

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 1052-2019

土壤和沉积物 11 种三嗪类农药的测定 高效液相色谱法

Soil and sediment—Determination of 11 triazine pesticides
—High performance liquid chromatography

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版集团出版的正式标准文本为准。

2019-10-24 发布

2020-04-24 实施

生态环境部 发布

目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 干扰和消除.....	1
5 试剂和材料.....	2
6 仪器和设备.....	2
7 样品.....	3
8 分析步骤.....	4
9 结果计算与表示.....	6
10 精密度和准确度.....	7
11 质量保证和质量控制.....	7
12 废物处理.....	8
附录 A（规范性附录）方法的检出限和测定下限.....	9
附录 B（资料性附录）方法的精密度和准确度.....	10

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国土壤污染防治法》，保护生态环境，保障人体健康，规范土壤和沉积物中三嗪类农药的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤和沉积物中11种三嗪类农药的高效液相色谱法。

本标准的附录A为规范性附录，附录B为资料性附录。

本标准首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准起草单位：湖北省环境监测中心站。

本标准验证单位：浙江省环境监测中心、重庆市生态环境监测中心、陕西省环境监测中心站、海南省环境监测中心站、武汉市环境监测中心和黄石环境监测站。

本标准生态环境部2019年10月24日批准。

本标准自2020年4月24日起实施。

本标准由生态环境部解释。

土壤和沉积物 11种三嗪类农药的测定 高效液相色谱法

警告：实验中所用的有机溶剂及标准物质均为有毒有害物质，溶液配制和样品前处理过程应在通风橱中进行操作，并按规定佩戴防护器具，避免吸入、接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中 11 种三嗪类农药的高效液相色谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中西玛津、莠去通、西草净、阿特拉津、仲丁通、扑灭通、莠灭净、扑灭津、特丁津、扑草净和去草净 11 种三嗪类农药的测定。

当样品量为 10 g，定容体积为 1.0 ml，进样体积为 10 μ l 时，11 种三嗪类农药的方法检出限为 0.02~0.08 mg/kg，测定下限为 0.08~0.32 mg/kg。详见附录 A。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分：样品采集、贮存与运输

GB 17378.5 海洋监测规范 第 5 部分：沉积物分析

HJ 494 水质 采样技术指导

HJ 495 水质 采样方案设计技术规定

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

HJ 783 土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

3 方法原理

以丙酮-二氯甲烷为提取剂，用索氏提取或加压流体萃取法提取土壤或沉积物中的三嗪类农药，提取液经固相萃取净化、浓缩、定容后用高效液相色谱分离，紫外检测器检测，以保留时间定性，外标法定量。

