.88	2.51
			S_i	0.17	0.21	0.35	0.27	0.29	0.49					
			$RSD_i(\%)$	2.3	2.8	5.8	3.6	4.1	8.7					
2	2-氯苯酚	1.0	\bar{x}_i	0.85	1.02	0.89	1.10	0.92	0.90	0.95	0.10	10	0.27	0.36
			S_i	0.16	0.10	0.02	0.12	0.06	0.04					
			$RSD_i(\%)$	19	9.5	2.7	11	6.8	4.2					
		2.5	\bar{x}_i	2.29	2.17	2.02	2.29	1.90	2.10	2.13	0.16	7.3	0.47	0.61

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	
			实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6						
3	2-甲基苯酚	7.5	S_i	0.20	0.19	0.06	0.17	0.23	0.06	6.58	0.65	9.9	0.85	1.98
			$RSD_i(\%)$	8.9	8.5	3.0	7.6	12	3.0					
			\bar{x}_i	7.05	6.98	6.00	7.43	6.04	5.97					
		1.0	S_i	0.20	0.40	0.34	0.20	0.32	0.32	0.64	0.13	20	0.19	0.39
			$RSD_i(\%)$	2.8	5.7	5.7	2.7	5.3	5.3					
			\bar{x}_i	0.59	0.73	0.42	0.63	0.71	0.75					
		2.5	S_i	0.10	0.13	0.04	0.09	0.08	0.14	1.40	0.28	20	0.28	0.83
			$RSD_i(\%)$	6.0	9.5	4.5	5.4	6.2	8.9					
			\bar{x}_i	1.62	1.34	0.93	1.72	1.30	1.52					
7.5	S_i	0.19	0.63	0.21	0.64	0.28	0.41	4.96	0.63	13	1.22	2.08		
	$RSD_i(\%)$	3.4	12	5.4	12	5.8	8.1							
	\bar{x}_i	5.47	5.16	3.79	5.48	4.80	5.03							
4	2-硝基苯酚	1.0	S_i	0.16	0.17	0.04	0.08	0.10	0.05	1.07	0.11	10	0.31	0.42
			$RSD_i(\%)$	17	15	3.3	6.4	9.7	4.6					
			\bar{x}_i	0.93	1.09	1.11	1.25	1.04	0.99					
		2.5	S_i	0.28	0.16	0.21	0.15	0.24	0.10	2.40	0.13	5.5	0.56	0.63
			$RSD_i(\%)$	12	6.4	8.6	5.6	11	4.3					
			\bar{x}_i	2.33	2.45	2.40	2.61	2.21	2.40					

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)		测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)
				实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6					
		7.5	\bar{x}_i	7.80	7.30	6.58	7.43	6.54	6.87	7.09	0.50	7.1	1.03	1.69
			S_i	0.32	0.31	0.54	0.18	0.46	0.27					
			$RSD_i(\%)$	4.1	4.2	8.2	2.5	7.0	4.0					
5	2,4-二氯苯酚	1.0	\bar{x}_i	0.81	1.00	0.92	0.98	0.97	0.99	0.94	0.07	7.6	0.25	0.30
			S_i	0.17	0.11	0.03	0.04	0.05	0.05					
			$RSD_i(\%)$	20	11	3.0	4.2	4.9	5.5					
		2.5	\bar{x}_i	2.37	2.37	2.30	2.67	2.36	2.56	2.44	0.14	5.8	0.44	0.57
			S_i	0.29	0.11	0.18	0.06	0.10	0.08					
			$RSD_i(\%)$	12	4.9	7.7	2.4	4.1	3.3					
		7.5	\bar{x}_i	7.85	7.91	6.99	6.97	7.38	7.08	7.36	0.43	5.8	1.23	1.64
			S_i	0.39	0.28	0.68	0.23	0.51	0.39					
			$RSD_i(\%)$	5.0	3.5	9.7	3.4	6.9	5.6					
6	4-氯-3-甲基 苯酚	1.0	\bar{x}_i	0.75	0.93	0.85	0.95	0.91	0.97	0.89	0.08	9.3	0.23	0.32
			S_i	0.16	0.10	0.02	0.03	0.04	0.07					
			$RSD_i(\%)$	21	11	2.1	2.8	4.2	7.0					
		2.5	\bar{x}_i	2.29	2.23	2.00	2.33	2.21	2.23	2.22	0.12	5.3	0.51	0.57
			S_i	0.26	0.16	0.16	0.07	0.16	0.22					
			$RSD_i(\%)$	11	7.4	7.9	2.9	7.5	9.7					
		7.5	\bar{x}_i	7.27	7.16	6.18	7.11	6.49	6.56	6.80	0.44	6.5	1.37	1.76
			S_i	0.42	0.78	0.48	0.30	0.36	0.46					

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	
			实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6						
			$RSD_i(\%)$	5.7	11	7.7	4.2	5.5						7.1
7	2,4,6-三氯苯 酚	1.0	\bar{x}_i	0.91	1.12	1.13	1.22	1.16	0.97	1.09	0.12	11	0.33	0.45
			S_i	0.18	0.21	0.04	0.05	0.05	0.03					
			$RSD_i(\%)$	20	18	3.4	4.3	4.5	3.1					
		2.5	\bar{x}_i	2.34	2.28	2.30	2.71	2.36	2.52	2.42	0.17	7.0	0.62	0.74
			S_i	0.31	0.14	0.12	0.24	0.21	0.27					
			$RSD_i(\%)$	13	6.2	5.0	8.8	8.7	11					
		7.5	\bar{x}_i	7.78	8.22	7.40	7.00	7.62	7.37	7.57	0.41	5.5	1.49	1.78
			S_i	0.25	0.71	0.60	0.17	0.73	0.43					
			$RSD_i(\%)$	3.2	8.7	8.1	2.5	9.6	5.9					
8	2,4,5-三氯苯 酚	1.0	\bar{x}_i	0.90	1.13	1.06	1.14	1.07	0.98	1.05	0.09	8.7	0.27	0.35
			S_i	0.17	0.12	0.05	0.06	0.04	0.03					
			$RSD_i(\%)$	19	11	5.0	5.2	3.9	3.1					
		2.5	\bar{x}_i	2.35	2.36	2.40	2.57	2.29	2.55	2.42	0.11	4.7	0.45	0.52
			S_i	0.17	0.07	0.12	0.22	0.13	0.20					
			$RSD_i(\%)$	7.4	3.2	4.8	8.5	5.8	7.7					
		7.5	\bar{x}_i	7.78	8.30	7.37	6.99	7.79	7.27	7.58	0.47	6.1	1.61	1.96
			S_i	0.26	0.91	0.60	0.26	0.66	0.45					
			$RSD_i(\%)$	3.4	11	8.2	3.8	8.5	6.2					
9	4-硝基苯酚	1.0	\bar{x}_i	1.01	1.20	1.17	0.95	1.02	1.01	1.06	0.10	9.4	0.47	0.51

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)			
			实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6								
			S_i	0.28	0.24	0.07	0.04	0.12	0.09							
			$RSD_i(\%)$	28	20	6.4	4.7	12	9.0							
			\bar{x}_i	2.20	2.49	2.68	2.84	2.79	2.87							
		2.5	S_i	0.23	0.10	0.12	0.11	0.18	0.09	2.64	0.26	9.7	0.41	0.81		
			$RSD_i(\%)$	10	3.8	4.6	3.8	6.6	3.1							
			\bar{x}_i	8.21	7.42	7.92	7.53	7.86	7.62							
		7.5	S_i	0.37	0.23	0.26	0.25	0.25	0.61	7.76	0.29	3.8	0.99	1.22		
			$RSD_i(\%)$	4.5	3.1	3.3	3.3	3.1	8.0							
			\bar{x}_i	0.73	0.83	0.72	0.65	0.50	0.50							
		10	萘	1.0	S_i	0.11	0.06	0.03	0.06	0.04	0.04	0.66	0.13	20	0.17	0.41
					$RSD_i(\%)$	16	6.7	4.7	8.7	7.2	7.6					
					\bar{x}_i	2.00	1.55	1.73	1.17	1.11	1.54					
2.5	S_i			0.19	0.17	0.10	0.09	0.12	0.18	1.52	0.34	22	0.41	1.02		
	$RSD_i(\%)$			9.6	11	5.7	7.7	11	12							
	\bar{x}_i			5.25	3.86	4.78	3.81	4.23	3.35							
7.5	S_i			0.27	0.33	0.33	0.30	0.28	0.16	4.21	0.70	16	0.80	2.08		
	$RSD_i(\%)$			5.2	8.6	7.0	7.8	6.6	4.9							
	\bar{x}_i			0.75	0.83	0.82	0.89	0.63	0.68							
11	2-甲基萘			1.0	S_i	0.14	0.06	0.04	0.09	0.05	0.04	0.77	0.10	13	0.22	0.34
					$RSD_i(\%)$	18	7.6	5.0	10	7.9	6.4					
					\bar{x}_i	0.75	0.83	0.82	0.89	0.63	0.68					

