

附件 7

《土壤和沉积物 多氯联苯(单体)的测定 气相色谱法》
(征求意见稿)
编制说明

《土壤和沉积物 多氯联苯（单体）的测定 气相色谱法》

标准编制组

二〇一六年四月

项目名称：土壤 沉积物 多氯联苯（单体）的测定 气相色谱法

项目统一编号：1026

承担单位：江苏省环境监测中心

编制组主要成员：赵永刚 丁曦宁 章勇 李娟

标准所技术管理负责人：李敏、王海燕

标准处项目负责人：张朔

目 录

1、项目背景.....	1
1.1 任务来源.....	1
1.2 工作过程.....	1
2、标准制修订的必要性.....	1
2.1 被测对象（污染物项目）的环境危害行业在我国的发展概况.....	2
2.2 相关环保标准和环保工作的需要.....	2
3、国内外相关分析方法研究.....	3
3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究.....	3
3.2 国内相关分析方法研究.....	6
3.3 分析方法发展趋势和本方法参照的标准.....	
4 标准制修订的基本原则和技术路线.....	7
4.1 标准制修订的基本原则.....	7
4.2 标准制修订的技术路线.....	8
5 方法研究报告.....	10
5.1 方法研究的目的.....	10
5.2 方法原理.....	10
5.3 试剂和材料.....	10
5.4 仪器和设备.....	10
5.5 样品.....	11
5.6 分析步骤.....	12
5.7 方法的检出限和定量下限.....	18
5.8 方法的精密度和准确度.....	19
5.9 方法的适应性.....	22
5.10 结果计算.....	26
6.方法验证.....	27
6.1 方法验证方案.....	27
6.2 方法验证过程.....	29
6.3 方法验证数据的取舍.....	29
7.与开题报告的差异说明.....	29
8.标准的实施建议.....	29
9.参考文献.....	29

《土壤和沉积物 多氯联苯（单体）的测定 气相色谱法》

编制说明

1、项目背景

1.1 任务来源

根据国家环保总局下达的环办函[2008]44号《关于开展2008年度国家环境保护标准制修订项目工作的通知》，江苏省环境监测中心承担《土壤、沉积物中有机氯农药和多氯联苯的测定气相色谱法》标准制修订任务，项目编号为1026。

1.2 工作过程

（1）成立标准编制小组，查询国内外相关标准和文献资料

江苏省环境监测中心站接到任务通知后，立即成立了标准编制组，完成了任务书和合同的填报。编制组成员迅速开展相关资料和标准的调查工作，包括国内外相关分析方法的调研，查阅相关分析方法文献以及国内外与有机氯农药相关的环境质量标准及污染物排放标准。在广泛阅读、认真研究相关资料的基础上，结合实际工作中遇到的问题和总结的相关经验，制定了工作方案，开展了实验室内有机氯农药和多氯联苯萃取、浓缩及净化等内容的方法条件试验。同时，编写了开题报告和标准草案。

（2）开题论证，确定标准制订的技术路线

2009年6月在北京组织开题论证，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：将原方法名称改为《土壤、沉积物 有机氯农药和多氯联苯的测定 气相色谱法》；进一步明确目标化合物；实验室间验证样品选用实际样品加标或土壤（沉积物）有证标准物质。

（3）开展实验研究工作，组织方法验证

开题论证之后，编制人员对净化方法、分析方法进行了研究并开展了实验室方法性能的验证。在此基础上组织了5家实验室进行验证，首先就本标准方法内容进行了培训和讲解，并提出了验证的要求，由于本标准方法没有明确规定提取方法，因此验证时规定了提取使用微波萃取提取，净化采用弗罗里硅土柱净化。编制组对五家实验室的验证数据进行了统计，编写完成了本标准方法的验证报告。

（4）编写标准征求意见稿和编制说明（含方法验证报告）

（5）组织召开研讨会，确定方法修改完善内容

2014年9月27日在北京组织了本方法的研讨会，专家委员会听取了标准编制组前期工作汇报，提出：标准拆分为两项标准：“土壤、沉积物 有机氯农药的测定 气相色谱法”和“土壤、沉积物 多氯联苯（单体）的测定 气相色谱法”；注意多氯联苯前处理过程；补充低浓度点的验证数据；按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）进一步规范标准文本和编制说明。

2、标准制修订的必要性

2.1 多氯联苯环境危害

2.1.1 多氯联苯的基本理化性质

多氯联苯 (Polychlorinated biphenyls 或 Polychlorodiphenyls, 以下简称 PCBs) 指联苯苯环上的氢被氯取代而形成的多氯化合物, 又称氯化联苯。PCBs 的联苯苯环上有 10 个可被氢取代的位置, 按分子中氯原子数或氯的百分含量不同, 共有 209 种不同的 PCBs 单体, 以 PCB1、PCB2、PCB3.....PCB209 命名。PCBs 是一种无色或浅黄色的油状物质, 有稳定的物理化学性质, 沸点为 325℃~366℃, 属半挥发或不挥发物质, 水中溶解度随氯化程度而递减; 具有较强的腐蚀性; 难溶于水, 易溶于脂肪和其他有机化合物中; 具有低电导率, 良好的阻燃性、, 抗热解和抗多种氧化剂能力。

209 种 PCBs 中指示性 PCBs 和共平面 PCBs 这两类 PCBs 一直被重点关注。指示性 PCBs 指联合国 GEMS/FOOD 中规定作为 PCBs 污染状况进行替代监测的指示性单体, 包括 PCB28、PCB52、PCB101、CPB118、PCB138、PCB153、PCB180 共 7 种。共平面 PCBs 指毒性与二恶英接近的 PCB 单体, 包括 PCB81、PCB77、PCB123、PCB118、PCB114、PCB105、PCB126、PCB167、PCB156、PCB157、PCB169、PCB189 共 12 种。