4 干扰和消除

多环芳烃、邻苯二甲酸酯类和酚类等有机化合物对测定可能产生干扰，可通过色谱分离或固相萃取净化等方式消除。

5 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂。实验用水为新制备的超纯水或蒸馏水。

5.1 丙酮 (C_3H_6O): 农残级。

5.2 二氯甲烷 (CH_2Cl_2): 农残级。

5.3 正己烷 (C_6H_{14}): 农残级。

5.4 乙腈 (C_2H_3N): 液相色谱级。

5.5 丙酮-二氯甲烷混合溶剂: 1+1。

用丙酮(5.1)和二氯甲烷(5.2)按1:1体积比混合。

5.6 丙酮-正己烷混合溶剂: 1+9。

用丙酮(5.1)和正己烷(5.3)按1:9体积比混合。

5.7 三嗪类农药标准贮备液: $\rho=1\ 000\ mg/L$ 。

可直接购买市售有证标准溶液,按照标准溶液证书要求进行保存,使用时应恢复至室温并摇匀。

5.8 三嗪类农药标准使用液: $\rho=10.0\sim 100\ mg/L$ 。

用乙腈(5.4)稀释标准贮备液(5.7),配制成浓度为10.0~100 mg/L的标准使用液,于4℃以下避光、冷藏,保存时间为60 d。

5.9 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)。

使用前置于马弗炉中450℃烘烤4 h,冷却后装入磨口玻璃瓶中密封,于干燥器中保存。

5.10 硅藻土: 粒径150~250 μm (100~60目)。

使用前置于马弗炉中450℃烘烤4 h,冷却后装入磨口玻璃瓶中密封,于干燥器中保存。

5.11 石英砂: 粒径150~250 μm (100~60目)。

使用前置于马弗炉中450℃烘烤4 h,冷却后装入磨口玻璃瓶中密封,于干燥器中保存。

5.12 固相萃取柱。

市售硅酸镁、硅胶、氨基或其他等效固相萃取柱,1 000 mg/6 ml或更大容量规格。

5.13 玻璃棉或玻璃纤维滤膜。

使用前用丙酮-二氯甲烷混合溶剂(5.5)浸洗,待溶剂挥发干后,置于磨口玻璃瓶中密封保存。

5.14 索氏提取套筒: 玻璃纤维或天然纤维材质套筒。

玻璃纤维套筒使用前置于马弗炉中450℃烘烤4 h,冷却后置于磨口玻璃瓶中密封保存;天然纤维材质套筒使用前用丙酮-二氯甲烷混合溶剂(5.5)浸洗,待溶剂挥发干后,置于磨口玻璃瓶中密封保存。

5.15 氮气: 纯度 $\geq 99.99\%$ 。

6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱仪: 具有梯度洗脱功能,柱温箱温度可控,配备紫外检测器或二极管阵列检测器。

- 6.2 色谱柱：填料为十八烷基硅烷键合硅胶，粒径 5 μm，柱长 250 mm，内径 4.6 mm 的色谱柱或其他等效色谱柱。
- 6.3 提取装置：索氏提取装置或加压流体萃取仪。
- 6.4 浓缩装置：旋转蒸发器、氮吹仪或其他同等性能的浓缩设备。
- 6.5 固相萃取装置。
- 6.6 冷冻干燥仪。
- 6.7 棕色玻璃瓶：250 ml。
- 6.8 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集和保存

按照 HJ/T 166 的相关规定进行土壤样品的采集和保存；按照 GB 17378.3、GB 17378.5、HJ 494、HJ 495 和 HJ/T 91 的相关规定进行沉积物样品的采集和保存。

样品应于洁净的棕色玻璃瓶（6.7）中保存，运输过程中应避光、密封、冷藏。如暂不能分析，土壤样品应在 4℃ 以下冷藏、避光保存，保存时间为 5 d（其中西玛津、西草净、阿特拉津、仲丁通、扑灭津和去草净保存时间为 15 d）；沉积物样品应冷冻、密封、避光保存，保存时间为 8 d。样品提取液（7.4.1）在 4℃ 以下冷藏、密封、避光保存，保存时间为 60 d。

7.2 样品的制备

将样品置于不锈钢盘或聚四氟乙烯盘中，除去枝棒、叶片、石子等异物，混匀，并按照 HJ/T 166 的要求进行样品缩分，可采用冷冻干燥或干燥剂两种方式脱水。

冷冻干燥法：取适量混匀后样品，放入冷冻干燥仪（6.6）中干燥脱水。干燥后的样品需研磨、混匀。称取 10 g（精确到 0.01 g）样品进行提取。

干燥剂法：称取 10 g（精确到 0.01 g）新鲜样品，索氏提取法加入适量无水硫酸钠（5.9）、加压流体萃取法加入适量硅藻土（5.10），研磨成流沙状，全部转移至提取装置中，待提取。

7.3 水分的测定

在称取提取样品时，另称取一份样品进行水分的测定。土壤干物质含量的测定按照 HJ 613 的要求进行，沉积物含水率的测定按照 GB 17378.5 的要求进行。

7.4 试样的制备

7.4.1 提取

以丙酮-二氯甲烷混合溶剂（5.5）为提取剂，用索氏提取法或加压流体萃取法提取。

索氏提取法：将全部样品（7.2）小心转入索氏提取套筒（5.14）内，将套筒置于索氏提取器回流管中，在底瓶中加入 200 ml 丙酮-二氯甲烷混合溶剂（5.5）回流提取 24 h，回流速度控制在 3~4 次/h，收集提取液。

