



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□-201□

水质 有机氯农药和氯苯类化合物
的测定 气相色谱-质谱法

Water quality-Determination of organochlorine pesticides and
chlorobenzenes- Gas chromatography mass spectrometry

（征求意见稿）

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

前 言	II
1 适用范围.....	1
2 方法原理.....	1
3 试剂和材料.....	1
4 仪器和设备.....	2
5 样品.....	2
6 分析步骤.....	3
7 结果计算与表示.....	5
8 精密度和准确度.....	6
9 质量保证和质量控制.....	6
10 废物处理.....	7
附录A（规范性附录）方法检出限和测定下限	8
附录B（资料性附录）目标物的保留时间和特征离子	10
附录C（资料性附录）方法精密度和准确度	12

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中有机氯农药和氯苯类化合物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定水中有机氯农药和氯苯类化合物的气相色谱-质谱法。

本标准首次发布。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：泰州市环境监测中心站。

本标准验证单位：江苏省环境监测中心、湖南省环境监测中心站、南京市环境监测中心站、无锡市环境监测中心站、苏州市环境监测中心站和常州市环境监测中心站。

本标准环境保护部 201□年□□月□□日批准。

本标准自 201□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 有机氯农药和氯苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法

警告：试验中所使用的试剂和标准溶液为易挥发的有毒化合物，配制过程应在通风柜中进行操作；应按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣服。

1 适用范围

本标准规定了测定水中有机氯农药和氯苯类化合物的气相色谱-质谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水、海水中有机氯农药和氯苯类化合物的测定。

本方法测定的目标物及其方法检出限和测定下限，见附录 A。

2 方法原理

采用液液萃取或固相萃取方法，萃取样品中有机氯农药和氯苯类化合物，萃取液经脱水、浓缩、净化、定容后经气相色谱质谱仪分离、检测。根据保留时间、碎片离子质荷比及不同离子丰度比定性，内标法定量。

3 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和蒸馏水。

3.1 正己烷：农残级。

3.2 二氯甲烷：农残级。

3.3 甲醇：农残级。

3.4 乙酸乙酯：农残级。

3.5 丙酮：农残级。

3.6 盐酸溶液：1+1。

3.7 氯化钠

使用前在箱式电炉中 $400^{\circ}\text{C}\pm 20^{\circ}\text{C}$ 灼烧 2h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器中保存。

3.8 无水硫酸钠

使用前在箱式电炉中 $400^{\circ}\text{C}\pm 20^{\circ}\text{C}$ 灼烧 4h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器中保存。

3.9 有机氯农药标准溶液： $\rho=10.0\text{mg/L}$ ，市售。

3.10 氯苯类化合物标准溶液： $\rho=10.0\text{mg/L}$ ，市售。

3.11 内标贮备液（氘代 1,4-二氯苯、氘代菲、氘代屈）： $\rho=4000\text{mg/L}$ ，市售。

3.12 内标使用液： $\rho=40.0\text{mg/L}$

用微量注射器移取 100.0 μl 内标化合物标准溶液(3.11)至 10ml 容量瓶中，用正己烷(3.1)定容，混匀。

3.13 替代物标准溶液（四氯间二甲苯、十氯联苯）： $\rho=10.0\text{mg/L}$ ，市售。

3.14 十氟三苯基磷（DFTPP）溶液： $\rho=1000.0\text{mg/L}$

3.15 十氟三苯基磷使用液

用微量注射器移取 500.0 μl 十氟三苯基磷溶液（3.14）至 10ml 容量瓶中，用正己烷（3.1）定容至标线，混匀。

标准溶液使用后应密封，置于暗处 4℃ 以下保存。使用前应与初始校准曲线响应值进行对比，若偏差大于等于 10%，应重新选择标准溶液。

3.16 固相萃取小柱：填料为 C_{18} ，500mg。

3.17 载气：氦气，纯度 $\geq 99.999\%$ 。

3.18 氮气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱-质谱仪。

4.2 色谱柱：石英毛细柱，长 30m，内径 0.25mm，膜厚 0.25 μm ，固定相为 35%苯基甲基聚硅氧烷。

4.3 固相萃取装置。

4.4 氮吹浓缩仪：或旋转蒸发仪、K-D 浓缩器等性能相当的浓缩装置。

4.5 振荡器。

4.6 箱式电炉。

4.7 分液漏斗：250ml。

4.8 佛罗里（Florisorb）硅土柱：500mg，粒径 40 μm ，市售。使用前于 130℃ 下活化过夜。

4.9 干燥柱：长 250mm，内径 10mm，玻璃活塞不涂润滑油的玻璃柱。在柱的下端，放入少量玻璃毛或玻璃纤维滤纸，加入 10g 无水硫酸钠（3.8）。或其他类似的干燥设备。

4.10 浓缩管：具刻度，体积 $\geq 20.0\text{ml}$ 。

4.11 微量注射器：10 μl 、50 μl 、100 μl 、250 μl 。

4.12 硅胶：粒径 63 μm -200 μm ，市售。

4.13 一般实验室常用仪器和设备。

5 样品

5.1 样品的采集和保存

用具有玻璃塞的棕色磨口瓶或具有聚四氟乙烯衬垫的棕色螺口玻璃瓶采集样品。样品采集后立即用盐酸溶液（3.6）调节 pH 至 5~7.5（如果需测定硫丹，应调节 pH<2），4℃ 下保存，24h 内完成萃取。

5.2 试样的制备

5.2.1 液液萃取

5.2.1.1 量取 100ml 水样至 250ml 分液漏斗中，加入 20.0 μl 替代物标准溶液（3.13），混匀。

5.2.1.2 加入 10g 氯化钠（3.7），振荡至完全溶解后，加入 15ml 正己烷（3.1），手动振荡放气，置于振荡器上剧烈振荡 15min，静置 15min 分层；弃去下层水相，萃取液经干燥柱脱水干燥，用少量正己烷（3.1）洗涤分液漏斗两次，将洗涤液一并过干燥柱脱水，收集至浓缩管中，浓缩至小于 4ml。

注 1: 对于成分比较复杂的生活污水、工业废水, 如果萃取过程中乳化现象严重, 宜采用机械手段完成两相分离, 包括搅动、离心、用玻璃棉过滤等方法破乳, 也可采用冷冻的方法破乳。

5.2.1.3 净化

(1) Florisil 硅藻土净化: 用 4ml 正己烷 (3.1) 浸润 Florisil 硅藻土, 用洗耳球将其压实, 排出气泡; 再用 4ml 正己烷 (3.1) 活化佛罗里硅土柱, 在液面完全消失前, 将上述浓缩液转移至小柱上, 开始收集流出液, 用约 2ml 正己烷洗涤浓缩管, 洗涤液一并上柱, 再用 4ml 丙酮/正己烷 (1:1) 洗脱, 收集所有洗脱液。

(2) 硅胶净化: 用 4ml 正己烷 (3.1) 浸润硅胶, 用洗耳球将其压实, 排出气泡; 再用 4ml 正己烷 (3.1) 浸润硅胶柱, 在液面完全消失前, 将上述浓缩液转移至小柱上, 开始收集流出液, 用约 2ml 正己烷洗涤浓缩管, 洗涤液一并上柱, 再用 4ml 丙酮/正己烷 (1:1) 洗脱, 收集所有洗脱液。