2.1.2 多氯联苯的环境危害

由于 PCBs 的一些特殊性质, 如除高温下外一般不可燃、低电导率以及化学稳定性和难生物降解, PCBs 非常适合用于一些电力设备、液压设备和导热系统中。PCBs 已被用作绝缘油、阻燃剂、导热剂、液压油、增塑剂以及其它一些用途; 也被用于铁路变压器、矿井设备、无碳复写纸、颜料、电磁设备中, 作为一种显微衬纸介质和浸没油、光学液体以及天然气管道液体; 亦用作纤维素塑料、苯乙烯树脂和氯化橡胶的可塑剂, 也用作液压油、阻燃剂、蜡添加物、除尘剂、杀虫剂添加物、滑润剂、切削油、密封剂和堵漏剂。

多氯联苯在使用过程中, 可以通过废物排放、储油罐泄露、挥发和干、湿沉降等原因进入土壤及相连的水环境(简称土壤水环境)中, 造成土壤水环境的污染。目前人们已经发现植物和水生生物可以吸收多氯联苯, 并通过食物链传递和富集。美国、英国等许多国家都已在人乳中检出一定量的多氯联苯。多氯联苯进入人体后, 有致毒、致癌性能, 可引起肝损伤和白细胞增加症, 并通过母体传递给胎儿, 使胎儿畸形, 因此对人类健康危害极大, 目前各国已普遍减少使用或停止生产多氯联苯。但是, 多氯联苯已使用近40年的时间, 由于它用途极其广泛, 理化性质稳定, 又对人体健康危害较大, 因此各国都把多氯联苯列入必须优先处理的污染物名单中, 对已存在于土壤水环境的多氯联苯进行处理已迫在眉睫。

我国 1965 年开始生产多氯联苯, 80 年代初国内基本停止生产 PCBs, 估计历年累计产量近万吨。同时从 50 年代至 70 年代, 曾由一些发达国家进口部分含有多氯联苯的电力电容器、动力变压器等。目前中国多氯联苯及其污染物现存量仍然很大, 对多氯联苯(PCBs)的管理力度不够, 有关多氯联苯的技术规范不完善, 多氯联苯(PCBs)的处置与保管不当, 二次污染和永久性污染问题相当严重。

2.2 相关环保标准和环保工作的需要

我国土壤中多氯联苯的整体污染水平并不高, 但各区域间存在明显差异, 局部地区如一些发达城市土壤中 PCBs 污染较严重, 其基本特点是城市土壤中多氯联苯含量最高, 农村次之, 而偏远地区土壤中多氯联苯含量最低。我国城市表层土壤中 PCBs 的残留量以六

氯联苯为主，其次为三氯联苯，可能主要来源于生产多氯联苯的副产物或进口电容器中的 PCBs 转移；而我国农村和偏远地区土壤中 PCBs 主要以二氯联苯和三氯联苯为主，可能主要来源于大气 PCBs 传递。

2.2.1 环境质量标准与污染物排放（控制）标准的污染物项目监测要求

目前国家环境质量标准中涉及土壤沉积物中多氯联苯的有“展览会用地土壤环境质量评价标准”（HJ 350-2007）^[4]，国家污染物排放（控制）标准中涉及多氯联苯的有“含多氯联苯废物污染控制标准”（GB13015-91）^[5]（见表1）现行的国家环境质量标准和污染物排放（控制）标准与污染物排放（控制）标准中均还没有涉及土壤、沉积物中多氯联苯的监测要求。

表1 多氯联苯的环境质量标准与污染物排放（控制）标准

标准名称	标准号	污染物	控制浓度	测定方法
展览会用地土壤环境	HJ350-2007	PCBs 总量	A 级：0.2mg/kg	气相色谱法
含多氯联苯废物污染	GB13015-91	PCBs 总量	50 mg/kg	气相色谱法

2.2.2 环境保护重点工作涉及的污染物项目监测要求

2006 年-2007 年国家“土壤环境污染状况专项”调查中，要求对全国特定区域土壤中的多氯联苯（Arochlor 系列 7 种多氯联苯商业混合物 PCB1016、PCB1221、PCB1232、PCB1242、PCB1248、PCB1254、PCB1260）污染状况进行监测和调查。

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

3.1.1 说明国外标准分析方法的特点、应用情况

在土壤、沉积物多氯联苯测定方面，美国有 EPA8270C 方法（GC/MS 法测定半挥发性有机物）、EPA8080、EPA8082 等方法；国际标准化组织有 ISO 10382:2002^[6]（土质.有机氯农药和多氯化联苯的测定-电子俘获探测气相色谱法）等方法（见表2）。

表2 国外多氯联苯测定的标准方法

标准名称	标准号	前处理方法	分析方法	检出限
气相色谱质谱法测定半挥发性有机物	EPA8270	索氏提取、微波萃取、超声波萃取	气相色谱质谱法	---
气相色谱法测定有机氯农药和多氯联苯	EPA8080	索氏提取、超声波萃取	气相色谱法	---
气相色谱法测定多氯联苯	EPA8082	索氏提取、微波萃取、超声波萃取等	气相色谱法	---
土壤中多氯联苯和有机氯农药的测定	ISO 10382:2002	手工或机械振荡法、索氏提取、微波萃取、超声波萃取、压力溶剂萃取	气相色谱法	---

（1）国际标准化组织方法（ISO）

ISO 10382:2002 土质.有机氯农药和多氯化联苯的测定 电子俘获探测气相色谱法。该方法要求按照 ISO10381-1 的方法采集样品，按照 ISO11465 方法测定含水量。还详细规定了样品的保存方法：即将样品置于 10℃ 以下、暗处保存，或置于冰箱中保存。如果样品不均匀，需

将样品与无水硫酸钠混合后研磨样品（ISO14507）。

该方法采用手工或机械摇振法（或使用其它提取方式如超声波提取、微波提取或加压溶剂提取等方法，但要求进行适用性验证），提取样品中的土壤中有有机氯农药和多氯联苯。先用 50mL 丙酮摇振 15min，再用 50mL 石油醚摇振 15min 两次，合并提取溶液在分液漏斗中，加入 500mL 水，摇振后去除丙酮。石油醚提取液用无水硫酸钠干燥后进行浓缩。

该方法用氧化铝柱净化，用 TBA 硫酸试剂（含硫酸氢四丁基胺，(C₄H₉)₄NHSO₄）或焦化铜（pyrogenic copper）除硫，气相色谱 GC-ECD 法测定。