加压流体萃取法：按照 HJ 783 进行样品（7.2）装填，静态萃取 3 次后收集提取液。萃取参考条件：载气压力 0.8 MPa、加热温度 100℃、萃取压力 1.034×10^7 Pa（1500 psi）、预加热平衡 5 min、静态萃取 5 min、溶剂淋洗 60% 池体积、氮气吹扫 60 s。

注：若经过验证也可使用其他等效提取方法。

7.4.2 过滤和脱水

在玻璃漏斗内垫一层玻璃棉或玻璃纤维滤膜（5.13），加上适量无水硫酸钠（5.9），将提取液过滤到浓缩容器中。再用 2~3 ml 丙酮-二氯甲烷混合溶剂（5.5）洗涤提取容器并冲洗漏斗，一并收集到浓缩容器中。

7.4.3 浓缩

将提取液（7.4.2）浓缩至约 0.5 ml，加入约 5 ml 正己烷（5.3）并浓缩至约 1 ml，将溶剂完全转换为正己烷，待净化。

7.4.4 净化

将固相萃取柱（5.12）固定在固相萃取装置（6.5）上。依次用 5 ml 丙酮（5.1）和 10 ml 正己烷（5.3）活化萃取柱，保持柱头浸润。在溶剂流干之前，将浓缩后的约 1 ml 提取液（7.4.3）转入柱内，开始收集流出液，用 3 ml 正己烷（5.3）分 3 次洗涤浓缩容器，洗液全部移入柱内，用 10 ml 丙酮-正己烷混合溶剂（5.6）进行洗脱，收集全部洗脱液。

7.4.5 浓缩定容

将净化后的洗脱液（7.4.4）浓缩至约 0.5 ml，加入约 3 ml 乙腈（5.4），再浓缩至约 0.5 ml，将溶剂完全转换为乙腈，并用乙腈（5.4）定容至 1.0 ml 待测。

7.5 空白试样的制备

用石英砂（5.11）代替实际样品，按照与试样的制备（7.4）相同步骤进行空白试样制备。

8 分析步骤

8.1 仪器参考条件

流动相：A 为水，B 为乙腈（5.4），梯度洗脱参考程序见表 1；流速：1.0 ml/min；柱温：30℃；进样量：10 μ l；检测波长：222 nm，辅助定性波长：231 nm。

表 1 梯度洗脱参考程序

时间（min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	75	25
20	75	25
30	65	35
40	50	50

续表

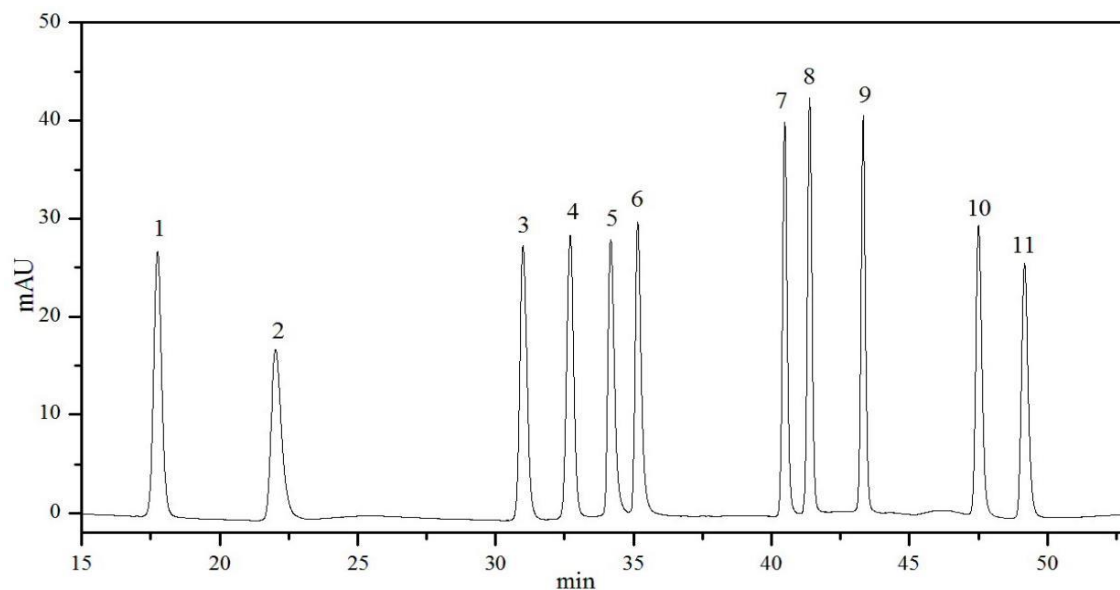
时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
50	50	50
51	0	100
57	0	100
60	75	25