注 2: 对于较为清洁的地下水、地表水、海水样品, 可省略净化步骤。

5.2.1.4 定容: 将洗脱液浓缩至小于 1ml, 加入 5.0 μ l 内标使用液 (3.12), 用正己烷 (3.1) 定容至 1.0ml, 混匀, 移入自动进样小瓶, 待测。

5.2.2 固相萃取

5.2.2.1 量取 200ml 水样, 加入 20ml 甲醇 (3.3), 加入 20.0 μ l 替代物标准溶液 (3.13), 混匀。

5.2.2.2 活化: 依次用 5ml 乙酸乙酯 (3.4)、5ml 甲醇 (3.3) 和 10ml 水, 活化固相萃取小柱, 流速为 5ml/min。

注 3: 活化过程中, 应避免固相萃取小柱填料上方的液面被抽干, 否则需重新活化。

5.2.2.3 上样: 使水样以 10ml/min 的流速通过固相萃取小柱, 上样完毕后, 用 10ml 水淋洗固相萃取小柱, 然后用高纯氮气 (3.17) (流速为 40ml/min) 干燥固相萃取小柱, 持续 10min。

5.2.2.4 洗脱: 依次用 2.5ml 乙酸乙酯 (3.4)、5ml 二氯甲烷 (3.2) 洗脱固相萃取小柱, 流速为 5ml/min, 收集洗脱液至浓缩管中。

5.2.2.5 干燥、溶剂转换: 将洗脱液通过干燥柱, 用少量二氯甲烷 (3.2) 洗涤浓缩管 2~3 次, 将洗涤液一并过干燥柱脱水。收集所有脱水后的洗脱液至浓缩管中, 浓缩至近干, 用 4ml 正己烷 (3.1) 溶解。

5.2.2.6 净化、定容: 操作步骤参见 5.2.1.3 和 5.2.1.4。

注 4: 对于较为清洁的地下水、地表水、海水样品, 可省略净化步骤。

6 分析步骤

6.1 仪器参考条件

6.1.1 气相色谱参考条件

进样口温度: 250 $^{\circ}$ C, 不分流进样。

柱箱温度: 初始温度 80 $^{\circ}$ C, 保持 1min, 以 20 $^{\circ}$ C/min 的速率升至 150 $^{\circ}$ C, 以 5 $^{\circ}$ C/min 的速率升至 300 $^{\circ}$ C, 保持 5min。

柱流量 1.0ml/min。

6.1.2 质谱参考条件

传输线温度：300℃。

离子源温度：300℃。

电离方式：EI 源。

离子源电子能量：70eV。

质量范围：45-550amu。

数据采集方式：全扫描（SCAN）和选择离子扫描（SIM）。

6.2 校准

6.2.1 仪器性能检查

仪器使用前用全氟三丁胺对质谱仪质量数、分辨率和灵敏度进行调谐。样品分析前以及每运行 12h 需注入 1.0μl 十氟三苯基磷（DFTPP）溶液（3.15），对仪器整个系统进行检查，所得质量离子的丰度应满足表 1 的要求。

表 1 DFTPP 关键离子及离子丰度评价

质量离子 m/z	丰度评价	质量离子 m/z	丰度评价
51	强度为 198 碎片的 30-60%	199	强度为 198 碎片的 5-9%
68	强度小于 69 碎片的 2%	275	强度为 198 碎片的 10-30%
70	强度小于 69 碎片的 2%	365	强度大于 198 碎片的 1%
127	强度为 198 碎片的 40-60%	441	存在但不超过 443 碎片的强度
197	强度小于 198 碎片的<1%	442	强度大于 198 碎片的 40%
198	基峰，相对强度 100%	443	强度为 442 碎片的 17-23%

6.2.2 校准曲线的绘制

配制有机氯农药和氯苯类化合物、替代物的标准溶液系列，标准系列浓度分别为：50.0μg/L、100.0μg/L、200.0μg/L、500.0μg/L、1000.0μg/L；分别加入内标使用液（3.12），使其浓度均为 200.0μg/L。按照仪器参考条件（6.1）进行分析，得到不同浓度各目标化合物的质谱图。以目标化合物浓度与内标化合物浓度的比值为横坐标，以目标化合物定量离子的响应值与内标化合物定量离子响应值的比值为纵坐标，绘制标准曲线。