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)		测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)
				实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6					
		2.5	\bar{x}_i	2.20	1.78	2.08	1.91	1.54	1.75	1.88	0.24	13	0.50	0.81
			S_i	0.11	0.22	0.19	0.19	0.23	0.06					
			$RSD_i(\%)$	5.0	12	9.2	9.9	15	3.5					
		7.5	\bar{x}_i	6.46	6.05	5.82	6.37	4.56	4.46	5.62	0.89	16	1.06	2.68
			S_i	0.27	0.59	0.56	0.20	0.19	0.21					
			$RSD_i(\%)$	4.2	9.8	9.6	3.1	4.1	4.8					
12	2-氯萘	1.0	\bar{x}_i	0.79	0.88	0.83	0.91	0.76	0.84	0.84	0.06	6.6	0.23	0.26
			S_i	0.16	0.06	0.03	0.07	0.05	0.05					
			$RSD_i(\%)$	20	6.8	4.2	7.2	7.2	6.3					
		2.5	\bar{x}_i	2.46	2.02	2.31	2.35	1.99	2.12	2.21	0.19	8.8	0.58	0.76
			S_i	0.17	0.24	0.09	0.29	0.23	0.16					
			$RSD_i(\%)$	6.8	12	4.0	12	12	7.5					
		7.5	\bar{x}_i	6.91	7.38	6.76	6.62	6.67	5.41	6.62	0.66	9.9	1.30	2.18
			S_i	0.13	0.98	0.42	0.21	0.21	0.24					
			$RSD_i(\%)$	1.9	13	6.2	3.2	3.1	4.4					
13	蒎烯	1.0	\bar{x}_i	0.76	0.89	0.86	0.95	0.81	0.83	0.85	0.07	8.0	0.21	0.27
			S_i	0.14	0.07	0.04	0.05	0.06	0.04					
			$RSD_i(\%)$	19	8.0	4.4	5.3	6.9	4.9					
		2.5	\bar{x}_i	2.34	2.13	2.29	2.56	2.20	2.25	2.29	0.15	6.5	0.70	0.76
			S_i	0.27	0.25	0.23	0.30	0.22	0.21					

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	
			实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6						
		RSD_i (%)	11	12	10	12	9.9	9.3						
14	蒞	7.5	\bar{x}_i	6.38	5.95	6.01	5.39	5.69	5.73	5.86	0.34	5.8	1.23	1.47
			S_i	0.27	0.82	0.47	0.22	0.17	0.33					
			RSD_i (%)	4.2	14	7.9	4.2	3.0	5.8					
		1.0	\bar{x}_i	0.89	1.01	0.93	0.97	0.94	0.90	0.94	0.05	4.9	0.23	0.25
			S_i	0.15	0.07	0.04	0.05	0.05	0.07					
			RSD_i (%)	17	6.8	4.5	5.2	5.2	7.7					
		2.5	\bar{x}_i	2.48	2.27	2.28	2.46	2.30	2.35	2.36	0.09	3.9	0.62	0.62
			S_i	0.21	0.24	0.11	0.35	0.22	0.12					
			RSD_i (%)	8.3	10	4.9	14	9.7	5.2					
7.5	\bar{x}_i	6.76	6.90	6.18	7.06	6.33	5.55	6.46	0.56	8.7	0.98	1.81		
	S_i	0.31	0.48	0.35	0.21	0.42	0.26							
	RSD_i (%)	4.5	6.9	5.7	2.9	6.7	4.8							
15	芴	1.0	\bar{x}_i	0.87	1.05	0.91	0.99	0.96	0.93	0.95	0.06	6.7	0.23	0.28
			S_i	0.16	0.09	0.04	0.04	0.05	0.06					
			RSD_i (%)	18	8.4	3.9	4.2	5.0	6.4					
		2.5	\bar{x}_i	2.57	2.30	2.25	2.58	2.47	2.56	2.45	0.14	5.9	0.51	0.62
			S_i	0.18	0.18	0.16	0.24	0.13	0.20					
			RSD_i (%)	7.2	7.8	7.0	9.2	5.2	7.7					
		7.5	\bar{x}_i	6.87	7.59	6.42	7.00	7.16	6.04	6.85	0.55	8.0	0.92	1.75

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	
			实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6						
			S_i	$RSD_i(\%)$	S_i	$RSD_i(\%)$	S_i	$RSD_i(\%)$						S_i
16	菲	1.0	\bar{x}_i	0.93	1.17	1.02	1.01	1.03	0.98	1.02	0.08	7.9	0.26	0.33
			S_i	0.17	0.09	0.03	0.01	0.10	0.06					
			$RSD_i(\%)$	3.1	2.7	7.7	3.1	5.0	6.2					
		2.5	\bar{x}_i	2.75	2.72	2.66	2.92	2.65	2.73	2.74	0.10	3.6	0.62	0.63
			S_i	0.20	0.33	0.11	0.21	0.27	0.12					
			$RSD_i(\%)$	7.3	12	4.0	7.2	10	4.4					
		7.5	\bar{x}_i	6.76	5.89	6.69	7.06	5.69	6.31	6.40	0.53	8.3	1.08	1.79
			S_i	0.15	0.37	0.56	0.28	0.45	0.37					
			$RSD_i(\%)$	2.2	6.3	8.4	3.9	7.8	5.8					
17	蒽	1.0	\bar{x}_i	0.79	0.96	0.89	0.97	0.89	0.91	0.90	0.07	7.4	0.23	0.28
			S_i	0.17	0.07	0.04	0.02	0.05	0.06					
			$RSD_i(\%)$	21	7.4	4.2	1.7	5.2	7.1					
		2.5	\bar{x}_i	2.71	2.62	2.59	2.92	2.66	2.86	2.73	0.13	4.9	0.70	0.74
			S_i	0.15	0.31	0.20	0.24	0.34	0.22					
			$RSD_i(\%)$	5.6	12	7.7	8.1	13	7.7					
		7.5	\bar{x}_i	6.85	6.07	6.63	6.73	5.83	6.86	6.50	0.44	6.7	1.22	1.65
			S_i	0.12	0.45	0.65	0.11	0.54	0.44					
			$RSD_i(\%)$	1.7	7.4	9.8	1.6	9.3	6.4					

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)		测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)
				实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6					
18	茚蒽	1.0	\bar{x}_i	0.88	1.12	0.97	0.96	1.01	1.00	0.99	0.08	7.7	0.24	0.30
			S_i	0.18	0.08	0.04	0.01	0.04	0.05					
			$RSD_i(\%)$	20	7.3	3.7	0.9	4.2	5.3					
		2.5	\bar{x}_i	2.84	2.88	2.58	3.03	2.73	2.89	2.82	0.16	5.5	0.84	0.88
			S_i	0.33	0.43	0.09	0.32	0.33	0.13					
			$RSD_i(\%)$	12	15	3.6	11	12	4.4					
		7.5	\bar{x}_i	7.68	6.45	7.18	6.49	6.29	6.96	6.84	0.53	7.8	1.50	2.03
			S_i	0.21	0.64	0.65	0.19	0.72	0.54					
			$RSD_i(\%)$	2.7	10	9.1	2.9	11	7.7					
19	茈	1.0	\bar{x}_i	0.94	1.15	1.06	1.04	1.07	1.01	1.05	0.07	6.7	0.28	0.32
			S_i	0.20	0.08	0.03	0.03	0.09	0.08					
			$RSD_i(\%)$	21	6.5	2.5	2.8	8.6	7.9					
		2.5	\bar{x}_i	2.64	2.59	2.44	2.87	2.67	2.65	2.64	0.14	5.2	0.75	0.78
			S_i	0.14	0.16	0.24	0.30	0.39	0.28					
			$RSD_i(\%)$	5.3	6.3	10	10	14	11					
		7.5	\bar{x}_i	7.37	6.00	7.19	7.01	5.78	6.58	6.66	0.65	9.8	1.17	2.11
			S_i	0.25	0.38	0.74	0.23	0.33	0.36					
			$RSD_i(\%)$	3.4	6.3	10	3.2	5.7	5.5					
20	苯并(a)蒽	1.0	\bar{x}_i	0.86	1.03	0.95	1.04	0.99	0.99	0.98	0.07	6.8	0.26	0.30
			S_i	0.17	0.13	0.03	0.02	0.05	0.05					