该方法还包含了用硅胶柱来分离多氯联苯、非极性的有机氯农药与极性较大的有机氯农药的预分离方法。即在自行填充的硅胶柱上分别收集两组组分，第一组含有PCB和非极性的有机氯农药如六氯苯、p,p'-DDT、七氯、艾氏剂，由己烷淋洗下来；第二组则含有极性较大的 α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、狄氏剂、异狄氏剂、o,p'-DDD、 α -硫丹，由己烷/乙醚（75/25）淋洗下来。

（2）美国环境保护局方法（EPA）

（a）EPA 8270 半挥发性有机物的气相色谱质谱测定法

该方法涉及的多氯联苯为多氯联苯商业混合物Aroclor系列7种，是美国法规中所重点控制的多氯联苯。前处理方法采样EPA3540^[7]（索氏提取）、EPA3541^[8]（自动索氏提取）、EPA3550^[9]（超声波提取）、EPA3546^[10]（微波萃取），分析方法为GC-MS。

表3 EPA8270方法中涉及的多氯联苯化合物

化合物	CAS 号
Aroclor1016	12674-11-2
Aroclor1221	11104-28-2
Aroclor1232	11141-16-5
Aroclor1242	53469-21-9
Aroclor1248	12672-29-6
Aroclor1254	11097-69-1
Aroclor1260	11096-82-5

（b）EPA8080 气相色谱法测定有机氯农药和多氯联苯

该方法用填充柱气相色谱—ECD检测器或电解电导检测器（HECD）来测定多氯联苯。针对PCBs测定，推荐用EPA3540（索氏提取）/3541（自动索氏提取）、EPA3550（超声波提取）提取土样，样品净化则采用硫酸/高锰酸盐净化方法（EPA3665）^[11]，然后再用硅胶净化（EPA3630）^[12]或氟罗里硅土净化（EPA3620）^[13]方法。

由于对多组分Aroclor的定性是采用样品谱图中的峰形状与标准Aroclor谱图相比较的方法，难免因样品与标准图谱不完全一致而造成定性困难。

表4 EPA8080方法中涉及的多氯联苯化合物

化合物	CAS 号
Aroclor1016	12674-11-2
Aroclor1221	11104-28-2
Aroclor1232	11141-16-5
Aroclor1242	53469-21-9
Aroclor1248	12672-29-6
Aroclor1254	11097-69-1
Aroclor1260	11096-82-5

(c) EPA8082 多氯联苯的气相色谱测定法

该方法是用毛细管柱气相色谱—ECD或ELCD法测定土壤等介质中多氯联苯，其目标化合物有7种混合物、19种单体，允许使用单柱或双柱系统来分析检测。在单柱上的分析结果需要在第二根色谱柱上用EPA8270GC/MS法作确认，所以本方法还规定了用双柱、双ECD法测定PCB，即两根极性不同的色谱柱共用同一个进样口，但最后分别进入两个ECD检测器，实现一次进样、获得两份分析结果。

在样品提取方面，推荐包括土壤在内的固体样品可以用EPA3540（索氏提取法）、EPA3541（自动索氏提取法）、EPA3545（加压溶剂提取法）、EPA3546微波萃取法、EPA3550（超声波提取法）、EPA3562^[14]（超临界流体萃取法）或其它方法提取，溶剂可以是1：1己烷—丙酮或1：1二氯甲烷—丙酮或其它溶剂。

在净化方面，要求用硫酸/高锰酸钾净化方法（EPA3665），指出该方法能除去许多单组分的有机氯或有机磷农药，是针对分析PCBs所用的净化方法。在样品制备过程中引入的酞酸酯类是PCB检测面临的主要干扰问题，可以用硫酸/高锰酸钾净化方法（EPA3665）除去。硫(S8)容易从土壤中被一起提取出来，对测定PCBs产生干扰，可用EPA 3660方法除去。

由于现实环境中的Aroclors由于长期暴露而降解等原因，很难与标准品的Aroclors完全对得上，因此，该方法选择了19种单体作为目标分析物，这19种单体也是Aroclor的主要成分，但它们不代表共平面的PCBs或毒性最大的PCBs。该方法还提到，对这19种PCB单体的分析方法也可用于分析其它的PCB单体，但在本方法所使用的GC柱及分析条件下并不能将209种单体一一分离开。

该方法的缺点是不能测定浓度极低（低于ppt）的共平面PCBs单体。另外，在土壤或底泥样品中，DDT可能会干扰Aroclor 1254的最后出现的色谱峰。

表5 EPA8082方法中涉及的多氯联苯化合物

化合物	CAS 号
Aroclor1016	12674-11-2
Aroclor1221	11104-28-2
Aroclor1232	11141-16-5
Aroclor1242	53469-21-9
Aroclor1248	12672-29-6
Aroclor1254	11097-69-1
Aroclor1260	11096-82-5
2-氯联苯	2051-60-7
2,3-二氯联苯	16605-91-7
2,2',5-三氯联苯	37680-65-2
2,4',5-三氯联苯	16606-02-3
2,2',3,5'-四氯联苯	41464-39-5
2,2',5,5'-四氯联苯	35693-99-3
2,3'44'-四氯联苯	32598-10-0
2,2'345'-五氯联苯	38380-03-9
2,2'455'-五氯联苯	37680-73-2
2,33'4'6-五氯联苯	38380-03-9
2,2'344'5'-六氯联苯	35065-28-2
2,2'3455'-六氯联苯	52712-04-6

2,2'355'6-六氯联苯	52663-63-5
2,2'44'55'-六氯联苯	35065-27-1
2,2'33'44'5-七氯联苯	35065-30-6
2,2'344'55'-七氯联苯	35065-29-3
2,2'344'5'6-七氯联苯	52663-69-1
2,2'34'55'6-七氯联苯	52663-68-0
2,2'33'445'55'6-十氯联苯	40186-72-9