有机氯农药、氯苯类化合物标准物质的选择离子扫描总离子流图，见图 1。

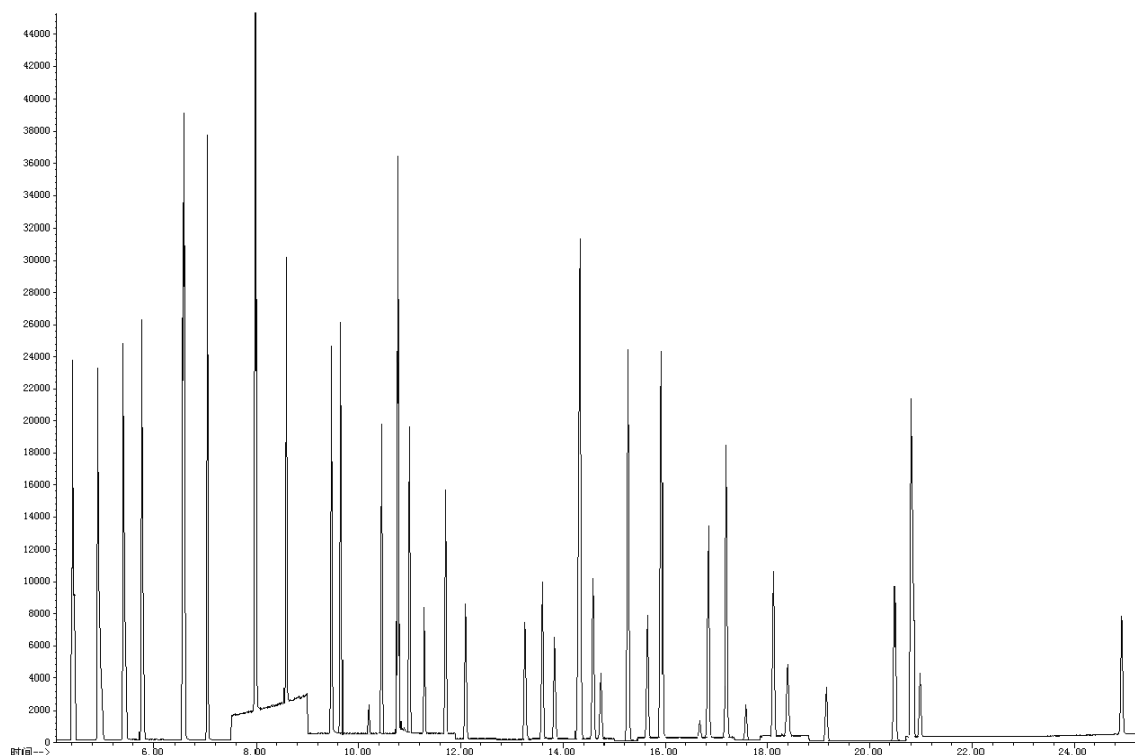


图1 有机氯农药和氯苯类化合物总离子流图

图中化合物按保留时间排列依次为：1-氘代 1,4-二氯苯，2-1,3,5-三氯苯，3-1,2,4-三氯苯，4-1,2,3-三氯苯，5-1,2,4,5-四氯苯，6-1,2,3,5-四氯苯，7-1,2,3,4-四氯苯，8-五氯苯，9-四氯间二甲苯，10-六氯苯，11-甲体六六六，12-五氯硝基苯，13-丙体六六六，14-氘代菲，15-乙体六六六，16-七氯，17-丁体六六六，18-艾氏剂，19-三氯杀螨醇，20-外环氧七氯，21-环氧七氯，22- γ -氯丹，23- *o,p'*-DDE，24- α -氯丹，25-硫丹 1，26- *p,p'*-DDE，27-狄氏剂，28- *o,p*-DDD，29-异狄氏剂，30- *p,p'*-DDD，31- *o,p'*-DDT，32-硫丹 2，33- *p,p'*-DDT，34-异狄氏剂醛，35-硫丹硫酸酯，36-甲氧滴滴涕，37-氘代屈，38-异狄氏剂酮，39-十氯联苯。

6.3 测定

取待测试样（5.2），按照与绘制校准曲线相同的仪器分析条件进行测定。

6.4 空白试验

在分析样品的同时，取相同体积的水，按照试样的制备（5.2）制备空白试样，按照与绘制校准曲线相同的仪器分析条件进行测定。

7 结果计算与表示

7.1 定性分析

以选择离子扫描方式采集数据，根据样品中目标化合物的保留时间（RT）、碎片离子质荷比以及不同离子丰度比（Q）定性。有机氯农药和氯苯类化合物的保留时间和特征离子，见附录 B。

注：不同仪器的 Q 值会有差异，以相同分析条件下样品和标准溶液中的 Q 值做比较。

7.2 定量分析

7.2.1 有机氯农药和氯苯类化合物浓度的计算

样品中目标物的质量浓度 ρ_i ($\mu\text{g/L}$), 按照公式 (1) 进行计算。

$$\rho_i = \frac{\rho_{is} \times V}{V_s} \quad (1)$$

式中:

ρ_i ——样品中有机氯农药和氯苯类化合物或替代物的浓度, $\mu\text{g/L}$;

ρ_{is} ——根据标准曲线查得的有机氯农药和氯苯类化合物或替代物的浓度, $\mu\text{g/L}$;

V ——样品浓缩后的体积, ml;

V_s ——水样体积, ml。

7.3 结果表示

结果保留三位有效数字。

8 精密度和准确度

8.1 精密度

液液萃取: 6 家实验室分别对含有机氯农药和氯苯类化合物浓度为 0.500 $\mu\text{g/L}$ 、2.00 $\mu\text{g/L}$ 和 8.00 $\mu\text{g/L}$ 的统一样品进行了测定, 实验室内相对标准偏差 0.30%~7.8%、实验室间相对标准偏差 0.04%~16.6%、重复性限 0.031~0.796 $\mu\text{g/L}$ 、再现性限 0.017~1.02 $\mu\text{g/L}$, 具体精密度数据参见附录 C。

固相萃取: 6 家实验室分别对含有机氯农药和氯苯类化合物浓度为 0.250 $\mu\text{g/L}$ 、1.00 $\mu\text{g/L}$ 和 4.00 $\mu\text{g/L}$ 的统一样品进行了测定, 实验室内相对标准偏差 0.50%~12.4%、实验室间相对标准偏差 0.78%~8.07%、重复性限 0.015~0.539 $\mu\text{g/L}$ 、再现性限 0.021~0.690 $\mu\text{g/L}$, 具体精密度数据参见附录 C。

8.2 准确度

液液萃取: 6 家实验室分别对含有机氯农药和氯苯类化合物浓度为 0.500 $\mu\text{g/L}$ 、2.00 $\mu\text{g/L}$ 和 8.00 $\mu\text{g/L}$ 的统一样品进行了分析测定, 加标回收率范围为 73.6%~116.5%。具体准确度数据参见附录 C。

固相萃取: 6 家实验室分别对含有机氯农药和氯苯类化合物浓度为 0.250 $\mu\text{g/L}$ 、1.00 $\mu\text{g/L}$ 和 4.00 $\mu\text{g/L}$ 的统一样品进行了分析测定, 加标回收率范围为 36.6%~124.0%。具体准确度数据参见附录 C。

9 质量保证和质量控制

9.1 仪器性能检测

样品分析前以及每运行12小时, 应对气相色谱质谱系统进行检查, 分别注入1.0 μl p,p'-DDT (1.0mg/L) 和1.0 μl 异狄氏剂 (1.0mg/L), 测定其降解率, 计算公式见公式 (3) ~ (5)。

如果DDT的降解率 $\geq 20\%$, 或异狄氏剂的降解率 $\geq 20\%$, 或总降解率 $\geq 30\%$, 则应对进样口和色谱柱进行维护, 系统检查合格后方可进行测定。

$$\text{DDT的降解率}\% = \frac{(p, p' - \text{DDE} + p, p' - \text{DDD})\text{的浓度}}{(p, p' - \text{DDE} + p, p' - \text{DDD} + p, p' - \text{DDT})\text{的浓度}} \times 100\% \quad (3)$$

$$\text{异狄氏剂的降解率}\% = \frac{(\text{异狄氏剂醛} + \text{异狄氏剂酮})\text{的浓度}}{(\text{异狄氏剂} + \text{异狄氏剂醛} + \text{异狄氏剂酮})\text{的浓度}} \times 100\% \quad (4)$$

$$\text{总降解率}\% = \text{滴滴涕降解率}\% + \text{异狄氏剂降解率}\% \quad (5)$$

9.2 样品中目标化合物的保留时间与期望保留时间（即标准溶液中的平均相对保留时间）的相对偏差应控制在 $\pm 3\%$ 以内；样品中目标化合物的不同碎片离子丰度比与期望 Q 值（即标准溶液中碎片离子的平均离子丰度比）的相对偏差应控制在 $\pm 30\%$ 以内。

9.3 空白试验

每批样品至少作一个空白试验，也即全程序空白试验。如果目标化合物有检出，应查明原因。

9.4 校准

标准曲线相关系数均应大于 0.995。

每 12 小时利用标准曲线中间浓度点进行标准曲线核查，目标化合物的测定值与标准值间的偏差应在 $\pm 20\%$ 以内，否则应重新绘制标准曲线。 ρ_c 与初始校准曲线 ρ_i 的偏差（D%），按照公式（6）进行计算。

$$D\% = \frac{\rho_c - \rho_i}{\rho_i} \times 100\% \quad (6)$$

式中：

D%——校准物的计算浓度与标准浓度的相对偏差；

ρ_i ——校准物的标准浓度；

ρ_c ——用所选择的定量方法测定的该校准物浓度。

9.5 平行样测定

每批样品应进行 10% 的平行样品测定，平行双样测定结果的相对偏差应在 20% 以内。

9.6 样品加标回收率测定

每批样品至少做一次加标回收率测定，实际样品的加标回收率应在允许的范围内，与该方法性能指标相符。

9.7 替代回收物测定

9.7.1 液液萃取

四氯间二甲苯、十氯联苯的回收率（%）应在 80%~120% 范围内，否则应重新处理样品。

9.7.2 固相萃取

四氯间二甲苯的回收率（%）应在 30%~70% 范围内，十氯联苯的回收率（%）应在 60%~100% 范围内，否则应重新处理样品。

10 废物处理

实验过程中产生的大量废液，应放置于适当的密闭容器中保存，实验结束后，妥善处理。

附录 A

(规范性附录)