8.2 标准曲线的建立

取一定量三嗪类农药标准使用液 (5.8), 用乙腈 (5.4) 稀释, 配制至少 5 个浓度点的标准系列, 目标化合物质量浓度分别为 1.00 mg/L、10.0 mg/L、25.0 mg/L、50.0 mg/L、100 mg/L, 贮存于棕色进样瓶中, 待测。按照仪器参考条件 (8.1), 从低浓度到高浓度依次进样分析, 以标准系列溶液中目标化合物浓度为横坐标, 以其对应峰面积 (峰高) 为纵坐标, 建立标准曲线。

8.3 标准样品色谱图

图 1 为 11 种三嗪类农药参考色谱图。



1—西玛津; 2—莠去通; 3—西草净; 4—阿特拉津; 5—仲丁通; 6—扑灭通;
7—莠灭净; 8—扑灭津; 9—特丁津; 10—扑草净; 11—去草净

图 1 11 种三嗪类农药标准样品参考色谱图 ($\rho=5.00$ mg/L)

8.4 试样测定

按照与标准曲线 (8.2) 相同仪器条件进行试样 (7.4) 的测定。若试样中目标化合物浓度超出标准曲线范围, 样品需要重新提取, 分取适量提取液后按步骤 7.4.2~7.4.5 重新处理后测定。

8.5 空白试验

按照与试样测定（8.4）相同的条件进行空白试样（7.5）的测定。

9 结果计算与表示

9.1 定性分析

以目标化合物的保留时间定性，必要时可采用标准样品加入法、不同波长下的吸收比、紫外光谱图扫描等方法辅助定性。

9.2 结果计算

土壤样品中三嗪类农药的质量浓度按式（1）计算：

$$w_i = \frac{\rho_i \times V_i \times V_0}{m_i \times w_{dm} \times V} \quad (1)$$

式中： w_i ——样品中目标化合物 i 的质量浓度，mg/kg；

ρ_i ——由标准曲线所得试样中目标化合物 i 的质量浓度，mg/L；

V_i ——试样定容体积，ml；

m_i ——样品量，g；

w_{dm} ——样品的干物质含量，%；

V_0 ——总提取液体积，ml；

V ——分析时所用提取液体积，ml。

沉积物样品中三嗪类农药的质量浓度按式（2）计算：

$$w_j = \frac{\rho_j \times V_j \times V_0}{m_j \times (1 - w_{H_2O}) \times V} \quad (2)$$

式中： w_j ——样品中目标化合物 j 的质量浓度，mg/kg；

ρ_j ——由标准曲线所得试样中目标化合物 j 的质量浓度，mg/L；

V_j ——试样定容体积，ml；

m_j ——样品量，g；

w_{H_2O} ——样品的含水率，%；

V_0 ——总提取液体积，ml；

V ——分析时所用提取液体积，ml。

9.3 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致，最多保留 3 位有效数字。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

六家实验室对含量为 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的石英砂加标样品进行了 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.5%~17%、7.3%~17%、2.2%~4.9%；实验室间相对标准偏差分别为 2.4%~9.7%、10%~14%、4.3%~5.8%；重复性限范围分别为 0.03~0.13 mg/kg、0.40~0.63 mg/kg、0.47~0.70 mg/kg；再现性限范围分别为 0.05~0.17 mg/kg、0.40~0.63 mg/kg、0.49~0.95 mg/kg。