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)		
			实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6							
		$RSD_i(\%)$	20	12	3.4	1.9	4.6	5.4							
		2.5	\bar{x}_i	2.30	2.25	2.19	2.53	2.49	2.35	0.13	5.6	0.67	0.71		
			S_i	0.34	0.13	0.09	0.26	0.28	0.24						
			$RSD_i(\%)$	15	5.9	4.3	10	11	10						
		7.5	\bar{x}_i	7.22	7.25	6.57	7.06	6.24	6.62	6.83	0.41	6.0	1.45	1.75	
			S_i	0.21	0.70	0.84	0.16	0.34	0.46						
			$RSD_i(\%)$	3.0	9.7	13	2.3	5.4	6.9						
		21	蒽	1.0	\bar{x}_i	0.83	1.01	0.92	0.99	0.96	0.95	0.07	7.0	0.25	0.29
					S_i	0.18	0.08	0.03	0.03	0.04	0.05				
					$RSD_i(\%)$	22	8.2	3.4	2.7	4.4	5.4				
2.5	\bar{x}_i			2.30	2.15	2.12	2.52	2.34	2.47	2.32	0.16	7.0	0.62	0.73	
	S_i			0.19	0.20	0.15	0.29	0.28	0.19						
	$RSD_i(\%)$			8.1	9.1	7.1	11	12	7.7						
7.5	\bar{x}_i			7.17	6.91	7.21	7.20	6.54	6.60	6.94	0.31	4.4	1.65	1.73	
	S_i			0.27	0.86	1.02	0.22	0.23	0.36						
	$RSD_i(\%)$			3.8	12	14	3.0	3.6	5.5						
22	苯并(b)荧蒽	1.0	\bar{x}_i	0.81	0.97	0.88	0.95	0.92	0.93	0.08	8.3	0.26	0.32		
			S_i	0.18	0.08	0.04	0.02	0.04	0.10						
			$RSD_i(\%)$	22	8.0	4.3	2.4	4.5	9.8						
		2.5	\bar{x}_i	2.13	2.09	2.12	2.34	2.28	2.32	2.21	0.11	5.1	0.64	0.67	

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	
			实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6						
23	苯并(k)荧蒽	7.5	S_i	0.23	0.17	0.12	0.41	0.13	0.20	6.44	0.61	9.5	1.17	2.01
			$RSD_i(\%)$	11	8.3	5.8	17	5.5	8.7					
			\bar{x}_i	7.10	6.43	5.62	7.12	5.90	6.49					
		1.0	S_i	0.18	0.37	0.37	0.24	0.49	0.66	0.92	0.08	8.2	0.27	0.32
			$RSD_i(\%)$	2.6	5.7	6.6	3.3	8.3	10					
			\bar{x}_i	0.83	1.00	0.91	1.00	0.96	0.84					
		2.5	S_i	0.29	0.32	0.18	0.30	0.18	0.27	2.50	0.17	6.9	0.74	0.82
			$RSD_i(\%)$	12	14	7.7	11	6.9	10					
			\bar{x}_i	2.41	2.29	2.34	2.68	2.60	2.65					
7.5	S_i	0.39	0.43	0.32	0.27	0.70	0.28	6.61	0.21	3.2	1.19	1.24		
	$RSD_i(\%)$	5.9	6.3	4.9	3.9	11	4.5							
	\bar{x}_i	6.63	6.76	6.43	6.95	6.53	6.38							
24	苯并(a)芘	1.0	S_i	0.17	0.09	0.04	0.02	0.03	0.04	0.86	0.06	7.5	0.24	0.28
			$RSD_i(\%)$	23	11	4.1	2.3	3.9	4.3					
			\bar{x}_i	0.75	0.87	0.87	0.95	0.84	0.89					
		2.5	S_i	0.33	0.24	0.11	0.29	0.24	0.25	2.19	0.14	6.6	0.71	0.76
			$RSD_i(\%)$	16	12	5.5	12	11	10					
			\bar{x}_i	2.10	2.10	2.10	2.38	2.10	2.38					

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)		测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)
				实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6					
		7.5	\bar{x}_i	6.79	6.29	5.99	6.43	6.04	6.56	6.35	0.31	4.9	1.33	1.49
			S_i	0.24	0.80	0.35	0.18	0.54	0.44					
			$RSD_i(\%)$	3.5	13	5.9	2.9	9.0	6.6					
25	茚并(1,2,3-cd)芘	1.0	\bar{x}_i	0.77	0.95	0.89	0.95	0.87	0.93	0.89	0.07	7.9	0.27	0.32
			S_i	0.18	0.14	0.04	0.03	0.02	0.03					
			$RSD_i(\%)$	23	14	4.6	3.2	2.8	2.8					
		2.5	\bar{x}_i	2.35	2.20	2.26	2.48	2.19	2.43	2.32	0.12	5.3	0.58	0.63
			S_i	0.23	0.19	0.14	0.28	0.13	0.24					
			$RSD_i(\%)$	9.8	8.5	6.1	11	5.8	9.8					
		7.5	\bar{x}_i	7.58	6.82	5.96	7.29	5.84	7.13	6.77	0.72	11	1.19	2.28
			S_i	0.37	0.51	0.48	0.40	0.32	0.45					
			$RSD_i(\%)$	4.9	7.5	8.0	5.5	5.4	6.3					
26	二苯并(a,h)蒽	1.0	\bar{x}_i	0.80	0.99	0.90	0.96	0.89	0.93	0.91	0.06	7.1	0.26	0.30
			S_i	0.19	0.10	0.05	0.03	0.03	0.04					
			$RSD_i(\%)$	23	10	5.3	3.6	3.7	3.9					
		2.5	\bar{x}_i	2.50	2.37	2.40	2.58	2.52	2.57	2.49	0.08	3.4	0.67	0.65
			S_i	0.27	0.20	0.14	0.28	0.34	0.12					
			$RSD_i(\%)$	11	8.4	5.8	11	13	4.5					
		7.5	\bar{x}_i	7.47	7.18	6.12	7.53	6.43	7.03	6.96	0.57	8.2	1.11	1.89
			S_i	0.32	0.34	0.44	0.31	0.47	0.47					

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	
			实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6						
			RSD_i (%)	4.3	4.7	7.2	4.2	7.3						6.7
27	苯并(g,h,i) 芘	1.0	\bar{x}_i	0.87	1.03	0.94	0.97	0.90	0.97	0.95	0.06	5.9	0.27	0.29
			S_i	0.20	0.12	0.04	0.04	0.03	0.03					
			RSD_i (%)	22	11	4.7	3.7	3.7	3.2					
		2.5	\bar{x}_i	2.55	2.40	2.48	2.63	2.44	2.51	2.50	0.08	3.2	0.55	0.55
			S_i	0.14	0.19	0.23	0.18	0.15	0.27					
			RSD_i (%)	5.3	8.1	9.1	6.7	6.3	11					
		7.5	\bar{x}_i	7.56	6.94	5.73	7.42	5.70	7.07	6.74	0.82	12	1.21	2.56
			S_i	0.32	0.33	0.46	0.32	0.61	0.47					
			RSD_i (%)	4.2	4.7	8.1	4.3	11	6.7					
28	邻苯二甲酸 二甲酯	1.0	\bar{x}_i	0.88	1.07	0.90	1.01	1.02	0.96	0.97	0.07	7.5	0.25	0.30
			S_i	0.16	0.11	0.04	0.07	0.05	0.04					
			RSD_i (%)	18	10	4.0	7.0	4.8	3.8					
		2.5	\bar{x}_i	2.48	2.38	2.12	2.57	2.45	2.34	2.39	0.15	6.5	0.57	0.68
			S_i	0.25	0.15	0.13	0.29	0.12	0.23					
			RSD_i (%)	10	6.1	6.2	11	4.7	9.9					
		7.5	\bar{x}_i	7.44	7.52	6.40	7.16	7.36	6.31	7.03	0.54	7.7	1.26	1.90
			S_i	0.25	0.53	0.48	0.22	0.59	0.50					
			RSD_i (%)	3.3	7.0	7.4	3.0	8.1	7.9					
29		1.0	\bar{x}_i	0.83	1.09	0.95	1.06	1.03	1.02	1.00	0.09	9.4	0.24	0.34

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)		
			实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6							
	邻苯二甲酸 二乙酯		S_i	0.18	0.07	0.03	0.04	0.03	0.04	2.57	0.13	5.1	0.68	0.72	
			$RSD_i(\%)$	22	6.6	3.6	3.4	2.8	3.5						
			\bar{x}_i	2.60	2.49	2.45	2.82	2.57	2.50						
		2.5	S_i	0.24	0.27	0.08	0.31	0.28	0.22						
			$RSD_i(\%)$	9.0	11	3.3	11	11	9.0						
			\bar{x}_i	7.65	7.32	6.38	7.00	6.80	6.83						
		7.5	S_i	0.25	0.52	0.57	0.26	0.42	0.50						
			$RSD_i(\%)$	3.2	7.1	8.9	3.7	6.2	7.3						
			\bar{x}_i	0.86	1.19	1.03	1.18	1.06	1.03						
	30	邻苯二甲酸 二丁酯	1.0	S_i	0.23	0.08	0.05	0.07	0.12	0.07	1.06	0.12	12	0.34	0.46
				$RSD_i(\%)$	27	6.7	5.3	5.8	12	6.8					
				\bar{x}_i	2.83	2.71	2.71	2.97	2.66	2.95					
2.5			S_i	0.17	0.13	0.23	0.27	0.31	0.33						
			$RSD_i(\%)$	5.9	4.9	8.7	9.2	12	11.0						
			\bar{x}_i	5.96	6.64	6.22	7.09	6.46	6.14						
7.5			S_i	0.14	0.42	0.59	0.13	0.57	0.25						
			$RSD_i(\%)$	2.4	6.3	9.6	1.8	8.8	4.0						
			\bar{x}_i	0.67	0.87	0.84	0.97	0.89	0.97						
31		邻苯二甲酸 丁苯酯	1.0	S_i	0.21	0.04	0.04	0.03	0.05	0.05	0.87	0.11	13	0.27	0.40
				$RSD_i(\%)$	32	5.2	5.2	3.6	5.6	5.2					