方法检出限和测定下限

附表 A.1 给出了目标物的检出限、测定下限。

附表 A.1 方法检出限及测定下限

单位: $\mu\text{g/L}$

序号	目标化合物	液液萃取 (取样量为 100ml)		固相萃取 (取样量为 200ml)	
		方法检出限	测定下限	方法检出限	测定下限
1	1,3,5-三氯苯	0.037	0.148	0.030	0.120
2	1,2,4-三氯苯	0.038	0.152	0.027	0.108
3	1,2,3-三氯苯	0.046	0.184	0.028	0.112
4	1,2,4,5-四氯苯	0.038	0.152	0.021	0.084
5	1,2,3,5-四氯苯	0.038	0.152	0.024	0.096
6	1,2,3,4-四氯苯	0.038	0.152	0.025	0.100
7	五氯苯	0.043	0.172	0.030	0.120
8	六氯苯	0.043	0.172	0.026	0.104
9	甲体六六六	0.056	0.224	0.025	0.100
10	五氯硝基苯	0.036	0.144	0.021	0.084
11	丙体六六六	0.025	0.100	0.022	0.088
12	乙体六六六	0.037	0.148	0.034	0.136
13	七氯	0.042	0.168	0.031	0.124
14	丁体六六六	0.060	0.240	0.033	0.132
15	艾氏剂	0.035	0.140	0.069	0.276
16	三氯杀螨醇	0.031	0.124	0.025	0.100
17	外环氧七氯	0.053	0.212	0.031	0.124
18	环氧七氯	0.040	0.160	0.026	0.104
19	γ -氯丹	0.044	0.176	0.032	0.128
20	o,p'-DDE	0.046	0.184	0.027	0.108
21	α -氯丹	0.055	0.220	0.027	0.108

序号	目标化合物	液液萃取（取样量为 100ml）		固相萃取（取样量为 200ml）	
		方法检出限	测定下限	方法检出限	测定下限
22	硫丹 1	0.032	0.128	0.033	0.132
23	p,p'-DDE	0.036	0.144	0.027	0.108
24	狄氏剂	0.043	0.172	0.027	0.108
25	o,p'-DDD	0.038	0.152	0.025	0.100
26	异狄氏剂	0.046	0.184	0.056	0.224
27	p,p'-DDD	0.048	0.192	0.028	0.112
28	o,p'-DDT	0.031	0.124	0.031	0.124
29	硫丹 2	0.044	0.176	0.037	0.148
30	p,p'-DDT	0.043	0.172	0.032	0.128
31	异狄氏剂醛	0.051	0.153	0.029	0.116
32	硫丹硫酸酯	0.043	0.172	0.024	0.096
33	甲氧滴滴涕	0.039	0.156	0.065	0.260
34	异狄氏剂酮	0.046	0.184	0.031	0.124

附录 B

（资料性附录）

目标物的保留时间和特征离子

附表 B.1 给出了目标物的出峰顺序、保留时间、目标离子和辅助离子等测定参数。

附表 B.1 有机氯农药和氯苯类化合物保留时间和特征离子

序号	化合物名称	保留时间	目标离子	辅助离子	备注
1	氘代 1,4-二氯苯	4.452	150	115	内标化合物
2	1,3,5-三氯苯	4.903	180	74、145	目标化合物
3	1,2,4-三氯苯	5.402	180	145、74	目标化合物
4	1,2,3-三氯苯	5.756	180	145、109	目标化合物
5	1,2,4,5-四氯苯	6.566	216	179、74	目标化合物
6	1,2,3,5-四氯苯	6.593	216	179、74	目标化合物
7	1,2,3,4-四氯苯	7.043	216	108	目标化合物
8	五氯苯	7.990	250	108	目标化合物
9	四氯间二甲苯	8.585	207	244、136	替代回收物
10	六氯苯	9.473	284	142	目标化合物
11	甲体六六六	9.660	181	219、109	目标化合物
12	五氯硝基苯	10.226	237	214、142、109	目标化合物
13	丙体六六六	10.453	181	111	目标化合物
14	氘代菲	10.781	188	80	内标化合物
15	乙体六六六	10.989	181	109	目标化合物
16	七氯	11.294	100	272、65、109	目标化合物
17	丁体六六六	11.706	220	181、111	目标化合物
18	艾氏剂	12.090	66	91、79、220	目标化合物
19	三氯杀螨醇	13.251	139	251、141	目标化合物
20	外环氧七氯	13.606	81	353、217、183	目标化合物
21	环氧七氯	13.835	81	183、217、353	目标化合物
22	γ -氯丹	14.325	375	237	目标化合物
23	o,p'-DDE	14.353	246	318	目标化合物

序号	化合物名称	保留时间	目标离子	辅助离子	备注
24	α -氯丹	14.593	375	237	目标化合物
25	硫丹 1	14.752	241	195	目标化合物
26	p,p'-DDE	15.278	246	318、176	目标化合物
27	狄氏剂	15.652	79	81	目标化合物
28	o,p'-DDD	15.924	235	165、199	目标化合物
29	异狄氏剂	16.672	81	67	目标化合物
30	p,p'-DDD	16.875	235	165	目标化合物
31	o,p'-DDT	17.184	235	165、199	目标化合物
32	硫丹 2	17.586	195	237、159、195	目标化合物
33	p,p'-DDT	18.124	235	165	目标化合物
34	异狄氏剂醛	18.391	67	345、250	目标化合物
35	硫丹硫酸酯	19.154	272	387	目标化合物
36	甲氧滴滴涕	20.482	227	113	目标化合物
37	氘代屈	20.628	240	120、324	内标化合物
38	异狄氏剂酮	20.992	67	317	目标化合物
39	十氯联苯	24.941	498	214	替代回收物