六家实验室对含量为 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的砂土、壤土和黏土加标样品进行了 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.9%~15%、8.7%~21%、1.7%~16%；实验室间相对标准偏差分别为 2.9%~9.0%、13%~19%、5.0%~6.9%；重复性限范围分别为 0.03~0.11 mg/kg、0.53~0.73 mg/kg、0.69~1.1 mg/kg；再现性限范围分别为 0.07~0.18 mg/kg、0.53~0.73 mg/kg、0.71~1.2 mg/kg。

六家实验室对含量为 2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的湖库型沉积物和河流型沉积物加标样品进行了 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 4.1%~17%和 4.4%~11%；实验室间相对标准偏差分别为 9.9%~13%和 5.7%~8.5%；重复性限范围分别为 0.38~0.55 mg/kg 和 0.94~1.4 mg/kg；再现性限范围分别为 0.41~0.55 mg/kg 和 0.94~1.4 mg/kg。

10.2 准确度

六家实验室对含量为 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的石英砂加标样品进行了 6 次重复测定。加标回收率平均值分别为：70%~81%、64%~78%、74%~80%；加标回收率最终值分别为：70% \pm 6%~81% \pm 12%、64% \pm 4%~78% \pm 6%、74% \pm 4%~80% \pm 4%。

六家实验室对含量为 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的砂土、壤土和黏土加标样品进行了 6 次重复测定。加标回收率平均值分别为：71%~81%、62%~72%、62%~82%；加标回收率最终值分别为：71% \pm 6%~81% \pm 12%、62% \pm 4%~72% \pm 2%、62% \pm 6%~82% \pm 4%。

六家实验室对含量为 2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的湖库型沉积物和河流型沉积物加标样品进行了 6 次重复测定。加标回收率平均值分别为 63%~74%和 66%~72%；加标回收率最终值分别为 63% \pm 8%~74% \pm 6%和 66% \pm 2%~72% \pm 6%。

精密度和准确度结果统计参见附录 B。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

每批样品（不超过 20 个）至少分析 2 个实验室空白样品，其目标化合物的测定值不得高于方法检出限。否则，应检查试剂空白、仪器系统以及前处理过程。

11.2 校准

标准曲线的相关系数应 \geq 0.995。

每批样品（不超过 20 个）需用标准曲线的中间浓度点进行 1 次校准。校准的相对误差应在 $\pm 15\%$ 之内，否则应重新建立标准曲线。

11.3 平行样品

每批样品（不超过 20 个）应至少分析 1 对平行样品。平行双样测定结果的相对偏差应 $\leq 30\%$ 。

11.4 基体加标

每批样品（不超过 20 个）应至少分析 1 个基体加标样品，各组分的加标回收率应在 $50\% \sim 120\%$ 之间。

12 废物处理

实验中产生的所有废液和废物应分类收集，置于密闭容器中集中保管，粘贴明显标识，委托有资质的单位处置。

附录 A
(规范性附录)
方法的检出限和测定下限

样品量为 10 g，定容体积为 1.0 ml，进样体积为 10 μ l 时，11 种三嗪类农药的方法检出限、测定下限见表 A.1。

表 A.1 方法检出限和测定下限

序号	化合物名称	CAS 号	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
1	西玛津	122-34-9	0.02	0.08
2	莠去通	1610-17-9	0.08	0.32
3	西草净	1014-70-6	0.03	0.12
4	阿特拉津	1912-24-9	0.03	0.12
5	仲丁通	26259-45-0	0.05	0.20
6	扑灭通	1610-18-0	0.04	0.16
7	莠灭净	834-12-8	0.05	0.20
8	扑灭津	139-40-2	0.05	0.20
9	特丁津	5915-41-3	0.08	0.32
10	扑草净	7287-19-6	0.03	0.12
11	去草净	886-50-0	0.04	0.16