3.1.2 说明国外相关污染物分析方法的发展趋势

国外土壤、沉积物中多氯联苯测定方面，在提取技术上，允许灵活采用多种现有的提取方法，包括传统的手工或机械振荡法、索氏提取法，也包括越来越多的采用耗时少、溶剂耗量少、提取效率高的新技术，如近年来发展并完善起来的超声波萃取、微波萃取、快速溶剂萃取等方法；净化方面较少使用安全性较差的酸洗净化法，而多采用针对不同基质特点的层析柱或固相小柱等方法净化法；分析方法上，一般采用灵敏度更高、选择性更好的气相色谱/质谱联用仪和气相色谱（GC-ECD）分析相辅助的方法。

3.1.3 说明与本方法标准的关系

本标准方法预计样品提取步骤参考 EPA3546 微波萃取法、EPA3550 超声波萃取法；样品提取液净化步骤参考 EPA3620 弗罗里硅土柱净化、EPA3665 硫酸/高锰酸盐净化、EPA3660 硫净化等方法；仪器分析方法及部分质量保证与控制要求参考 EPA8270、EPA8082 等方法。同时适应我国大部分环境监测及相关实验室仪器设备、技术能力，制定采用目前国内使用较多、耗时少、提取效率高的微波萃取等前处理方法提取土壤和沉积物中的多氯联苯，研究选择适用于土壤和沉积物的多种净化方法，如不同性质的层析柱和固相小柱净化、沉积物脱硫净化法等，用气相色谱法测定 7 种指示性多氯联苯（PCB28、PCB52、PCB101、CPB118、PCB138、PCB153、PCB180）和 12 种共平面多氯联苯（PCB81、PCB77、PCB123、PCB118、PCB114、PCB105、PCB126、PCB167、PCB156、PCB157、PCB169、PCB189）的监测方法标准。

3.2 国内相关分析方法研究

3.2.1 说明国内相关分析方法的特点、应用情况

我国目前暂无针对土壤、沉积物中多氯联苯测定的环境监测方法标准。目前正在制定的环境介质中多氯联苯监测方法标准有“固体废物 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法”（1093）、“水质 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法”（908），“土壤和沉积物 多氯联苯单体的测定 气相色谱质谱法”，以及本标准，此四项标准均已公开征求意见或者准备颁布。

在“展览会用地土壤环境质量评价标准（暂行）”（HJ350-2007）附录中，有相关于土壤中多氯联苯测定的监测方法，见HJ350-2007附录D和附录F。

HJ350-2007附录D是“土壤中半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法（毛细管柱技术）”，目标化合物中包含7种多氯联苯商业混合物（Arochlor）。但在方法的缺陷在于，没有针对多氯联苯的化合物特性在分析方法上做技术细节描述，也未提供多氯联苯分析及质量控制的参考数据。HJ350-2007附录F是“土壤中多氯联苯（PCBs）的测定 气相色谱法”，该方法针对7种多氯联苯商业混合物（Arochlor）和19种多氯联苯，允许使用索氏提取、快速溶剂萃取等提取技术、硫净化法和硫酸/高锰酸钾净化法进行萃取物净化、单进样口-双气相色

谱柱-双ECD检测器进行分析测定,并规定了比较详细的质量控制程序。该方法测定土壤中多氯联苯的方法检出限57-70 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。该方法选用气相色谱ECD检测器,是考虑ECD检测器对氯代物的高灵敏度,但是由于土壤样品本身背景复杂,同时环境介质中可能存在较高浓度的有机氯化物等的干扰,因此如果仅采用气相色谱法对土壤中的多氯联苯进行测定,无法很好应对和消除样品本身带来的干扰。

表6 国内多氯联苯测定的标准方法

标准名称	标准号	前处理方法	分析方法	检出限
土壤中半挥发性有机物的测定 气相色谱/质谱法	HJ350-2007 附录 D	索氏提取、超声波萃取	气相色谱-质谱法	---
土壤中多氯联苯(PCBs)的测定 气相色谱法	HJ350-2007 附录 F	索氏提取、快速溶剂萃取等; 硫净化法、硫酸/高锰酸钾净化法	气相色谱法	57-70 $\mu\text{g}/\text{kg}$

3.2.2说明与本方法标准的关系

本方法标准的样品提取和净化步骤参考附录 F “土壤中多氯联苯(PCBs)的测定 气相色谱法”的样品提取、净化和气相色谱测定方法,力争采用普及性高、先进的提取技术、净化技术和分析技术,建立土壤、沉积物中多氯联苯的气相色谱法分析测定的标准方法。

3.3 分析方法发展趋势和本方法参照的标准

由国内外目前对土壤和沉降物中多氯联苯的测定方法可见,索氏提取、微波萃取、超声波萃取、压力溶剂萃取等较成熟的固体样品提取方法均能很好得适用于多氯联苯目标化合物的提取;净化方法一般根据实际样品的特性,选择采用浓硫酸磺化、层析柱净化(如硅胶柱、弗罗里硅土柱)、铜粉脱硫等方法;分析方法则多采用气相色谱法(GC-ECD)法或气相色谱质谱法(GC-MS),对于痕量多氯联苯样品的分析也可采用高分辨气相色谱质谱法(GC-HRMS)。

本方法标准的样品提取和净化步骤参考了 EPA3546 微波萃取法、EPA3550 超声波萃取法及“展览会用地土壤环境质量评价标准(暂行)”(HJ350-2007)附录 F “土壤中多氯联苯(PCBs)的测定 气相色谱法”;样品提取液净化步骤参考 EPA3620 弗罗里硅土柱净化、EPA3665 硫酸/高锰酸盐净化、EPA3660 净化硫、及“展览会用地土壤环境质量评价标准(暂行)”(HJ350-2007)附录 F 等方法;仪器分析方法及部分质量保证与控制要求参考 EPA8270、EPA8082 等方法。

4 标准制修订的基本原则和技术路线

4.1 标准制修订的基本原则

4.1.1 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

目前国家环境质量标准中涉及土壤沉积物中多氯联苯的有“展览会用地土壤环境质量评价标准”(HJ350-2007)中规定 A 级控制标准为 0.2mg/kg, B 级为 1mg/kg。