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)		测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)
				实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6					
		2.5	\bar{x}_i	2.34	2.16	2.20	2.45	2.37	2.32	2.31	0.11	4.7	0.55	0.58
			S_i	0.13	0.19	0.18	0.21	0.18	0.26					
			$RSD_i(\%)$	5.7	8.9	8.2	8.7	7.4	11					
		7.5	\bar{x}_i	8.23	7.21	5.95	7.15	6.19	7.51	7.04	0.84	12	1.39	2.68
			S_i	0.36	0.66	0.65	0.24	0.36	0.54					
			$RSD_i(\%)$	4.4	9.2	11	3.4	5.8	7.2					
32	邻苯二甲酸 二正辛酯	1.0	\bar{x}_i	0.84	1.09	1.08	1.25	1.16	1.01	1.07	0.14	13	0.37	0.51
			S_i	0.27	0.06	0.08	0.11	0.08	0.05					
			$RSD_i(\%)$	32	5.2	7.0	8.5	6.7	4.9					
		2.5	\bar{x}_i	2.69	2.58	2.55	2.89	2.63	2.64	2.67	0.12	4.6	0.66	0.70
			S_i	0.14	0.22	0.18	0.34	0.24	0.25					
			$RSD_i(\%)$	5.2	8.4	7.2	12	9.0	9.4					
		7.5	\bar{x}_i	7.42	6.91	6.58	7.04	6.96	7.15	7.01	0.28	4.0	1.36	1.47
			S_i	0.23	0.71	0.47	0.31	0.48	0.54					
			$RSD_i(\%)$	3.2	10	7.1	4.5	7.0	7.6					
33	N-亚硝基二 甲胺	1.0	\bar{x}_i	0.78	0.82	0.75	0.84	0.79	0.87	0.81	0.04	5.2	0.20	0.22
			S_i	0.13	0.05	0.03	0.09	0.03	0.05					
			$RSD_i(\%)$	16	5.6	4.5	10	3.2	5.7					
		2.5	\bar{x}_i	2.06	2.01	1.85	1.94	1.82	1.88	1.93	0.09	4.8	0.52	0.54
			S_i	0.20	0.09	0.13	0.26	0.22	0.15					

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	
			实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6						
		RSD_i (%)	9.9	4.7	7.1	13	12	7.7						
34	N-亚硝基二 正丙胺	7.5	\bar{x}_i	7.12	6.23	5.63	7.09	6.03	5.88	6.33	0.63	10	1.10	2.03
			S_i	0.39	0.50	0.57	0.25	0.21	0.29					
			RSD_i (%)	5.5	8.0	10	3.5	3.5	5.0					
		1.0	\bar{x}_i	0.76	1.00	0.84	0.91	0.85	0.96	0.89	0.09	9.8	0.23	0.32
			S_i	0.16	0.06	0.03	0.06	0.06	0.06					
			RSD_i (%)	21	5.7	4.0	7.0	6.9	5.9					
		2.5	\bar{x}_i	2.37	2.34	2.19	2.51	2.06	2.39	2.31	0.16	7.0	0.45	0.61
			S_i	0.20	0.13	0.10	0.15	0.25	0.08					
			RSD_i (%)	8.5	5.7	4.6	5.9	12	3.5					
7.5	\bar{x}_i	7.57	7.41	6.32	7.55	6.35	6.96	7.03	0.58	8.2	0.95	1.84		
	S_i	0.42	0.32	0.34	0.33	0.23	0.38							
	RSD_i (%)	5.5	4.3	5.3	4.3	3.6	5.4							
35	硝基苯	1.0	\bar{x}_i	0.86	0.94	0.84	0.91	0.69	0.71	0.82	0.10	13	0.32	0.41
			S_i	0.23	0.11	0.04	0.06	0.07	0.05					
			RSD_i (%)	27	12	4.7	6.4	10	6.4					
		2.5	\bar{x}_i	2.05	1.92	1.96	1.69	1.35	1.84	1.80	0.25	14	0.50	0.84
			S_i	0.24	0.18	0.12	0.14	0.20	0.18					
			RSD_i (%)	12	9.2	6.1	8.3	15	9.7					
		7.5	\bar{x}_i	6.87	6.21	5.78	6.17	4.36	5.28	5.78	0.87	15	0.97	2.59

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	
			实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6						
			S_i	$RSD_i(\%)$	S_i	$RSD_i(\%)$	S_i	$RSD_i(\%)$						S_i
36	异佛尔酮	1.0	\bar{x}_i	0.88	1.07	0.92	0.97	0.94	0.95	0.96	0.06	6.7	0.24	0.28
			S_i	0.17	0.08	0.02	0.05	0.04	0.06					
			$RSD_i(\%)$	19	7.8	2.6	5.4	4.7	5.9					
		2.5	\bar{x}_i	2.47	2.42	2.37	2.59	2.31	2.52	2.45	0.10	4.2	0.46	0.51
			S_i	0.25	0.12	0.19	0.10	0.19	0.09					
			$RSD_i(\%)$	10	5.0	7.9	3.8	8.4	3.5					
		7.5	\bar{x}_i	7.79	7.61	6.85	7.18	6.71	7.09	7.21	0.43	5.9	1.13	1.57
			S_i	0.29	0.31	0.58	0.24	0.48	0.40					
			$RSD_i(\%)$	3.7	4.1	8.5	3.4	7.1	5.7					
37	2,6-二硝基甲 苯	1.0	\bar{x}_i	0.67	0.91	0.78	0.86	0.84	0.99	0.84	0.11	13	0.23	0.37
			S_i	0.16	0.08	0.04	0.04	0.05	0.04					
			$RSD_i(\%)$	24	8.9	5.4	4.2	5.4	3.9					
		2.5	\bar{x}_i	2.45	2.31	2.22	2.49	2.37	2.62	2.41	0.14	5.8	0.63	0.69
			S_i	0.38	0.15	0.13	0.21	0.23	0.13					
			$RSD_i(\%)$	16	6.6	5.8	8.3	9.6	5.1					
		7.5	\bar{x}_i	8.29	8.58	7.33	7.15	7.64	7.28	7.71	0.59	7.7	1.54	2.17
			S_i	0.24	0.84	0.46	0.29	0.76	0.42					
			$RSD_i(\%)$	2.9	9.8	6.3	4.1	10	5.8					

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)		测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)
				实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6					
38	2,4-二硝基甲 苯	1.0	\bar{x}_i	0.82	1.06	0.91	1.01	0.97	0.98	0.96	0.08	8.6	0.29	0.35
			S_i	0.20	0.14	0.03	0.04	0.06	0.03					
			$RSD_i(\%)$	24	13	3.2	4.4	5.7	2.8					
		2.5	\bar{x}_i	2.55	2.41	2.32	2.45	2.45	2.58	2.46	0.10	3.9	0.52	0.55
			S_i	0.26	0.12	0.19	0.23	0.15	0.13					
			$RSD_i(\%)$	10	5.0	8.1	9.5	6.0	5.1					
		7.5	\bar{x}_i	7.32	7.50	6.47	7.08	6.71	6.43	6.92	0.45	6.5	1.00	1.55
			S_i	0.29	0.52	0.21	0.27	0.38	0.38					
			$RSD_i(\%)$	4.0	7.0	3.2	3.8	5.7	5.8					
39	偶氮苯	1.0	\bar{x}_i	0.78	1.01	0.86	0.93	0.88	0.99	0.91	0.09	9.5	0.21	0.31
			S_i	0.15	0.07	0.03	0.02	0.04	0.06					
			$RSD_i(\%)$	19	7.1	3.8	1.9	4.0	6.1					
		2.5	\bar{x}_i	2.58	2.47	2.36	2.70	2.41	2.65	2.53	0.13	5.3	0.52	0.61
			S_i	0.24	0.07	0.08	0.25	0.17	0.23					
			$RSD_i(\%)$	9.1	2.8	3.4	9.4	6.9	8.6					
		7.5	\bar{x}_i	6.80	7.78	6.26	7.12	6.69	6.74	6.90	0.51	7.4	1.42	1.93
			S_i	0.23	0.60	0.68	0.20	0.66	0.45					
			$RSD_i(\%)$	3.4	7.7	11	2.8	9.8	6.7					
40	二(2-氯乙基) 醚	1.0	\bar{x}_i	0.82	0.87	0.76	0.72	0.50	0.53	0.70	0.15	22	0.28	0.50
			S_i	0.18	0.08	0.06	0.11	0.06	0.04					