附录 C

（资料性附录）

方法精密度和准确度

附表 C.1~C.4 中给出了方法的重复性、再现性和加标回收率等精密度和准确度指标。

附表 C.1 精密度汇总表（液液萃取）

化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内标准偏差范围 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
1,3,5-三氯苯	0.500	2.4~3.8	2.82	0.038	0.045
	2.00	2.5~3.6	5.59	0.123	0.252
	8.00	1.8~4.7	1.99	0.580	0.621
1,2,4-三氯苯	0.500	2.2~4.7	2.72	0.035	0.042
	2.00	2.7~5.2	4.44	0.178	0.256
	8.00	1.6~2.9	1.49	0.326	0.384
1,2,3-三氯苯	0.500	1.8~3.7	2.25	0.031	0.037
	2.00	2.5~4.2	3.92	0.139	0.214
	8.00	1.6~2.9	2.34	0.380	0.523
1,2,4,5-四氯苯	0.500	1.7~4.1	2.17	0.035	0.041
	2.00	2.9~5.0	4.19	0.202	0.276
	8.00	1.4~2.9	1.67	0.476	0.546
1,2,3,5-四氯苯	0.500	1.6~4.8	3.30	0.041	0.054
	2.00	2.7~5.0	5.22	0.190	0.308
	8.00	0.8~2.8	2.42	0.407	0.604
1,2,3,4-四氯苯	0.500	1.7~5.1	4.56	0.043	0.067
	2.00	2.3~4.7	6.28	0.161	0.346
	8.00	0.9~2.7	2.37	0.379	0.591
五氯苯	0.500	2.4~3.7	3.84	0.039	0.062
	2.00	1.9~5.3	5.38	0.200	0.340
	8.00	1.3~2.7	2.09	0.421	0.589
六氯苯	0.500	0.7~3.4	2.69	0.032	0.049
	2.00	1.8~4.8	6.89	0.189	0.430
	8.00	0.9~3.1	2.92	0.452	0.766
甲体六六六	0.500	1.5~4.8	4.64	0.033	0.058
	2.00	3.2~5.1	5.35	0.206	0.388
	8.00	0.7~2.3	2.75	0.332	0.604
五氯硝基苯	0.500	1.6~4.1	3.04	0.042	0.048
	2.00	2.7~4.8	5.79	0.198	0.381
	8.00	0.3~2.9	2.04	0.359	0.562
丙体六六六	0.500	1.9~3.9	3.15	0.034	0.046
	2.00	2.2~6.1	4.95	0.220	0.321

化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内标准偏差范围 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
	8.00	1.2~2.5	4.95	0.367	0.552
乙体六六六	0.500	2.3~5.2	5.44	0.042	0.069
	2.00	1.5~6.0	6.06	0.196	0.350
	8.00	1.0~2.6	0.95	0.365	0.379
七氯	0.500	1.5~3.6	13.5	0.031	0.162
	2.00	1.6~6.3	2.52	0.234	0.253
	8.00	0.7~2.4	2.17	0.319	0.515
丁体六六六	0.500	1.1~4.2	10.2	0.036	0.126
	2.00	2.3~7.1	6.59	0.208	0.379
	8.00	0.8~3.2	2.28	0.386	0.549
艾氏剂	0.500	2.5~3.7	2.59	0.042	0.052
	2.00	2.5~4.3	1.71	0.177	0.185
	8.00	1.0~3.1	2.13	0.405	0.558
三氯杀螨醇	0.500	1.6~5.7	5.80	0.0513	0.101
	2.00	1.8~7.1	5.71	0.274	0.443
	8.00	0.7~2.4	1.15	0.398	0.451
外环氧七氯	0.500	1.6~3.8	3.72	0.041	0.067
	2.00	3.0~6.1	3.46	0.295	0.335
	8.00	0.8~2.4	1.09	0.393	0.432
环氧七氯	0.500	1.7~4.8	1.53	0.052	0.052
	2.00	2.3~9.2	2.04	0.268	0.270
	8.00	1.5~2.4	1.49	0.433	0.515
γ -氯丹	0.500	2.2~5.0	2.17	0.045	0.050
	2.00	1.2~7.8	12.3	0.302	0.744
	8.00	0.8~3.3	0.04	0.451	0.798
o,p'-DDE	0.500	1.2~5.5	9.08	0.0491	0.126
	2.00	1.7~4.5	4.87	0.185	0.307
	8.00	0.8~2.0	1.41	0.319	0.424
α -氯丹	0.500	2.0~4.4	6.40	0.042	0.093
	2.00	2.1~5.7	1.92	0.209	0.213
	8.00	0.9~2.1	2.13	0.329	0.554
硫丹 1	0.500	2.0~3.7	16.1	0.038	0.194
	2.00	1.6~7.0	7.93	0.235	0.449
	8.00	1.0~6.5	3.44	0.796	1.003
p,p'-DDE	0.500	2.0~4.9	10.1	0.045	0.134
	2.00	3.1~6.1	4.48	0.193	0.286
	8.00	1.1~4.0	2.75	0.538	0.754
狄氏剂	0.500	1.7~7.8	8.90	0.0624	0.124
	2.00	2.2~5.6	3.52	0.205	0.262
	8.00	1.1~2.3	1.13	0.351	0.406

化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内标准偏差范围 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
o,p-DDD	0.500	1.3~5.9	3.09	0.0617	0.0704
	2.00	1.7~4.1	4.32	0.186	0.280
	8.00	0.8~1.8	1.60	0.309	0.447
异狄氏剂	0.500	1.4~4.6	13.6	0.0383	0.158
	2.00	1.3~8.7	16.6	0.260	0.829
	8.00	1.4~3.3	1.27	0.454	0.466
p,p'-DDD	0.500	1.4~7.3	11.2	0.0576	0.147
	2.00	1.9~4.3	2.72	0.163	0.207
	8.00	1.1~2.5	1.20	0.348	0.395
o,p'-DDT	0.500	1.3~9.7	5.93	0.064	0.093
	2.00	2.3~5.9	3.71	0.218	0.278
	8.00	1.6~2.3	1.43	0.377	0.445
硫丹 2	0.500	1.8~4.9	11.8	0.045	0.149
	2.00	1.8~4.9	1.91	0.194	0.203
	8.00	0.8~2.7	2.61	0.344	0.580
p,p'-DDT	0.500	2.0~4.7	5.17	0.046	0.080
	2.00	1.5~4.4	3.87	0.161	0.248
	8.00	1.4~2.5	4.72	0.408	1.02
异狄氏剂醛	0.500	2.4~4.4	1.47	0.0445	0.0456
	2.00	2.2~4.2	4.20	0.164	0.262
	8.00	0.7~3.4	3.18	0.460	0.782
硫丹硫酸酯	0.500	1.0~4.6	2.46	0.0430	0.0515
	2.00	2.3~7.9	4.41	0.227	0.307
	8.00	1.1~2.5	3.62	0.356	0.831
甲氧滴滴涕	0.500	3.2~5.9	4.41	0.0648	0.0845
	2.00	2.6~5.1	2.47	0.187	0.215
	8.00	0.9~2.3	2.88	0.397	0.768
异狄氏剂酮	0.500	1.5~4.4	4.42	0.0436	0.0730
	2.00	2.5~4.0	2.49	0.182	0.212
	8.00	0.8~3.0	1.37	0.480	0.530

附表 C.2 精密度汇总表（固相萃取）

化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内标准偏差范围 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
1,3,5-三氯苯	0.250	4.3~6.1	5.18	0.0147	0.0210
	1.00	4.6~6.2	2.50	0.0609	0.0635
	4.00	3.6~4.5	2.50	0.195	0.219
1,2,4-三氯苯	0.250	6.5~7.7	2.63	0.0304	0.0305