附录 B
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

表 B.1 和表 B.2 中列出了方法的精密度和准确度。

表 B.1 方法的精密度汇总表

化合物	样品类型	加标量 (mg/kg)	平均值 (mg/kg)	实验室内 标准偏差 (%)	实验室间 标准偏差 (%)	重复 性限 (mg/kg)	再现 性限 (mg/kg)
西玛津	石英砂	0.50	0.39	2.9~4.2	3.5	0.04	0.08
		2.00	1.41	7.3~11	10	0.40	0.40
		8.00	6.22	2.3~3.2	4.3	0.47	0.49
	砂土	0.50	0.40	1.9~4.5	3.1	0.04	0.07
	壤土	2.00	1.37	14~21	19	0.73	0.73
	黏土	8.00	6.52	3.8~14	5.1	0.84	0.84
	湖库型 沉积物	2.00	1.40	10~12	12	0.45	0.45
	河流型 沉积物	8.00	5.84	4.4~6.6	5.7	0.94	0.94
莠去通	石英砂	0.50	0.39	3.2~11	6.5	0.08	0.17
		2.00	1.43	9.6~15	13	0.51	0.51
		8.00	6.08	3.9~4.9	5.7	0.70	0.95
	砂土	0.50	0.41	3.2~15	9.0	0.11	0.18
	壤土	2.00	1.27	8.7~21	18	0.64	0.64
	黏土	8.00	5.37	4.1~8.7	6.6	0.89	0.97
	湖库型 沉积物	2.00	1.31	4.1~13	9.9	0.38	0.41
	河流型 沉积物	8.00	5.75	5.9~9.4	7.4	1.2	1.2
西草净	石英砂	0.50	0.37	1.5~3.6	2.4	0.03	0.09
		2.00	1.51	12~16	13	0.55	0.55
		8.00	6.43	3.4~4.0	5.5	0.66	0.66
	砂土	0.50	0.37	2.0~5.1	2.9	0.03	0.09
	壤土	2.00	1.38	14~17	16	0.62	0.62
	黏土	8.00	5.16	5.3~14	6.6	0.82	0.92
	湖库型 沉积物	2.00	1.36	9.0~14	12	0.48	0.49
	河流型 沉积物	8.00	5.90	6.3~8.9	7.5	1.2	1.2

续表

化合物	样品类型	加标量 (mg/kg)	平均值 (mg/kg)	实验室内 标准偏差 (%)	实验室间 标准偏差 (%)	重复 性限 (mg/kg)	再现 性限 (mg/kg)
阿特 拉 津	石英砂	0.50	0.40	2.3~5.0	3.8	0.04	0.07
		2.00	1.51	10~11	10	0.43	0.43
		8.00	6.48	2.9~4.0	4.5	0.59	0.59
	砂土	0.50	0.40	1.9~6.9	4.3	0.05	0.07
	壤土	2.00	1.45	15~17	16	0.66	0.66
	黏土	8.00	6.85	2.4~15	5.1	0.76	0.93
	湖库型 沉积物	2.00	1.44	8.7~11	10	0.43	0.43
	河流型 沉积物	8.00	6.06	6.2~7.9	6.9	1.2	1.2
仲 丁 通	石英砂	0.50	0.43	3.0~9.3	6.3	0.08	0.11
		2.00	1.56	11~14	12	0.53	0.53
		8.00	6.33	3.6~4.3	5.8	0.68	0.68
	砂土	0.50	0.42	2.7~14	7.5	0.10	0.13
	壤土	2.00	1.36	13~18	16	0.62	0.62
	黏土	8.00	6.02	4.6~13	6.9	1.1	1.2
	湖库型 沉积物	2.00	1.37	11~12	11	0.44	0.44
	河流型 沉积物	8.00	5.86	4.7~9.0	7.2	1.2	1.2
扑 灭 通	石英砂	0.50	0.39	2.5~11	4.3	0.06	0.12
		2.00	1.56	11~13	12	0.52	0.52
		8.00	6.37	3.3~3.9	5.0	0.62	0.63
	砂土	0.50	0.40	2.7~6.3	4.2	0.05	0.12
	壤土	2.00	1.41	13~17	15	0.59	0.59
	黏土	8.00	6.33	3.4~13	5.8	0.81	0.82
	湖库型 沉积物	2.00	1.43	8.7~12	10	0.42	0.47
	河流型 沉积物	8.00	5.87	6.6~9.0	7.2	1.2	1.2
莠 灭 净	石英砂	0.50	0.39	3.4~6.9	4.4	0.05	0.05
		2.00	1.59	12~15	13	0.58	0.58
		8.00	6.55	3.2~3.7	5.1	0.64	0.64
	砂土	0.50	0.41	3.0~9.0	5.6	0.07	0.08
	壤土	2.00	1.46	12~15	14	0.57	0.57