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)			
			实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6								
			$RSD_i(\%)$	22	8.8	7.8	16	12	8.1							
		2.5	\bar{x}_i	1.98	1.77	1.74	1.25	1.01	1.80	1.59	0.37	23	0.39	1.11		
			S_i	0.19	0.13	0.04	0.12	0.20	0.08							
			$RSD_i(\%)$	9.5	7.3	2.1	9.6	20	4.3							
		7.5	\bar{x}_i	5.41	5.61	5.17	6.02	3.32	4.62	5.02	0.95	19	0.88	2.79		
			S_i	0.23	0.41	0.35	0.39	0.25	0.20							
			$RSD_i(\%)$	4.2	7.3	6.7	6.5	7.6	4.3							
41	二(2-氯乙氧基)甲烷	1.0	\bar{x}_i	0.88	1.07	0.91	0.98	0.95	0.99	0.96	0.07	6.8	0.25	0.29		
			S_i	0.15	0.11	0.03	0.06	0.06	0.07							
			$RSD_i(\%)$	17	10	3.5	6.2	6.5	7.0							
				2.5	\bar{x}_i	2.37	2.34	2.24	2.44	2.22	2.35	2.33	0.08	3.7	0.50	0.51
					S_i	0.26	0.15	0.20	0.12	0.21	0.04					
					$RSD_i(\%)$	11	6.3	9.1	5.1	9.2	1.8					
				7.5	\bar{x}_i	7.11	7.30	6.34	7.40	6.65	6.30	6.85	0.48	7.1	0.97	1.62
					S_i	0.24	0.33	0.42	0.18	0.50	0.32					
					$RSD_i(\%)$	3.4	4.5	6.6	2.4	7.5	5.1					
42	4-氯二苯基醚	1.0	\bar{x}_i	0.84	1.02	0.88	0.96	0.92	1.00	0.94	0.07	7.5	0.21	0.28		
			S_i	0.15	0.08	0.03	0.04	0.03	0.05							
			$RSD_i(\%)$	18	7.7	3.4	3.9	3.6	5.2							
				2.5	\bar{x}_i	2.54	2.34	2.27	2.68	2.39	2.50	2.45	0.15	6.0	0.49	0.61

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	
			实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6						
			S_i	0.19	0.14	0.16	0.17	0.20	0.19	7.15	0.64	9.0	1.14	2.08
			$RSD_i(\%)$	7.4	5.8	7.3	6.3	8.4	7.6					
			\bar{x}_i	7.09	8.29	6.86	6.94	7.35	6.37					
		7.5	S_i	0.19	0.77	0.31	0.20	0.27	0.40					
			$RSD_i(\%)$	2.7	9.3	4.5	2.9	3.7	6.3					
			\bar{x}_i	7.09	8.29	6.86	6.94	7.35	6.37					
43	4-溴二苯基醚	1.0	\bar{x}_i	0.83	1.04	0.89	0.98	0.95	1.01	0.95	0.08	8.3	0.21	0.29
			S_i	0.16	0.06	0.04	0.01	0.04	0.05					
			$RSD_i(\%)$	19	5.8	4.7	1.4	4.1	5.0					
		2.5	\bar{x}_i	2.44	2.16	2.20	2.47	2.23	2.37	2.31	0.13	5.6	0.71	0.75
			S_i	0.30	0.22	0.23	0.28	0.24	0.25					
			$RSD_i(\%)$	12	10	10	11	11	11					
		7.5	\bar{x}_i	7.14	7.78	5.82	6.99	6.56	6.57	6.81	0.66	9.7	1.60	2.36
			S_i	0.16	0.96	0.50	0.25	0.71	0.45					
			$RSD_i(\%)$	2.2	12	8.5	3.6	11	6.8					
44	六氯苯	1.0	\bar{x}_i	0.80	0.99	0.84	0.92	0.90	0.96	0.90	0.07	8.1	0.22	0.28
			S_i	0.15	0.07	0.04	0.02	0.04	0.06					
			$RSD_i(\%)$	19	6.8	4.8	2.1	4.8	6.6					
		2.5	\bar{x}_i	2.23	2.06	2.30	2.43	2.33	2.54	2.31	0.17	7.2	0.80	0.87
			S_i	0.29	0.23	0.21	0.36	0.31	0.29					
			$RSD_i(\%)$	13	11	9.1	15	13	11					

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)		测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)
				实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6					
		7.5	\bar{x}_i	7.67	8.69	6.36	7.05	7.01	6.94	7.29	0.80	11	1.88	2.83
			S_i	0.21	0.63	0.80	0.28	1.06	0.64					
			$RSD_i(\%)$	2.8	7.3	13	4.0	15	9.2					
45	4-氯苯胺	1.0	\bar{x}_i	0.61	0.73	0.51	0.54	0.54	0.48	0.57	0.09	16	0.26	0.35
			S_i	0.17	0.09	0.07	0.06	0.09	0.03					
			$RSD_i(\%)$	27	13	14	10	17	6.0					
		2.5	\bar{x}_i	1.49	1.30	1.26	1.33	1.24	1.25	1.31	0.09	7.1	0.36	0.42
			S_i	0.19	0.07	0.14	0.12	0.08	0.13					
			$RSD_i(\%)$	13	5.5	11	9.1	6.5	11					
		7.5	\bar{x}_i	4.69	4.09	3.37	5.35	4.30	3.63	4.24	0.72	17	1.50	2.43
			S_i	0.37	0.74	0.11	0.61	0.78	0.17					
			$RSD_i(\%)$	8.0	18	3.3	11	18	4.6					
46	2-硝基苯胺	1.0	\bar{x}_i	0.74	0.82	0.69	0.77	0.73	0.97	0.79	0.10	13	0.31	0.40
			S_i	0.25	0.05	0.04	0.05	0.04	0.03					
			$RSD_i(\%)$	34	6.5	6.0	6.3	5.0	3.0					
		2.5	\bar{x}_i	2.44	2.33	2.21	2.57	2.36	2.49	2.40	0.13	5.3	0.51	0.59
			S_i	0.29	0.11	0.07	0.26	0.14	0.13					
			$RSD_i(\%)$	12	4.6	3.3	10	5.8	5.0					
		7.5	\bar{x}_i	7.30	7.98	6.83	6.96	7.35	6.90	7.22	0.43	5.9	0.83	1.42
			S_i	0.16	0.32	0.33	0.22	0.41	0.27					

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	
			实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6						
			RSD_i (%)	2.2	4.0	4.9	3.2	5.6						4.0
47	3-硝基苯胺	1.0	\bar{x}_i	0.75	0.96	0.81	0.90	0.90	0.95	0.88	0.08	9.4	0.19	0.29
			S_i	0.15	0.06	0.02	0.04	0.03	0.02					
			RSD_i (%)	20	5.8	2.1	4.7	3.2	2.0					
		2.5	\bar{x}_i	1.96	1.80	1.31	1.94	1.82	1.59	1.74	0.25	14	0.45	0.81
			S_i	0.26	0.10	0.08	0.22	0.08	0.12					
			RSD_i (%)	13	5.5	6.4	11	4.2	7.6					
		7.5	\bar{x}_i	6.59	6.27	4.10	6.76	5.87	5.84	5.90	0.96	16	0.92	2.81
			S_i	0.24	0.47	0.11	0.30	0.35	0.37					
			RSD_i (%)	3.7	7.6	2.6	4.4	6.0	6.3					
48	二苯并呋喃	1.0	\bar{x}_i	0.91	1.08	0.95	1.04	1.00	0.94	0.99	0.06	6.4	0.22	0.27
			S_i	0.15	0.09	0.03	0.04	0.04	0.02					
			RSD_i (%)	17	8.1	3.5	3.7	4.2	2.6					
		2.5	\bar{x}_i	2.72	2.61	2.54	2.73	2.56	2.70	2.64	0.08	3.2	0.55	0.55
			S_i	0.27	0.13	0.14	0.23	0.19	0.19					
			RSD_i (%)	9.9	4.9	5.5	8.5	7.2	6.9					
		7.5	\bar{x}_i	7.16	6.30	5.95	7.22	6.41	5.98	6.50	0.56	8.7	0.98	1.81
			S_i	0.34	0.36	0.33	0.24	0.43	0.37					
			RSD_i (%)	4.8	5.7	5.5	3.3	6.7	6.3					
49	4-硝基苯胺	1.0	\bar{x}_i	0.61	0.81	0.70	0.78	0.78	0.95	0.77	0.11	15	0.21	0.37