本标准方法的检出限和测定范围预计对于较清洁土壤和沉积物样品,应至少满足 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 以上样品分析的要求。因此完全确保本标准方法能满足国内相关环保标准和环保工作的要求。

4.1.2方法准确可靠，满足各项方法特性指标的要求

6家方法验证实验室对空白石英砂高中低三个浓度加标样品进行测试，精密度和准确度良好，数据详见附录B。同时进行单实验室内或6家实验室方法适用性检验实验，对4种能比较完全代表不同性质土壤样品（砂质土、砂质壤土、粘壤土和沙子）、国内5个不同流域的沉积物样品（长江沉积物、松花江沉积物、滇池沉积物、海河沉积物和太湖沉积物）、土壤标准样品等不同浓度加标样品测试。

4.1.3方法具有普遍适用性，易于推广使用

本方法标准拟采用国内使用较多、耗时少、溶剂耗量少、提取效率高的前处理方法对土壤、沉积物中的多氯联苯进行提取；拟采用便捷、净化效果较好的层析柱或商业化净化柱对土壤、沉积物中的多氯联苯提取液进行净化处理；拟采用气相色谱法对多氯联苯进行定性、定量分析；制定出适应我国大部分环境监测及相关实验室仪器设备、技术能力的土壤、沉积物中的多氯联苯气相色谱法监测方法标准。

4.2 标准制修订的技术路线

4.2.1 介绍标准拟采用的分析测试技术方案的理由，含各种技术方案的优劣和适用性比较

由于多氯联苯属于持久性有机物，因此土壤沉积物中多氯联苯的提取，目前多种适用于固体样品提取方法均可以选用，如索氏提取、自动索氏提取、微波萃取、超声波萃取、快速溶剂萃取。各种提取方法的提取效率在国内外标准方法和文献中，均经验证有良好的提取效率。同时目前国家环境标准方法制定中，已设立专项标准对土壤沉积物中各种有机化合物的提取进行研究。

本标准选用微波萃取法、超声波提取法，对土壤沉积物中多氯联苯进行提取。本标准的使用，允许使用者经过验证，在各项性能指标符合要求时，也可采用选用索氏提取、自动索氏提取、快速溶剂萃取等提取方法。

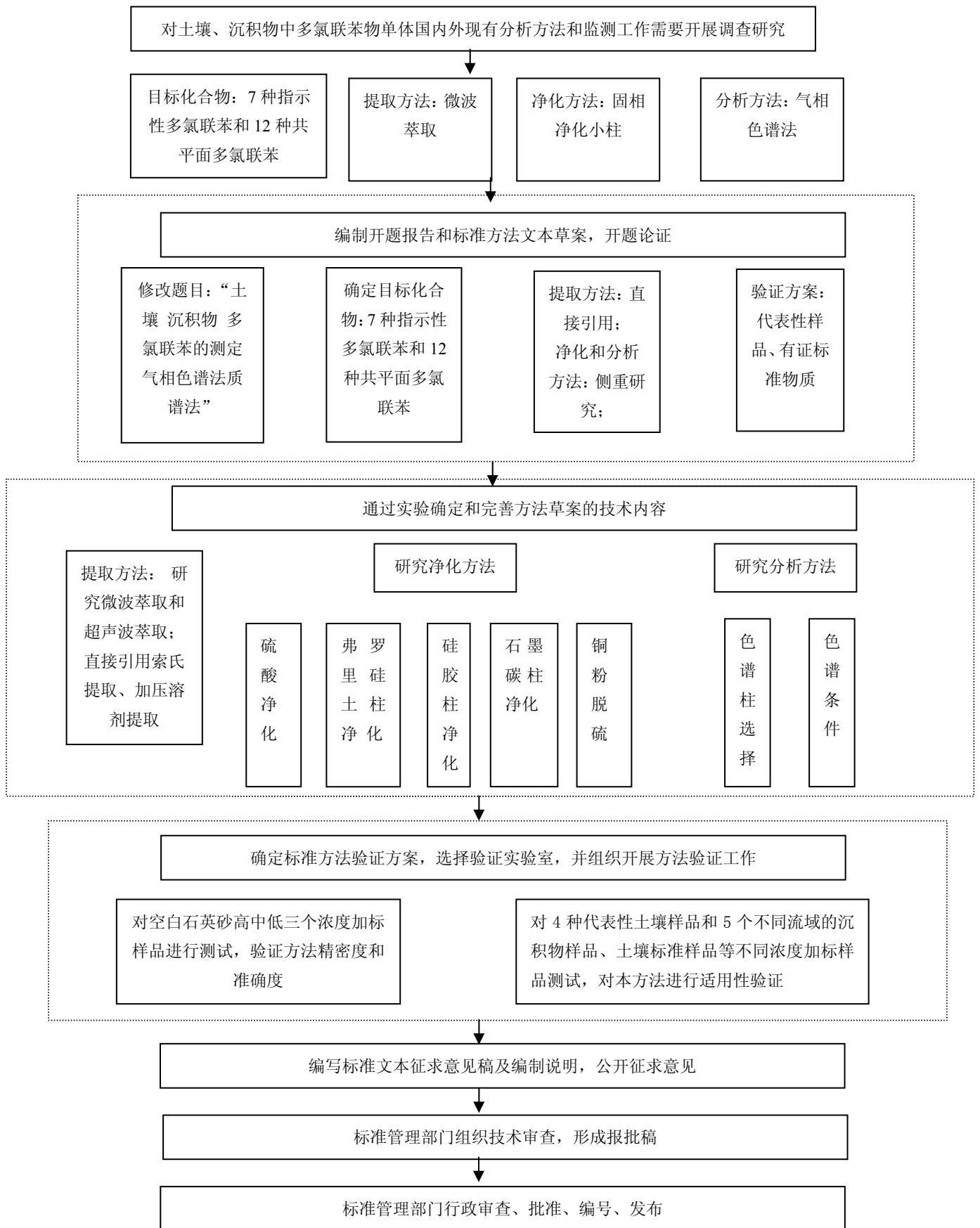
土壤沉积物样品分析中对分析灵敏度、定性定量准确性等方面影响较大的是背景干扰。因此本标准在多氯联苯净化方法上做了详细的方法性研究，对酸洗、弗罗里硅土固相小柱、氧化铝固相小柱（酸性、中性、碱性）、石墨碳固相小柱、硅胶固相小柱各种净化方法进行了方法研究。