续表

化合物	样品类型	加标量 (mg/kg)	平均值 (mg/kg)	实验室内 标准偏差 (%)	实验室间 标准偏差 (%)	重复 性限 (mg/kg)	再现 性限 (mg/kg)
莠 灭 净	黏土	8.00	6.46	3.3~12	6.0	0.86	0.96
	湖库型 沉积物	2.00	1.42	11~12	12	0.46	0.46
	河流型 沉积物	8.00	6.00	6.4~8.4	7.4	1.2	1.2
扑 灭 津	石英砂	0.50	0.42	2.8~17	9.7	0.13	0.16
		2.00	1.57	11~15	12	0.53	0.53
		8.00	6.73	2.2~4.5	4.4	0.63	0.63
	砂土	0.50	0.41	2.8~13	8.4	0.11	0.15
	壤土	2.00	1.50	15~20	17	0.70	0.70
	黏土	8.00	7.01	1.7~15	5.0	0.69	0.71
	湖库型 沉积物	2.00	1.52	9.9~17	12	0.54	0.54
河流型 沉积物	8.00	6.22	6.5~7.7	7.1	1.2	1.2	
特 丁 津	石英砂	0.50	0.41	3.1~12	5.6	0.07	0.08
		2.00	1.59	11~12	12	0.51	0.51
		8.00	6.64	2.5~3.6	4.8	0.56	0.64
	砂土	0.50	0.40	3.6~8.3	5.4	0.06	0.07
	壤土	2.00	1.50	15~20	16	0.68	0.68
	黏土	8.00	7.02	1.9~16	5.7	0.81	0.87
	湖库型 沉积物	2.00	1.48	10~15	12	0.50	0.50
河流型 沉积物	8.00	6.19	7.0~9.0	7.9	1.4	1.4	
扑 草 净	石英砂	0.50	0.38	1.7~3.5	2.7	0.03	0.08
		2.00	1.62	12~15	14	0.61	0.61
		8.00	6.48	3.2~3.8	5.6	0.63	0.63
	砂土	0.50	0.38	2.2~5.7	3.9	0.04	0.09
	壤土	2.00	1.45	13~14	14	0.56	0.56
	黏土	8.00	6.50	3.8~13	6.6	0.90	0.90
	湖库型 沉积物	2.00	1.47	11~16	13	0.55	0.55
河流型 沉积物	8.00	5.99	7.0~11	8.5	1.4	1.4	

续表

化合物	样品类型	加标量 (mg/kg)	平均值 (mg/kg)	实验室内 标准偏差 (%)	实验室间 标准偏差 (%)	重复 性限 (mg/kg)	再现 性限 (mg/kg)
去 草 净	石英砂	0.50	0.40	1.9~10	5.1	0.07	0.10
		2.00	1.62	12~17	14	0.63	0.63
		8.00	6.50	3.2~4.4	5.5	0.66	0.66
	砂土	0.50	0.41	1.9~8.7	4.3	0.06	0.10
	壤土	2.00	1.48	12~14	13	0.53	0.53
	黏土	8.00	6.53	3.6~12	6.4	0.90	0.90
	湖库型 沉积物	2.00	1.45	9.6~12	11	0.44	0.44
	河流型 沉积物	8.00	5.99	6.6~10	8.0	1.4	1.4