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	测定值(mg/kg)						\bar{x} (mg/kg)	S' (mg/kg)	RSD' (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)			
			实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6								
			S_i	0.16	0.06	0.03	0.05	0.03	0.04	2.06	0.16	7.7	0.54	0.67		
			$RSD_i(\%)$	26	7.9	4.9	5.8	4.0	3.7							
			\bar{x}_i	2.14	2.00	1.78	2.25	2.03	2.13							
		2.5	S_i	0.31	0.10	0.09	0.27	0.10	0.16	2.06	0.16	7.7	0.54	0.67		
			$RSD_i(\%)$	15	4.8	5.0	12	5.1	7.4							
			\bar{x}_i	6.63	7.53	6.39	6.77	7.27	5.88							
		7.5	S_i	0.24	0.22	0.33	0.30	0.50	0.37	6.75	0.60	8.9	0.95	1.88		
			$RSD_i(\%)$	3.7	2.9	5.1	4.4	6.9	6.3							
			\bar{x}_i	0.84	1.05	0.94	1.03	0.97	0.97							
		50	咪唑	1.0	S_i	0.18	0.08	0.03	0.02	0.04	0.06	0.97	0.08	7.9	0.24	0.31
					$RSD_i(\%)$	21	7.5	3.4	1.8	4.6	6.3					
					\bar{x}_i	2.55	2.57	2.40	2.75	2.56	2.84					
2.5	S_i			0.21	0.12	0.19	0.18	0.24	0.20	2.61	0.16	6.0	0.54	0.66		
	$RSD_i(\%)$			8.4	4.8	7.7	6.5	9.2	7.0							
	\bar{x}_i			6.92	7.57	6.56	6.97	6.95	6.27							
7.5	S_i			0.22	0.68	0.71	0.22	0.83	0.46	6.87	0.44	6.4	1.60	1.91		
	$RSD_i(\%)$			3.1	9.0	11	3.2	12	7.3							
	\bar{x}_i			0.84	1.05	0.94	1.03	0.97	0.97							

2.2 方法正确度数据汇总

选取 20 克/个空白干燥黏土样品，添加 20%水，混合均匀，配制目标化合物浓度为 1mg/kg、2.5mg/kg、7.5mg/kg 的基体加标样品进行冻干及测定，6 家实验室测试原始结果及汇总数据，见附表 2-2-1。

附表 2-2-1 正确度测试数据汇总表

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P_i						$\bar{P}(\%)$	$S_{\bar{P}}(\%)$
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6		
1	苯酚	1.0	86.0	108	76.1	91.5	97.8	94.6	92.3	10.7
		2.5	96.1	95.7	67.2	98.0	90.0	71.2	86.4	13.6
		7.5	99.2	99.9	80.1	101	95.6	74.8	91.7	11.3
2	2-氯苯酚	1.0	85.3	102	88.5	110	92.2	89.6	94.7	9.6
		2.5	91.6	87.0	80.9	91.8	75.9	84.1	85.2	6.2
		7.5	94.1	93.1	79.9	99.0	80.6	79.6	87.7	8.6
3	2-甲基苯酚	1.0	58.7	73.3	41.5	62.9	71.4	75.1	63.8	12.6
		2.5	64.8	53.8	37.2	68.7	52.1	60.6	56.2	11.2
		7.5	72.9	68.9	50.6	73.1	64.0	67.0	66.1	8.4
4	2-硝基苯酚	1.0	92.8	109	110	125	104	98.5	107	11.0
		2.5	93.3	98.0	95.8	104.3	88.2	96.0	95.9	5.3
		7.5	104	97.3	87.8	99.0	87.2	91.7	94.5	6.7
5	2,4-二氯苯酚	1.0	81.1	100	91.5	97.8	96.8	98.7	94.4	7.2
		2.5	94.9	94.8	92.1	107	94.5	102	97.5	5.7
		7.5	105	105	93.2	93.0	98.4	94.3	98.2	5.7
6	4-氯-3-甲基苯酚	1.0	74.5	92.8	85.3	94.9	90.7	97.4	89.3	8.3
		2.5	91.6	89.3	79.9	93.3	88.5	89.4	88.7	4.7
		7.5	96.9	95.4	82.4	94.8	86.6	87.5	90.6	5.9
7	2,4,6-三氯苯酚	1.0	91.3	112	113	122	116	96.8	109	12.0
		2.5	93.4	91.0	91.8	108	94.3	101	96.6	6.7
		7.5	104	109	98.7	93.4	102	98.2	101	5.5
8	2,4,5-三氯苯酚	1.0	90.3	113	106	114	107	97.7	105	9.1
		2.5	93.9	94.2	95.9	103	91.8	102	96.7	4.5
		7.5	104	111	98.3	93.3	104	96.9	101	6.2
9	4-硝基苯酚	1.0	100	120	117	94.9	102	101	106	9.9
		2.5	88.0	99.7	107	114	112	115	106	10.3

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P_i						\bar{P} (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6		
		7.5	109	98.9	106	100	105	102	103	3.9
10	萘	1.0	72.7	83.2	72.3	65.3	50.1	49.5	65.5	13.4
		2.5	79.9	62.1	69.4	46.7	44.3	61.6	60.7	13.5
		7.5	70.0	51.5	63.7	50.7	56.4	44.7	56.2	9.3
11	2-甲基萘	1.0	75.0	82.8	81.8	89.0	63.3	68.2	76.7	9.7
		2.5	88.1	71.4	83.1	76.5	61.6	69.9	75.1	9.6
		7.5	86.1	80.7	77.6	84.9	60.8	59.4	74.9	11.9
12	2-氯萘	1.0	79.0	87.9	83.3	91.2	76.3	84.1	83.6	5.5
		2.5	98.5	81.0	92.5	93.9	79.4	84.6	88.3	7.7
		7.5	92.1	98.4	90.1	88.3	89.0	72.1	88.3	8.7
13	萘烯	1.0	75.7	88.6	85.6	95.3	80.5	83.0	84.8	6.8
		2.5	93.4	85.2	91.5	102	87.9	89.9	91.7	5.9
		7.5	85.1	79.3	80.1	71.9	75.9	76.4	78.1	4.5
14	萘	1.0	88.6	101	92.5	97.3	93.7	90.5	94.0	4.6
		2.5	99.1	90.9	91.2	98.5	91.8	93.8	94.2	3.7
		7.5	90.2	91.9	82.4	94.2	84.5	73.9	86.2	7.5
15	芴	1.0	86.8	105	90.8	99.3	96.1	93.1	95.2	6.4
		2.5	103	91.8	90.2	103	98.8	102	98.2	5.8
		7.5	91.5	101	85.5	93.4	95.4	80.6	91.3	7.3
16	菲	1.0	93.1	117	102	101	103	98.1	102	8.1
		2.5	110	109	106	117	106	109	109	4.0
		7.5	90.1	78.6	89.3	94.2	75.9	84.2	85.4	7.1
17	蒽	1.0	78.8	96.1	88.6	97.2	88.8	91.0	90.1	6.6
		2.5	108	105	104	117	106	114	109	5.4
		7.5	91.4	80.9	88.5	89.7	77.7	91.4	86.6	5.8
18	荧蒽	1.0	88.4	112	96.8	96.1	101	99.6	99.0	7.6
		2.5	114	115	103	121	109	116	113	6.2
		7.5	102	86.0	95.8	86.5	83.8	92.8	91.2	7.1
19	芘	1.0	94.3	115	106	104	107	101	104	7.0
		2.5	105	103	97.8	115	107	106	106	5.4
		7.5	98.3	80.0	95.9	93.5	77.1	87.7	88.8	8.7
20	苯并(a)蒽	1.0	85.8	103	95.2	104	98.8	98.6	97.6	6.6