4.2.2 今后国内环境监测工作应用拟采用的分析测试技术方案前景分析，包括目前国内环境监测相同仪器设备的装备情况

目前国内环境监测工作中对土壤沉积物中多氯联苯的测定，采用气相色谱法进行分析，从提取设备、净化方法、气相色谱仪的仪器配备方面，基本是非常普遍进行配置的。因此本标准在目前国内环境监测工作中的推广和应用，是完全可以普适的。

今后在气相色谱/质谱仪的配置普遍性越来越高后，可以选用气相色谱/质谱法进行补充测定，可以对土壤沉积物中低浓度或痕量多氯联苯化合物的更精准地定性定量分析。

4.2.3 绘制详细的技术路线图



5 方法研究报告

5.1 方法研究的目的

5.1.1 说明方法标准适用的环境要素、被测对象

本方法标准适用于土壤、沉积物中 7 种指示性多氯联苯和 12 种共平面多氯联苯的测定多氯联苯的分析测定。其他多氯联苯经过方法验证，各项性能指标符合要求，也可采用本方法测定。

209 种 PCBs 中指示性 PCBs 和共平面 PCBs 这两类 PCBs 一直被重点关注。指示性 PCBs 指联合国 GEMS/FOOD 中规定作为 PCBs 污染状况进行替代监测的指示性单体，包括 PCB28、PCB52、PCB101、CPB118、PCB138、PCB153、PCB180 共 7 种。共平面 PCBs 指毒性与二恶英接近的 PCB 单体，包括 PCB81、PCB77、PCB123、PCB118、PCB114、PCB105、PCB126、PCB167、PCB156、PCB157、PCB169、PCB189 共 12 种。因此本标准选择这两类具有环境代表特性的 PCBs 作为分析测定的目标。

5.1.2 说明方法标准拟达到的特性指标要求。

本标准的检出限、定量测定范围、精密度、准确度等特性指标见方法验证报告表 2-1。

5.2 方法原理

土壤、沉积物中的多氯联苯采用微波萃取法、超声波提取或其它等效萃取方法，根据样品基体干扰情况选择适当的净化方法（如浓硫酸磺化、铜粉脱硫、弗罗里硅土柱、氧化铝等固相净化小柱）去除干扰物，用气相色谱法检测。

5.3 试剂和材料

本方法标准中使用的有机溶剂均要求符合国家标准的色谱纯，包括正己烷、丙酮。硝酸、无水硫酸钠为优级纯。铜粉纯度不低于 99.5%。标准溶液可直接购买有证标准溶液，也可用标准物质制备。实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

5.3.1 无水硫酸钠(Na_2SO_4): 优级纯。

无水硫酸钠用于样品预处理过程中除水,要求无水硫酸钠中不含干扰多氯联苯目标化合物测定的杂质。无水硫酸钠使用前,需在马弗炉中 450℃烘烤 4 小时后冷却,置于干燥器内备用。

5.3.2 铜粉 (Cu): 99.5%。

铜粉每次临用前,需用稀硝酸(1+9)浸泡 10min 左右,去除表面的氧化物,确保铜粉具有有效脱硫的活性。稀硫酸活化后,用蒸馏水洗去铜粉表面残留的酸,再用丙酮清洗,并在氮气流下干燥铜粉,使铜粉具光亮的表面。活化后的铜粉和空气接触,会很快降低铜粉的活性,因此活化铜粉后应尽量避免与空气接触,尽快使用。

5.3.3 石英砂: 99.9%

石英砂用于空白试样的制备,因此要求石英砂中多氯联苯目标化合物的含量低于本方法的检查限,同时不含影响测定的杂质。

石英砂在使用前,需在马弗炉中 450℃烘烤 4 小时后冷却,置于干燥器内备用。

5.4 仪器和设备

按照 HJ/T166 和 GB 17378.3 的要求，采样工具使用对多氯联苯无吸附作用的不锈钢或铝合金材质器具，样品容器使用对多氯联苯无吸附作用的不锈钢或玻璃材质密封器具。

5.4.1 气相色谱 ECD 检测器，具分流/不分流进样口，能对载气进行电子压力控制，可程序升温。

5.4.2 色谱柱：30 m×0.25 mm，膜厚 0.25 μm（5%-苯基-甲基聚硅氧烷固定液），或等效质谱分析专用色谱柱，需使待分析的多氯联苯目标化合物实现有效分离。

5.4.3 提取装置：微波萃取装置、索氏提取装置、探头式超声提取装置或具有相当功能的设备，需在临用前及使用中进行空白试验，所有接口处严禁使用油脂润滑剂。探头式超声提取装置的功率须不低于 450W。

5.4.4 浓缩仪：氮吹浓缩仪、旋转蒸发仪、K-D 浓缩仪或具有相当功能的设备。其中氮吹浓缩仪需有氮气流量调节功能，以保证在小流量氮气条件下多氯联苯目标化合物浓缩有良好的回收率。

5.5 样品

5.5.1 样品的采集

土壤样品的采集参照 HJ/T166 的相关要求进行，沉积物样品的采集参照 GB17378.3 的相关要求进行。采样工具应保持清洁，采样前应使用水和有机溶剂清洗，避免采集样品间的交叉污染。

5.5.2 样品的保存

按照 HJ/T166 及 GB17378.3 要求，将采集后的土壤和沉积物样品处理后，保存在棕色玻璃瓶中。土壤和沉积物样品 4℃ 以下冷藏的保存时间为 14d，样品提取溶液 4℃ 以下避光冷藏保存时间为 40d，参见 EPA8082 及 EPA chap 4 。

5.5.3 样品的预处理

土壤和沉积物样品预处理参照 HJ/T166 及 GB17378.5 相关部分进行操作，应避免日光直接照射及样品的交叉污染。

多氯联苯属持久性有机污染物，常用的提取固体样品中有机物的方法均能适用，如 EPA3546 微波萃取法、EPA3550 超声波萃取法、EPA3540 索氏提取法、EPA3541 自动索氏提取法、EPA3545 加压流体萃取法，均可以参考其使用条件适用于土壤和沉积物中多氯联苯的提取。