表 B.2 方法的准确度汇总表

化合物	样品类型	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 平均值 (%)	标准偏差 (%)	加标回收率最 终值 (%)
西玛津	石英砂	0.50	74	3	74±6
		2.00	64	2	64±4
		8.00	74	2	74±4
	砂土	0.50	77	3	77±6
	壤土	2.00	66	2	66±4
	黏土	8.00	78	1	78±2
	湖库型沉积物	2.00	68	3	68±6
	河流型沉积物	8.00	66	1	66±2
莠去通	石英砂	0.50	75	6	75±12
		2.00	70	3	70±6
		8.00	76	2	76±4
	砂土	0.50	77	7	77±14
	壤土	2.00	62	2	62±4
	黏土	8.00	65	3	65±6
	湖库型沉积物	2.00	63	4	63±8
	河流型沉积物	8.00	70	3	70±6
西草净	石英砂	0.50	70	3	70±6
		2.00	73	2	73±4
		8.00	79	2	79±4
	砂土	0.50	71	3	71±6
	壤土	2.00	67	1	67±2
	黏土	8.00	62	3	62±6
	湖库型沉积物	2.00	65	4	65±8
	河流型沉积物	8.00	71	1	71±2
阿特拉津	石英砂	0.50	75	3	75±6
		2.00	68	2	68±4
		8.00	77	2	77±4
	砂土	0.50	76	3	76±6
	壤土	2.00	70	1	70±2
	黏土	8.00	82	2	82±4
	湖库型沉积物	2.00	71	3	71±6
	河流型沉积物	8.00	69	1	69±2
仲丁通	石英砂	0.50	81	6	81±12
		2.00	77	5	77±10
		8.00	78	2	78±4
	砂土	0.50	81	4	81±8

续表

化合物	样品类型	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 平均值 (%)	标准偏差 (%)	加标回收率最 终值 (%)
仲丁通	壤土	2.00	66	2	66±4
	黏土	8.00	72	2	72±4
	湖库型沉积物	2.00	66	3	66±6
	河流型沉积物	8.00	71	2	71±4
扑灭通	石英砂	0.50	75	5	75±10
		2.00	74	3	74±6
		8.00	79	2	79±4
	砂土	0.50	76	5	76±10
	壤土	2.00	69	3	69±6
	黏土	8.00	76	2	76±4
	湖库型沉积物	2.00	69	4	69±8
	河流型沉积物	8.00	71	3	71±6
莠灭净	石英砂	0.50	77	1	77±2
		2.00	76	1	76±2
		8.00	80	2	80±4
	砂土	0.50	79	3	79±6
	壤土	2.00	71	1	71±2
	黏土	8.00	77	2	77±4
	湖库型沉积物	2.00	69	3	69±6
	河流型沉积物	8.00	72	2	72±4
扑灭津	石英砂	0.50	80	7	80±14
		2.00	70	1	70±2
		8.00	80	1	80±2
	砂土	0.50	81	6	81±12
	壤土	2.00	71	2	71±4
	黏土	8.00	82	1	82±2
	湖库型沉积物	2.00	74	3	74±6
	河流型沉积物	8.00	70	1	70±2
特丁津	石英砂	0.50	78	3	78±6
		2.00	72	2	72±4
		8.00	78	4	78±8
	砂土	0.50	80	3	80±6
	壤土	2.00	72	1	72±2
	黏土	8.00	82	2	82±4
	湖库型沉积物	2.00	72	6	72±12
	河流型沉积物	8.00	69	3	69±6

续表

化合物	样品类型	加标水平 (mg/kg)	加标回收率 平均值 (%)	标准偏差 (%)	加标回收率最 终值 (%)	
扑草净	石英砂	0.50	73	3	73±6	
		2.00	77	3	77±6	
		8.00	80	2	80±4	
	砂土	0.50	73	2	73±4	
		壤土	2.00	71	2	71±4
	黏土	8.00	78	2	78±4	
		湖库型沉积物	2.00	71	4	71±8
		河流型沉积物	8.00	71	3	71±6
去草净	石英砂	0.50	76	6	76±12	
		2.00	78	3	78±6	
		8.00	80	2	80±4	
	砂土	0.50	78	6	78±12	
		壤土	2.00	71	2	71±4
	黏土	8.00	78	1	78±2	
		湖库型沉积物	2.00	69	3	69±6
		河流型沉积物	8.00	72	3	72±6