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P_i						\bar{P} (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6		
		2.5	91.8	90.0	87.7	101	99.5	94.0	94.0	5.3
		7.5	96.3	96.7	87.6	94.2	83.2	88.2	91.0	5.5
		1.0	83.2	101	91.6	99.2	95.8	98.3	94.9	6.6
21	蒎	2.5	92.1	86.2	84.8	101	93.6	98.9	92.7	6.5
		7.5	95.6	92.1	96.1	96.0	87.2	88.0	92.5	4.1
		1.0	80.7	97.2	87.6	95.4	91.8	102	92.5	7.6
22	苯并(b)蒎	2.5	85.2	83.5	85.0	93.6	91.2	92.8	88.6	4.5
		7.5	94.7	85.7	74.9	94.9	78.7	86.6	85.9	8.1
		1.0	83.3	99.8	91.2	100	96.4	83.8	92.4	7.6
23	苯并(k)蒎	2.5	96.6	91.4	93.5	107	104	106	99.8	6.8
		7.5	88.4	90.1	85.8	92.7	87.0	85.1	88.2	2.9
		1.0	75.3	87.3	86.8	94.8	84.3	89.2	86.3	6.5
24	苯并(a)蒎	2.5	84.1	84.2	83.9	95.3	83.9	95.0	87.7	5.8
		7.5	90.6	83.8	79.9	85.7	80.5	87.5	84.7	4.1
		1.0	76.7	95.2	89.4	95.1	86.8	93.5	89.4	7.1
25	茛并(1,2,3-cd)蒎	2.5	94.1	88.0	90.5	99.3	87.7	97.3	92.8	4.9
		7.5	101	90.9	79.5	97.2	77.9	95.1	90.3	9.5
		1.0	80.3	99.1	89.7	95.6	88.8	92.7	91.0	6.5
26	二苯并(a,h)蒎	2.5	99.8	95.0	96.1	103	101	103	99.6	3.4
		7.5	99.6	95.7	81.6	100	85.7	93.7	92.8	7.6
		1.0	87.4	103	93.6	97.3	90.3	96.7	94.7	5.6
27	苯并(g,h,i)蒎	2.5	102	96.0	99.1	105	97.7	100	100	3.2
		7.5	101	92.5	76.3	98.9	76.0	94.3	89.8	11.0
		1.0	88.1	107	90.1	101	102	95.6	97.2	7.3
28	邻苯二甲酸二甲酯	2.5	99.0	95.0	84.9	103	97.9	93.4	95.5	6.2
		7.5	99.3	100	85.3	95.5	98.1	84.1	93.8	7.2
		1.0	83.0	109	95.4	106	103	102	99.7	9.4
29	邻苯二甲酸二乙酯	2.5	104	99.7	98.2	113	103	99.9	103	5.3
		7.5	102	97.6	85.1	93.3	90.6	91.1	93.3	5.9
		1.0	85.5	119	102	118	106	103	105	12.2
30	邻苯二甲酸二丁酯	2.5	113	108	108	119	106	118	112	5.3
		7.5	79.4	88.5	82.9	94.5	86.1	81.9	85.6	5.4

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P_i						\bar{P} (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6		
31	邻苯二甲酸丁苯酯	1.0	66.5	86.5	83.9	97.1	88.6	96.7	86.5	11.2
		2.5	93.5	86.4	88.0	97.9	94.8	92.9	92.2	4.3
		7.5	110	96.1	79.4	95.3	82.6	100	93.9	11.3
32	邻苯二甲酸二正辛酯	1.0	83.9	109	108	125	116	101	107	13.9
		2.5	108	103	102	116	105	106	107	4.9
		7.5	99.0	92.1	87.7	93.9	92.7	95.3	93.5	3.7
33	N-亚硝基二甲胺	1.0	78.4	82.0	75.1	84.0	79.1	86.8	80.9	4.2
		2.5	82.2	80.5	74.1	77.7	72.8	75.2	77.1	3.7
		7.5	94.9	83.0	75.1	94.5	80.3	78.4	84.4	8.4
34	N-亚硝基二正丙胺	1.0	76.0	99.7	83.9	91.3	84.5	95.7	88.5	8.7
		2.5	95.0	93.8	87.5	100	82.3	95.5	92.4	6.4
		7.5	101	98.8	84.2	101	84.7	92.8	93.7	7.7
35	硝基苯	1.0	85.6	94.3	84.4	90.8	68.5	71.4	82.5	10.4
		2.5	82.0	76.7	78.2	67.7	54.1	73.6	72.1	10.0
		7.5	91.6	82.7	77.0	82.2	58.2	70.4	77.0	11.6
36	异佛尔酮	1.0	88.1	107	92.3	97.1	93.7	95.4	95.6	6.4
		2.5	98.7	96.9	94.6	104	92.4	101	97.8	4.1
		7.5	104	101	91.3	95.8	89.4	94.6	96.1	5.7
37	2,6-二硝基甲苯	1.0	67.2	91.2	77.7	85.6	83.8	99.0	84.1	11.0
		2.5	97.9	92.4	89.0	99.6	94.8	104.8	96.4	5.6
		7.5	110	114	97.7	95.3	102	97.1	103	7.9
38	2,4-二硝基甲苯	1.0	82.2	106	91.4	101	97.1	98.3	95.9	8.2
		2.5	102	96.3	92.9	97.9	97.9	103	98.4	3.8
		7.5	97.5	100	86.3	94.3	89.4	85.7	92.2	6.0
39	偶氮苯	1.0	77.8	101	85.9	92.5	88.4	98.9	90.7	8.6
		2.5	103	98.9	94.4	108	96.3	106	101	5.4
		7.5	90.7	104	83.5	95.0	89.2	89.8	92.0	6.8
40	二(2-氯乙基)醚	1.0	82.0	87.4	76.1	71.9	49.8	53.1	70.1	15.4
		2.5	79.3	70.6	69.7	50.0	40.5	72.1	63.7	15.0
		7.5	72.1	74.8	68.9	80.2	44.3	61.6	67.0	12.7
41	二(2-氯乙氧基)甲烷	1.0	88.2	107	91.4	97.7	94.6	98.9	96.3	6.5
		2.5	94.9	93.4	89.4	97.8	88.8	93.9	93.0	3.4

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 P_i						\bar{P} (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6		
		7.5	94.8	97.3	84.5	98.7	88.7	84.1	91.3	6.4
42	4-氯二苯基醚	1.0	84.1	102	87.7	96.0	91.8	100	93.6	7.0
		2.5	101	93.6	90.8	107	95.7	100	98.1	5.9
		7.5	94.6	110	91.5	92.6	98.0	84.9	95.3	8.6
43	4-溴二苯基醚	1.0	82.8	104	88.6	97.9	94.5	101	94.7	7.8
		2.5	97.6	86.5	88.1	98.7	89.0	94.7	92.4	5.2
		7.5	95.2	103.7	77.6	93.2	87.5	87.6	90.8	8.8
44	六氯苯	1.0	79.6	98.5	83.8	91.6	89.8	96.4	89.9	7.3
		2.5	89.0	82.4	92.1	97.2	93.0	102	92.6	6.6
		7.5	102	116	84.8	94.0	93.4	92.6	97.1	10.7
45	4-氯苯胺	1.0	60.8	73.4	51.3	53.6	53.6	47.9	56.8	9.2
		2.5	59.5	52.0	50.3	53.2	49.7	50.0	52.5	3.7
		7.5	62.5	54.5	44.9	71.3	57.3	48.4	56.5	9.6
46	2-硝基苯胺	1.0	73.6	82.4	69.3	76.7	72.8	97.2	78.7	10.1
		2.5	97.8	93.3	88.4	103	94.2	99.6	96.0	5.1
		7.5	97.3	106	91.1	92.9	98.0	92.0	96.3	5.7
47	3-硝基苯胺	1.0	74.6	95.8	81.0	90.3	89.6	94.5	87.6	8.2
		2.5	78.5	71.9	52.2	77.7	72.7	63.8	69.5	10.0
		7.5	87.8	83.5	54.7	90.2	78.3	77.8	78.7	12.8
48	二苯并呋喃	1.0	91.4	108	94.9	104	100	94.5	98.8	6.3
		2.5	109	104	101	109	102	108	106	3.3
		7.5	95.5	84.0	79.3	96.3	85.4	79.7	86.7	7.5
49	4-硝基苯胺	1.0	61.3	80.6	70.1	78.3	77.6	95.0	77.1	11.2
		2.5	85.7	80.1	71.3	89.8	81.1	85.2	82.2	6.4
		7.5	88.4	100	85.2	90.3	97.0	78.4	89.9	8.0
50	喹唑	1.0	83.6	105	93.8	103	97.2	97.3	96.7	7.7
		2.5	102	103	96.0	110	102	113	104	6.2
		7.5	92.3	101	87.5	92.9	92.7	83.6	91.6	5.9

2.3 精密度、正确度数据统计分析

对 6 家实验室方法验证结果中的重复性限、再现性限、加标回收率进行统计分析，结果见附表 2-3-1。

附表 2-3-1 测试数据统计表

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_P$ (%)
1	苯酚	1.0	0.24	0.37	92.3±21.5
		2.5	0.64	1.12	86.4±27.7
		7.5	0.88	2.51	92.7±22.7
2	2-氯苯酚	1.0	0.27	0.36	94.7±19.3
		2.5	0.47	0.61	85.2±12.4
		7.5	0.85	1.98	87.7±17.3
3	2-甲基苯酚	1.0	0.19	0.39	63.8±25.3
		2.5	0.28	0.83	56.2±22.5
		7.5	1.22	2.08	66.1±16.7
4	2-硝基苯酚	1.0	0.31	0.42	107±22.0
		2.5	0.56	0.63	95.9±10.6
		7.5	1.03	1.69	94.5±13.4
5	2,4-二氯苯酚	1.0	0.25	0.30	94.4±14.3
		2.5	0.44	0.57	97.5±11.4
		7.5	1.23	1.64	98.2±11.4
6	4-氯-3-甲基苯酚	1.0	0.23	0.32	89.3±16.7
		2.5	0.51	0.57	88.7±9.3
		7.5	1.37	1.76	90.6±11.8
7	2,4,6-三氯苯酚	1.0	0.33	0.45	109±23.9
		2.5	0.62	0.74	96.6±13.4
		7.5	1.49	1.78	101±11.0
8	2,4,5-三氯苯酚	1.0	0.27	0.35	105±18.1
		2.5	0.45	0.52	96.7±9.1
		7.5	1.61	1.96	101±12.4
9	4-硝基苯酚	1.0	0.47	0.51	106±19.9
		2.5	0.41	0.81	106±20.6
		7.5	0.99	1.22	103±7.8