分别使用微波萃取、超声萃取、索氏提取、加压流体萃取对 100μg/L 18 种多氯联苯在石英砂基体上的样品进行前处理，由表 7 可见，微波萃取和加压流体萃取效果相似，本实验以微波萃取为前处理方式，微波萃取回收率在 87.7%~109%，超声波萃取回收率在 79.2%~94.2%，索氏萃取回收率在 72.3%~90.2%，加压流体萃取回收率在 90.6%~104%，考虑目前监测系统使用前处理的需求，本方法选用微波萃取为前处理方法。

表 7 各种前处理结果比较

序号	化合物	微波萃取	超声萃取	索氏提取	加压流体萃取
1	PCB28	96.4	79.5	75.6	95.6
2	PCB52	96.3	80.2	72.3	102
3	PCB101	103	81.5	80.5	93.6
4	PCB81	108	85.6	80.6	94.2

5	PCB77	94.6	85.6	85.6	96.5
6	PCB123	100	79.2	84.2	97.2
7	PCB118	94.8	80.5	85.2	96.5
8	PCB114	94.2	82.6	86.3	97.5
9	PCB153	103	90.4	87.6	101
10	PCB105	99.1	85.6	90.2	95.2
11	PCB138	109	88.6	85.6	103
12	PCB126	109	82.3	86.6	101
13	PCB167	100	90.1	81.5	94.5
14	PCB156	97.4	85.3	85.6	96.5
15	PCB157	87.7	87.5	83.6	90.6
16	PCB180	94.5	84.2	88.5	96.5
17	PCB169	98.3	86.3	84.3	98.6
18	PCB189	109	94.2	87.2	104

5.6 分析步骤

5.6.1 净化及干扰去除条件选择

5.6.1.1 氟罗里柱净化

氟罗里净化柱是最常用的分析杀虫剂及多氯联苯的净化手段，氟罗里硅土是多孔的硅酸镁颗粒，其极性强于硅胶，可以有效地去除干扰杀虫剂及多氯碳氢化合物分析的极性有机化合物。参考 EPA3620b 中条件，选择正己烷及正己烷/丙酮（9+1）混合溶剂作为洗脱溶剂，由表 7-1 可见，正己烷/丙酮（9+1）混合溶剂作为洗脱溶剂，多氯联苯目标化合物回收率较好，因此选用其作为洗脱溶剂。

1.0mL 浓度为 100 μ g/L 18 种多氯联苯目标化合物在氟罗里柱（1 g，6 ml）上进行净化，使用不同体积的正己烷/丙酮溶液（9:1）混合溶剂进行洗脱，淋洗的洗脱回收率见表 8-2-1。由表 8-2-2 可见，替代物及所有多氯联苯目标化合物在洗脱液体积 8~10mL，已达到完全的回收。使用 10mL 混合溶剂淋洗的回收率在 87.3%~110%。

表 8-2-1 氟罗里柱不同溶剂淋洗的洗脱回收率

序号	化合物	10ml 正己烷淋洗回收率(%)	10mL 正己烷/丙酮（9+1）淋洗回收率（%）
1	PCB28	81.7	95.9
2	PCB52	80.2	95.8
3	PCB101	79.3	104
4	PCB81	90.5	109
5	PCB77	92.1	94.1
6	PCB123	82.6	99.8
7	PCB118	83.6	94.3
8	PCB114	83.1	93.7
9	PCB153	78.1	104
10	PCB105	90.2	98.6
11	PCB138	85.5	110
12	PCB126	92.5	110
13	PCB167	80.5	101
14	PCB156	84.3	96.9
15	PCB157	87.2	87.3
16	PCB180	76.5	94.0

序号	化合物	10ml 正己烷淋洗回收率(%)	10mL 正己烷/丙酮 (9+1) 淋洗回收率 (%)
17	PCB169	88.1	97.8
18	PCB189	78.6	110

表 8-2-2 氟罗里柱正己烷/丙酮 (9+1) 混合溶剂不同体积溶剂淋洗的洗脱回收率

序号	化合物	不同体积溶剂淋洗的洗脱回收率(%)					10ml 溶剂淋洗的洗脱回收率 (%)
		2ml	4ml	6ml	8ml	10ml	
1	PCB28	62.5	29.0	2.6	1.2	0.6	96.0
2	PCB52	66.6	24.4	3.0	1.2	0.7	95.9
3	PCB101	78.6	20.7	2.7	1.3	0.7	104
4	PCB81	67.1	36.2	3.5	1.5	0.9	109
5	PCB77	49.3	40.2	3.0	1.2	0.5	94.1
6	PCB123	72.8	22.7	2.5	1.2	0.5	99.9
7	PCB118	67.6	22.4	2.5	1.1	0.7	94.4
8	PCB114	67.4	22.1	2.5	1.2	0.6	93.8
9	PCB153	82.5	16.5	2.7	1.6	0.6	104
10	PCB105	58.2	35.4	3.1	1.3	0.7	98.7
11	PCB138	75.7	29.3	3.0	1.2	0.7	110
12	PCB126	64.6	40.3	3.4	1.3	0.6	110
13	PCB167	76.6	20.2	2.4	1.4	0.6	101
14	PCB156	69.6	25.2	2.4	1.1	0.6	98.8
15	PCB157	60.3	23.7	2.2	0.9	0.4	87.4
16	PCB180	75.5	14.5	2.4	1.2	0.5	94.0
17	PCB169	50.8	41.2	3.6	1.7	0.6	97.9
18	PCB189	86.4	19.2	2.6	1.6	0.2	110

5.6.6.2 硅胶柱净化

硅胶净化柱是有硅酸钠与硫酸反应，经一定工艺支撑的多孔的粒状聚合物的极性固定相，硅胶对有机物的吸附能力随其极性的增加而加强。测定多氯联苯当样品中含氯代烃类杀虫剂干扰时，可用硅胶柱净化。参考 EPA3660c 硅胶净化去除氯代烃类杀虫剂的条件，用正己烷作为洗脱溶剂。