化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内标准偏差范围 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
	1.00	1.5~2.1	2.09	0.0313	0.0486
	4.00	3.4~4.4	2.94	0.278	0.337
1,2,3-三氯苯	0.250	5.2~6.7	3.78	0.0263	0.0303
	1.00	1.9~2.7	2.85	0.0399	0.0651
	4.00	2.6~4.1	4.98	0.285	0.522
1,2,4,5-四氯苯	0.250	5.2~8.0	7.86	0.0224	0.0356
	1.00	2.4~3.7	4.38	0.0384	0.0733
	4.00	3.0~5.0	5.64	0.180	0.325
1,2,3,5-四氯苯	0.250	3.7~5.2	3.54	0.0209	0.0265
	1.00	2.0~4.1	2.96	0.0574	0.0819
	4.00	1.6~3.1	2.95	0.165	0.280
1,2,3,4-四氯苯	0.250	5.3~7.6	4.36	0.0283	0.0335
	1.00	3.1~4.5	2.68	0.0716	0.0858
	4.00	2.0~3.3	4.92	0.214	0.459
五氯苯	0.250	3.8~7.0	4.95	0.0178	0.0241
	1.00	2.9~4.7	2.85	0.0550	0.0692
	4.00	1.7~4.3	5.35	0.151	0.373
六氯苯	0.250	2.5~5.0	3.45	0.020	0.026
	1.00	0.5~2.2	1.83	0.029	0.048
	4.00	0.6~4.2	2.35	0.197	0.276
甲体六六六	0.250	2.2~6.1	3.20	0.026	0.031
	1.00	0.8~1.9	1.01	0.037	0.043
	4.00	2.3~4.9	1.52	0.322	0.331
五氯硝基苯	0.250	2.4~6.3	4.92	0.024	0.035
	1.00	1.1~3.3	2.23	0.044	0.063
	4.00	1.1~3.8	2.61	0.189	0.293
丙体六六六	0.250	3.0~7.1	4.68	0.032	0.041
	1.00	0.6~2.9	0.78	0.044	0.044
	4.00	2.2~5.4	4.03	0.382	0.528
乙体六六六	0.250	2.4~5.5	5.64	0.0268	0.043
	1.00	0.6~4.7	1.31	0.072	0.074
	4.00	2.0~4.8	2.58	0.327	0.411
七氯	0.250	2.3~6.9	2.22	0.0236	0.0243
	1.00	1.6~6.4	2.53	0.084	0.092
	4.00	2.9~4.6	4.93	0.332	0.496
丁体六六六	0.250	3.0~5.6	3.50	0.028	0.035
	1.00	3.8~6.7	4.60	0.153	0.187
	4.00	1.2~4.4	1.38	0.310	0.316
艾氏剂	0.250	6.2~12.4	4.78	0.029	0.032
	1.00	2.1~7.6	4.77	0.066	0.084

化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内标准偏差范围 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
	4.00	4.8~8.6	5.55	0.350	0.451
三氯杀螨醇	0.250	2.7~8.9	7.38	0.038	0.057
	1.00	1.1~6.6	1.77	0.0710	0.0745
	4.00	1.9~6.5	2.18	0.344	0.354
外环氧七氯	0.250	3.5~5.4	2.15	0.027	0.027
	1.00	1.1~3.7	1.16	0.070	0.070
	4.00	2.7~5.4	2.08	0.478	0.492
环氧七氯	0.250	3.1~7.1	2.50	0.0324	0.0331
	1.00	2.4~4.6	1.61	0.088	0.089
	4.00	2.0~4.9	2.49	0.382	0.430
γ -氯丹	0.250	3.7~7.4	5.33	0.026	0.031
	1.00	1.9~5.7	3.05	0.077	0.085
	4.00	3.4~8.8	2.95	0.369	0.377
o,p'-DDE	0.250	3.4~6.3	3.55	0.026	0.031
	1.00	1.6~5.0	1.52	0.085	0.0860
	4.00	1.8~5.4	1.37	0.326	0.330
α -氯丹	0.250	2.7~9.2	6.39	0.031	0.041
	1.00	2.3~9.3	2.70	0.114	0.118
	4.00	2.2~5.8	2.03	0.364	0.370
硫丹 1	0.250	2.6~8.1	3.15	0.031	0.034
	1.00	1.4~4.2	1.47	0.071	0.074
	4.00	2.7~6.6	4.33	0.539	0.653
p,p'-DDE	0.250	3.4~7.0	8.07	0.026	0.046
	1.00	2.2~7.4	4.06	0.106	0.129
	4.00	1.9~6.9	4.34	0.383	0.507
狄氏剂	0.250	2.8~5.0	2.60	0.023	0.026
	1.00	1.9~3.7	1.93	0.074	0.081
	4.00	2.3~6.6	2.58	0.475	0.498
o,p-DDD	0.250	3.0~6.8	3.86	0.030	0.034
	1.00	3.1~4.7	2.39	0.089	0.098
	4.00	2.3~6.2	3.74	0.439	0.540
异狄氏剂	0.250	2.3~6.4	2.12	0.0302	0.0308
	1.00	1.2~6.4	6.53	0.152	0.230
	4.00	2.4~4.5	2.86	0.435	0.537
p,p'-DDD	0.250	3.3~6.6	2.63	0.0276	0.0292
	1.00	1.9~3.1	1.08	0.064	0.064
	4.00	2.6~6.9	4.36	0.464	0.579
o,p'-DDT	0.250	4.0~6.8	2.30	0.028	0.029
	1.00	2.2~5.3	3.62	0.095	0.116
	4.00	2.5~4.7	5.91	0.366	0.608

化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内标准偏差范围 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
硫丹 2	0.250	2.8~4.6	2.03	0.0254	0.0260
	1.00	1.4~3.5	2.19	0.072	0.084
	4.00	2.5~5.6	5.11	0.495	0.663
p,p'-DDT	0.250	3.0~6.6	4.39	0.026	0.033
	1.00	1.7~4.1	2.51	0.062	0.078
	4.00	2.8~6.9	2.49	0.354	0.384
异狄氏剂醛	0.250	3.6~4.9	2.42	0.0226	0.0245
	1.00	1.3~3.8	1.80	0.0703	0.0776
	4.00	2.8~6.0	5.62	0.469	0.690
硫丹硫酸酯	0.250	3.2~6.7	2.54	0.0287	0.0307
	1.00	1.8~4.3	1.97	0.0782	0.0860
	4.00	2.0~5.4	1.82	0.381	0.391
甲氧滴滴涕	0.250	2.6~8.4	2.72	0.0422	0.0427
	1.00	3.3~10.5	3.66	0.228	0.244
	4.00	1.9~4.9	1.75	0.441	0.455
异狄氏剂酮	0.250	2.8~6.0	2.49	0.0324	0.0338
	1.00	1.3~4.6	2.09	0.0800	0.0897
	4.00	3.1~7.3	2.28	0.517	0.532

附表 C.3 准确度汇总表（液液萃取）

化合物名称	基质	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%) 范围	加标回收最终 值 (%)
1,3,5-三氯苯	生活污水	0.500	74.3~79.8	77.4 $\pm$ 3.8
	工业废水	2.00	76.1~81.5	78.9 $\pm$ 3.8
	海水	8.00	75.5~80.6	77.4 $\pm$ 3.8
1,2,4-三氯苯	生活污水	0.500	73.8~79.4	76.4 $\pm$ 3.7
	工业废水	2.00	76.5~81.4	78.6 $\pm$ 3.4
	海水	8.00	77.0~81.4	78.5 $\pm$ 3.9
1,2,3-三氯苯	生活污水	0.500	73.6~78.3	75.7 $\pm$ 3.2
	工业废水	2.00	77.5~82.1	79.8 $\pm$ 3.1
	海水	8.00	75.9~79.7	77.6 $\pm$ 2.8
1,2,4,5-四氯苯	生活污水	0.500	83.7~87.0	86.1 $\pm$ 3.4
	工业废水	2.00	80.7~84.5	82.3 $\pm$ 1.7
	海水	8.00	82.8~88.2	85.4 $\pm$ 3.6
1,2,3,5-四氯苯	生活污水	0.500	84.5~88.6	86.5 $\pm$ 2.8
	工业废水	2.00	87.7~90.8	89.4 $\pm$ 2.6
	海水	8.00	86.5~93.5	89.9 $\pm$ 5.2
1,2,3,4-四氯苯	生活污水	0.500	86.4~92.1	88.7 $\pm$ 3.9
	工业废水	2.00	89.2~93.9	91.4 $\pm$ 3.2