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_p$ (%)
10	萘	1.0	0.17	0.41	65.5±26.9
		2.5	0.41	1.02	60.7±27.0
		7.5	0.80	2.08	56.2±18.6
11	2-甲基萘	1.0	0.22	0.34	76.7±19.3
		2.5	0.50	0.81	75.1±19.1
		7.5	1.06	2.68	74.9±23.8
12	2-氯萘	1.0	0.23	0.26	83.6±11.0
		2.5	0.58	0.76	88.3±15.5
		7.5	1.30	2.18	88.3±17.5
13	蒽烯	1.0	0.21	0.27	84.8±13.6
		2.5	0.70	0.76	91.7±11.9
		7.5	1.23	1.47	78.1±9.0
14	蒽	1.0	0.23	0.25	94.0±9.2
		2.5	0.62	0.62	94.2±7.4
		7.5	0.98	1.81	86.2±15.0
15	芴	1.0	0.23	0.28	95.2±12.8
		2.5	0.51	0.62	98.2±11.6
		7.5	0.92	1.75	91.3±14.6
16	菲	1.0	0.26	0.33	102±16.2
		2.5	0.62	0.63	109±8.0
		7.5	1.08	1.79	85.4±14.2
17	蒽	1.0	0.23	0.28	90.1±13.3
		2.5	0.70	0.74	109±10.7
		7.5	1.22	1.65	86.6±11.7
18	荧蒽	1.0	0.24	0.30	99.0±15.2
		2.5	0.84	0.88	113±12.5
		7.5	1.50	2.03	91.2±14.2
19	芘	1.0	0.28	0.32	104±14.0
		2.5	0.75	0.78	106±10.9
		7.5	1.17	2.11	88.8±17.4
20	苯并(a)蒽	1.0	0.26	0.30	97.6±13.2
		2.5	0.67	0.71	94.0±10.6

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_p$ (%)
		7.5	1.45	1.75	91.0±11.0
21	蒎	1.0	0.25	0.29	94.9±13.3
		2.5	0.62	0.73	92.7±12.9
		7.5	1.65	1.73	92.5±8.2
22	苯并(b)荧蒹	1.0	0.26	0.32	92.5±15.3
		2.5	0.64	0.67	88.6±9.0
		7.5	1.17	2.01	85.9±11.3
23	苯并(k)荧蒹	1.0	0.27	0.32	92.4±15.2
		2.5	0.74	0.82	99.8±13.7
		7.5	1.19	1.24	88.2±5.7
24	苯并(a)芘	1.0	0.24	0.28	86.3±12.9
		2.5	0.71	0.76	87.7±11.5
		7.5	1.33	1.49	84.7±8.2
25	茚并(1,2,3-cd)芘	1.0	0.27	0.32	89.4±14.2
		2.5	0.58	0.63	92.8±9.8
		7.5	1.19	2.28	90.3±19.1
26	二苯并(a,h)蒹	1.0	0.26	0.30	91.0±13.0
		2.5	0.67	0.65	99.6±6.8
		7.5	1.11	1.89	92.8±5.2
27	苯并(g,h,i)芘	1.0	0.27	0.29	94.7±11.2
		2.5	0.55	0.55	100±6.4
		7.5	1.21	2.56	89.8±22.0
28	邻苯二甲酸二甲酯	1.0	0.25	0.30	97.2±14.6
		2.5	0.57	0.68	95.5±12.3
		7.5	1.26	1.90	93.8±14.4
29	邻苯二甲酸二乙酯	1.0	0.24	0.34	99.7±18.7
		2.5	0.68	0.72	103±10.6
		7.5	1.22	1.67	93.3±11.8
30	邻苯二甲酸二丁酯	1.0	0.34	0.46	105±24.4
		2.5	0.70	0.74	112±10.6
		7.5	1.12	1.53	85.6±10.9
31		1.0	0.27	0.40	86.5±22.4

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_p$ (%)
	邻苯二甲酸丁 苯酯	2.5	0.55	0.58	92.2±8.6
		7.5	1.39	2.68	93.9±22.5
32	邻苯二甲酸二 正辛酯	1.0	0.37	0.51	107±27.8
		2.5	0.66	0.70	107±9.8
		7.5	1.36	1.47	93.5±7.5
33	N-亚硝基二甲 胺	1.0	0.20	0.22	80.9±8.4
		2.5	0.52	0.54	77.1±7.4
		7.5	1.10	2.03	84.4±16.9
34	N-亚硝基二正 丙胺	1.0	0.23	0.32	88.5±17.4
		2.5	0.45	0.61	92.4±12.9
		7.5	0.95	1.84	93.7±15.4
35	硝基苯	1.0	0.32	0.41	82.5±20.8
		2.5	0.50	0.84	72.1±20.0
		7.5	0.97	2.59	77.0±23.2
36	异佛尔酮	1.0	0.24	0.28	95.6±12.7
		2.5	0.46	0.51	97.8±8.2
		7.5	1.13	1.57	96.1±11.3
37	2,6-二硝基甲 苯	1.0	0.23	0.37	84.1±22.0
		2.5	0.63	0.69	96.4±11.2
		7.5	1.54	2.17	103±15.8
38	2,4-二硝基甲 苯	1.0	0.29	0.35	95.9±16.4
		2.5	0.52	0.55	98.4±7.6
		7.5	1.00	1.55	92.2±12.0
39	偶氮苯	1.0	0.21	0.31	90.7±17.2
		2.5	0.52	0.61	101±10.8
		7.5	1.42	1.93	92.0±13.6
40	二(2-氯乙基) 醚	1.0	0.28	0.50	70.1±30.7
		2.5	0.39	1.11	63.7±30.0
		7.5	0.88	2.79	67.0±25.5
41	二(2-氯乙氧 基)甲烷	1.0	0.25	0.29	96.3±13.1
		2.5	0.50	0.51	93.0±6.8
		7.5	0.97	1.62	91.3±12.9

序号	化合物名称	加标水平 (mg/kg)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_p$ (%)
42	4-氯二苯基醚	1.0	0.21	0.28	93.6±14.0
		2.5	0.49	0.61	98.1±11.8
		7.5	1.14	2.08	95.3±17.2
43	4-溴二苯基醚	1.0	0.21	0.29	94.7±15.7
		2.5	0.71	0.75	92.4±10.4
		7.5	1.60	2.36	90.8±17.6
44	六氯苯	1.0	0.22	0.28	89.9±14.5
		2.5	0.80	0.87	92.6±13.3
		7.5	1.88	2.83	97.1±21.4
45	4-氯苯胺	1.0	0.26	0.35	56.8±18.4
		2.5	0.36	0.42	52.5±7.4
		7.5	1.50	2.43	56.5±19.2
46	2-硝基苯胺	1.0	0.31	0.40	78.7±20.2
		2.5	0.51	0.59	96.0±10.2
		7.5	0.83	1.42	96.3±11.5
47	3-硝基苯胺	1.0	0.19	0.29	87.6±16.5
		2.5	0.45	0.81	69.5±19.9
		7.5	0.92	2.81	78.7±25.5
48	二苯并呋喃	1.0	0.22	0.27	98.8±12.7
		2.5	0.55	0.55	106±6.7
		7.5	0.98	1.81	86.7±15.0
49	4-硝基苯胺	1.0	0.21	0.37	77.1±22.5
		2.5	0.54	0.67	82.2±12.7
		7.5	0.95	1.88	89.9±15.9
50	喹唑	1.0	0.24	0.31	96.7±15.3
		2.5	0.54	0.66	104±12.5
		7.5	1.60	1.91	91.6±11.7

3 方法验证结论

6个实验室分别对50种沸点范围在175°C~550°C的各类半挥发性有机物（涵盖酚类、多环芳烃类、硝基芳烃类、酞酸酯类、卤代烃类、苯胺和联苯胺类），进行1.0mg/kg、2.5mg/kg、7.5mg/kg

加标测试，6次加标测试结果的实验室内相对标准偏差分别为：0.7%~34%、1.8%~24%、1.6%~18%；实验室间相对标准偏差分别为：4.9%~22%、3.2%~23%、3.2%~19%；重复性限（r）分别为：0.17mg/kg~0.47mg/kg、0.28mg/kg~0.84mg/kg、0.80mg/kg~1.88mg/kg；再现性限（R）分别为：0.22mg/kg~0.51mg/kg、0.42mg/kg~1.12mg/kg、1.22mg/kg~2.83mg/kg。加标回收率分别为：41.5%~125%、37.2%~121%、44.3%~116%；加标回收率最终值分别为：56.8%±18.4%~109%±23.9%、52.5%±7.4%~113%±12.5%、56.2%±18.6%~103%±7.8%。