化合物名称	基质	浓度 (µg/L)	加标回收率 (%) 范围	加标回收最终 值 (%)
	海水	8.00	87.5~93.0	89.6±4.0
五氯苯	生活污水	0.500	89.7~94.3	91.8±3.1
	工业废水	2.00	90.3~95.5	92.7±4.0
	海水	8.00	86.8~93.3	90.3±4.9
六氯苯	生活污水	0.500	95.8~100.4	97.8±3.6
	工业废水	2.00	96.2~103.4	99.7±5.2
	海水	8.00	94.5~98.3	96.2±2.6
甲体六六六	生活污水	0.500	75.6~81.2	78.4±4.5
	工业废水	2.00	81.5~86.4	83.7±3.7
	海水	8.00	78.5~85.4	82.5±5.1
五氯硝基苯	生活污水	0.500	101.4~106.0	103.5±3.1
	工业废水	2.00	105.7~112.3	108.8±4.4
	海水	8.00	98.5~105.3	102.2±4.8
丙体六六六	生活污水	0.500	79.8~83.4	81.6±2.8
	工业废水	2.00	79.5~89.5	83.6±7.3
	海水	8.00	81.4~87.1	84.0±3.9
乙体六六六	生活污水	0.500	78.2~85.6	81.8±6.0
	工业废水	2.00	80.0~86.0	81.9±4.3
	海水	8.00	82.1~86.5	84.3±4.3
七氯	生活污水	0.500	81.4~90.6	87.6±6.8
	工业废水	2.00	82.5~92.5	87.0±9.3
	海水	8.00	87.9~97.0	91.5±6.8
丁体六六六	生活污水	0.500	79.0~86.8	82.9±6.4
	工业废水	2.00	78.0~82.1	80.7±3.1
	海水	8.00	82.8~88.3	85.1±3.7
艾氏剂	生活污水	0.500	83.2~91.8	88.9±8.3
	工业废水	2.00	86.5~94.5	89.7±6.0
	海水	8.00	91.0~96.5	95.1±4.2
三氯杀螨醇	生活污水	0.500	106.4~110.8	108.0±2.9
	工业废水	2.00	101.0~112.5	109.0±8.2
	海水	8.00	98.4~110.6	104±10.6
外环氧七氯	生活污水	0.500	90.6~97.2	93.7±5.8
	工业废水	2.00	89.5~96.5	93.2±5.9
	海水	8.00	94.0~99.1	97.0±3.7
环氧七氯	生活污水	0.500	90.9~97.8	95.3±4.8
	工业废水	2.00	90.5~96.0	93.1±3.9
	海水	8.00	87.2~93.0	89.7±4.4
γ-氯丹	生活污水	0.500	87.0~92.8	89.5±4.9
	工业废水	2.00	89.5~94.0	91.1±3.2
	海水	8.00	91.7~96.7	94.7±3.6
o,p'-DDE	生活污水	0.500	88.0~94.8	91.3±4.6

化合物名称	基质	浓度 (µg/L)	加标回收率 (%) 范围	加标回收最终 值 (%)
	工业废水	2.00	87.0~92.0	90.3±3.8
	海水	8.00	90.0~97.3	92.4±5.3
α-氯丹	生活污水	0.500	87.4~94.2	90.5±4.7
	工业废水	2.00	91.0~94.0	92.1±2.2
	海水	8.00	91.0~93.4	92.0±2.4
硫丹 1	生活污水	0.500	89.4~92.9	90.3±2.7
	工业废水	2.00	85.5~98.5	89.8±9.6
	海水	8.00	85.6~94.8	89.8±8.8
p,p'-DDE	生活污水	0.500	84.6~91.2	88.9±5.2
	工业废水	2.00	88.5~100.5	93.4±9.7
	海水	8.00	86.4~93.5	90.0±6.6
狄氏剂	生活污水	0.500	90.4~101.4	95.0±3.8
	工业废水	2.00	88.5~98.0	92.3±7.5
	海水	8.00	92.3~97.6	94.6±3.9
o,p'-DDD	生活污水	0.500	91.2~95.8	93.9±3.3
	工业废水	2.00	95.0~104.5	98.6±9.2
	海水	8.00	91.0~97.0	94.4±5.2
异狄氏剂	生活污水	0.500	74.2~78.2	76.3±3.4
	工业废水	2.00	75.5~83.0	79.4±6.7
	海水	8.00	76.3~79.1	77.9±2.3
p,p'-DDD	生活污水	0.500	83.4~92.8	88.5±8.0
	工业废水	2.00	85.5~92.5	88.9±4.7
	海水	8.00	89.1~92.6	91.0±2.6
o,p'-DDT	生活污水	0.500	87.2~101.0	92.4±10.7
	工业废水	2.00	89.5~100.5	95.7±10.3
	海水	8.00	95.0~107.6	100.9±12.2
硫丹 2	生活污水	0.500	95.4~100.4	97.9±3.4
	工业废水	2.00	95.3~100.0	96.8±3.5
	海水	8.00	90.3~95.0	92.6±3.5
p,p'-DDT	生活污水	0.500	87.6~104.2	95.9±15.6
	工业废水	2.00	82.5~98.0	90.5±9.9
	海水	8.00	87.1~91.4	88.8±3.0
异狄氏剂醛	生活污水	0.500	91.8~97.6	94.1±4.5
	工业废水	2.00	94.0~98.0	95.5±2.8
	海水	8.00	86.6~93.5	91.1±4.9
硫丹硫酸酯	生活污水	0.500	96.0~102.0	99.2±4.5
	工业废水	2.00	92.5~98.0	95.7±4.8
	海水	8.00	94.9~98.2	96.3±2.9
甲氧滴滴涕	生活污水	0.500	102.8~111.6	106.5±6.6
	工业废水	2.00	105.5~116.5	112.1±9.3
	海水	8.00	99.0~108.8	101.8±8.0

化合物名称	基质	浓度 (µg/L)	加标回收率 (%) 范围	加标回收最终值 (%)
异狄氏剂酮	生活污水	0.500	94.6~101.0	97.7±5.1
	工业废水	2.00	98.0~102.5	100.1±4.3
	海水	8.00	97.3~103.6	100.4±5.4

附表 C.4 准确度汇总表 (固相萃取)

化合物名称	基质	浓度 (µg/L)	加标回收率 (%) 范围	加标回收最终值 (%)
1,3,5-三氯苯	生活污水	0.250	40.6-43.6	42.1±2.4
	工业废水	1.00	37.6-40.9	39.5±2.6
	海水	4.00	36.6-40.1	38.3±2.8
1,2,4-三氯苯	生活污水	0.250	65.7-68.7	67.1±2.5
	工业废水	1.00	62.9-66.7	64.7±2.7
	海水	4.00	58.8-65.5	61.9±5.7
1,2,3-三氯苯	生活污水	0.250	61.9-67.3	64.8±3.9
	工业废水	1.00	56.9-63.5	60.4±5.1
	海水	4.00	56.7-64.1	60.1±6.5
1,2,4,5-四氯苯	生活污水	0.250	44.6-50.9	48.1±5.1
	工业废水	1.00	44.9-52.1	48.5±5.3
	海水	4.00	39.8-46.5	43.9±6.3
1,2,3,5-四氯苯	生活污水	0.250	53.6-62.9	57.8±6.7
	工业废水	1.00	54.1-62.8	57.9±6.3
	海水	4.00	50.1-57.6	54.4±5.3
1,2,3,4-四氯苯	生活污水	0.250	64.8-73.2	68.3±6.0
	工业废水	1.00	62.5-70.4	66.9±5.8
	海水	4.00	58.9-67.8	62.9±6.5
五氯苯	生活污水	0.250	48.0~54.8	51.6±5.1
	工业废水	1.00	51.0~56.0	52.9±4.4
	海水	4.00	45.8~54.5	49.1±6.2
六氯苯	生活污水	0.250	78.0~83.6	80.7±4.7
	工业废水	1.00	77.0~82.7	80.2±4.1
	海水	4.00	78.8~85.0	82.9±4.6
甲体六六六	生活污水	0.250	88.8~92.0	89.9±2.3
	工业废水	1.00	88.0~92.1	89.8±2.9
	海水	4.00	85.0~89.3	87.5±3.3
五氯硝基苯	生活污水	0.250	77.6~89.6	83.9±7.9
	工业废水	1.00	78.5~83.3	81.2±3.6
	海水	4.00	79.5~84.0	82.2±3.6
丙体六六六	生活污水	0.250	90.0~94.0	92.5±3.7
	工业废水	1.00	88.7~93.2	91.4±3.1
	海水	4.00	88.8~93.5	90.6±3.2

化合物名称	基质	浓度 (µg/L)	加标回收率 (%) 范围	加标回收最终值 (%)
乙体六六六	生活污水	0.250	89.2~97.6	94.2±7.0
	工业废水	1.00	90.7~94.4	92.6±2.4
	海水	4.00	91.0~97.0	93.9±4.9
七氯	生活污水	0.250	76.4~83.6	81.0±5.4
	工业废水	1.00	73.3~77.9	75.5±3.0
	海水	4.00	75.5~79.3	77.0±2.8
丁体六六六	生活污水	0.250	88.0~93.3	90.2±4.8
	工业废水	1.00	91.5~96.3	93.6±3.4
	海水	4.00	85.8~90.2	88.0±3.4
艾氏剂	生活污水	0.250	45.6~50.8	48.1±4.8
	工业废水	1.00	49.4~53.6	51.6±3.0
	海水	4.00	46.8~51.3	48.5±3.5
三氯杀螨醇	生活污水	0.250	77.4~83.4	81.3±4.9
	工业废水	1.00	75.9~79.2	77.4±2.5
	海水	4.00	73.2~76.8	75.9±3.0
外环氧七氯	生活污水	0.250	93.2~97.2	94.7±3.4
	工业废水	1.00	90.6~95.7	92.8±3.6
	海水	4.00	86.5~94.5	89.8±6.1
环氧七氯	生活污水	0.250	92.4~97.2	95.5±3.5
	工业废水	1.00	84.8~88.9	87.0±2.7
	海水	4.00	86.8~93.2	89.8±4.7
γ-氯丹	生活污水	0.250	58.0~64.4	61.9±4.5
	工业废水	1.00	52.7~59.2	56.4±4.2
	海水	4.00	59.3~63.7	61.1±4.1
o,p'-DDE	生活污水	0.250	92.4~96.8	94.7±4.3
	工业废水	1.00	90.6~92.8	92.4±2.5
	海水	4.00	90.5~97.3	93.9±6.0
α-氯丹	生活污水	0.250	55.2~61.6	59.1±5.0
	工业废水	1.00	54.5~58.7	57.8±3.7
	海水	4.00	56.1~63.5	59.9±5.5
硫丹 1	生活污水	0.250	91.6~98.0	95.1±5.0
	工业废水	1.00	91.0~93.6	91.5±2.9
	海水	4.00	88.9~95.3	92.3±4.8
p,p'-DDE	生活污水	0.250	73.6~82.0	76.4±6.4
	工业废水	1.00	69.2~73.9	71.5±3.3
	海水	4.00	75.5~81.5	79.2±4.8
狄氏剂	生活污水	0.250	87.3~93.0	91.5±4.3
	工业废水	1.00	87.4~93.2	90.3±3.8
	海水	4.00	84.2~89.4	86.7±4.0
o,p-DDD	生活污水	0.250	88.0~94.0	91.8±4.8
	工业废水	1.00	87.5~90.1	88.7±2.4

化合物名称	基质	浓度 (µg/L)	加标回收率 (%) 范围	加标回收最终值 (%)
	海水	4.00	85.2~96.7	90.1±7.7
异狄氏剂	生活污水	0.250	119~133	125.0±9.8
	工业废水	1.00	111~124	115.0±9.3
	海水	4.00	113.0~119.0	117.0±6.3
p,p'-DDD	生活污水	0.250	73.8~78.8	75.5±3.6
	工业废水	1.00	70.9~74.5	72.4±2.9
	海水	4.00	72.0~78.5	74.8±4.5
o,p'-DDT	生活污水	0.250	70.0~73.6	71.9±2.9
	工业废水	1.00	72.2~77.8	73.9±4.1
	海水	4.00	65.5~73.0	69.6±6.6
硫丹 2	生活污水	0.250	89.2~94.0	91.8±3.6
	工业废水	1.00	90.5~97.3	93.2±4.7
	海水	4.00	87.6~91.9	89.9±3.0
p,p'-DDT	生活污水	0.250	82.3~92.0	85.4±7.7
	工业废水	1.00	80.2~86.7	82.4±5.2
	海水	4.00	78.8~81.5	79.9±1.9
异狄氏剂醛	生活污水	0.250	88.4~92.8	90.5±3.0
	工业废水	1.00	87.2~92.4	90.2±3.4
	海水	4.00	86.2~90.6	88.8±3.3
硫丹硫酸酯	生活污水	0.250	87.4~93.7	90.7±4.4
	工业废水	1.00	88.2~95.4	92.3±5.8
	海水	4.00	88.1~93.6	91.1±3.8
甲氧滴滴涕	生活污水	0.250	118.3~125.8	121.9±6.0
	工业废水	1.00	111.5~114.4	112.5±2.1
	海水	4.00	104.5~115.3	109.8±7.2
异狄氏剂酮	生活污水	0.250	96.4~102.4	99.0±4.3
	工业废水	1.00	95.9~101.7	98.4±4.6
	海水	4.00	94.1~102.6	97.7±5.7