1.0mL浓度为 18 种多氯联苯目标化合物在硅胶柱（1 g，6 ml）上进行净化，使用不同体积的正己烷溶剂进行洗脱，淋洗的洗脱回收率见表 9。由表 9 可见，替代物及所有多氯联苯目标化合物在洗脱液体积 8~10mL，已达到完全的回收。使用 10mL混合溶剂淋洗的回收率在 82.6%~109%。

表 9硅胶柱不同体积正己烷淋洗的洗脱回收率

序号	化合物	不同体积溶剂淋洗的洗脱回收率(%)					10mL 溶剂淋洗的洗脱回收率(%)
		2mL	4mL	6mL	8mL	10mL	
1	PCB28	10.6	93.5	3.4	1.2	0.5	109
2	PCB52	11.6	85.5	2.7	1.2	0.5	101
3	PCB101	27.3	73.8	1.8	1.3	0.4	105
4	PCB81	7.1	93.2	1.4	1.5	0.4	104
5	PCB77	0.5	89.8	1.1	1.2	0.3	92.9
6	PCB123	21.2	72.1	1.2	1.2	0.4	96.2
7	PCB118	19.6	74.3	1.5	1.1	0.3	96.8
8	PCB114	21.2	72.2	1.3	1.2	0.4	96.2

序号	化合物	不同体积溶剂淋洗的洗脱回收率(%)					10mL 溶剂淋洗的洗脱回收率(%)
		2mL	4mL	6mL	8mL	10mL	
9	PCB153	45.2	48.5	1.4	1.6	0.4	97.0
10	PCB105	1.8	95.2	4.2	1.3	0.3	103
11	PCB138	13.0	83.9	1.2	1.2	0.4	99.8
12	PCB126	4.3	93.4	0.6	1.3	0.4	100
13	PCB167	33.7	51.9	0.9	1.4	0.3	88.2
14	PCB156	16.3	68.1	0.7	1.1	0.3	86.6
15	PCB157	5.5	74.0	0.1	3.0	0.3	82.8
16	PCB180	38.4	44.2	1.7	1.2	0.2	85.7
17	PCB169	11.6	77.5	3.3	1.7	0.3	94.5
18	PCB189	36.0	51.5	1.1	1.6	0.3	90.5

5.6.1.3 石墨碳柱净化

非多孔石墨化碳黑净化柱，对平面结构分子具有很强的吸附性，对色素类干扰物质的有较好的净化效果。1.0mL浓度为 100 μ g/L 18 种对氯联苯单体目标化合物在石墨碳柱（1 g，6 ml）上进行净化，分别使用正己烷、正己烷/丙酮（9：1）混合溶液和甲苯溶剂进行洗脱，12mL正己烷淋洗多氯联苯的回收率均低于 80%，正己烷/丙酮（9：1）混合溶液和甲苯溶剂淋洗的洗脱回收率见表 10 和表 11。由表 10 可见，用正己烷/丙酮溶液（9：1）混合溶液进行洗脱，在洗脱液体积达 12mL时，部分多氯联苯化合物达到一定的回收率 51.0%~91.1%，而有 4 种多氯联苯（PCB81、PCB77、PCB126 和 PCB169）无法洗脱，回收率为 0。由表 11 可见，用甲苯溶液进行洗脱，在洗脱液体积达 12mL时，替代物及所有多氯联苯目标化合物已达到完全的回收，回收率在 94.5%~113%。

表 10 石墨碳柱不同体积正己烷/丙酮溶液（9：1）混合溶剂淋洗的洗脱回收率

序号	化合物	不同溶剂溶剂淋洗的洗脱回收率(%)						12mL 溶剂淋洗的洗脱回收率(%)
		2mL	4mL	6mL	8mL	10mL	12mL	
1	PCB28	0.2	62.7	16.4	3.2	1.9	0.9	85.4
2	PCB52	85.0	4.6	0.5	1.1	0.0	0.0	91.1
3	PCB101	84.6	5.1	0.4	0.0	0.0	0.0	90.1
4	PCB81	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
5	PCB77	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
6	PCB123	0.0	7.5	39.0	16.1	7.9	3.0	73.5
7	PCB118	0.0	9.4	38.6	13.5	7.2	3.3	71.9
8	PCB14	0.0	27.8	43.0	6.8	1.8	1.1	80.5
9	PCB153	82.2	4.4	0.3	0.0	0.0	0.0	87.0
10	PCB105	0.0	3.9	26.8	16.2	10.1	3.7	60.7
11	PCB138	76.3	6.9	0.5	0.0	0.0	0.0	83.7
12	PCB126	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
13	PCB167	0.0	1.5	23.8	22.9	12.8	6.6	67.7
14	PCB156	0.0	4.7	38.0	19.2	8.7	2.4	73.0
15	PCB157	0.0	0.0	10.4	16.2	16.3	8.0	51.0
16	PCB180	64.2	10.6	0.6	0.0	0.0	0.0	75.4
17	PCB169	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
18	PCB189	0.0	0.0	19.0	19.8	14.9	6.2	59.9

表 11 石墨碳柱不同体积甲苯溶剂淋洗的洗脱回收率

序号	化合物	不同溶剂溶剂淋洗的洗脱回收率(%)				12mL 溶剂淋洗的洗脱回收率(%)
		2mL	5mL	10mL	12mL	
1	PCB28	35.9	38.1	21.6	1.9	94.5
2	PCB52	46.3	29.5	25.2	1.9	99.9
3	PCB101	42.7	34.6	22.7	2.0	99.0
4	PCB81	2.5	93.1	10.1	2.1	105
8	PCB77	3.6	97.3	13.6	1.9	113
6	PCB123	33.4	47.5	22.9	1.9	103
7	PCB118	32.7	50.0	22.0	1.8	103
8	PCB114	25.0	64.5	14.7	1.9	103
9	PCB153	45.8	25.0	35.5	2.2	105
10	PCB105	43.5	34.2	32.5	2.0	109
11	PCB138	48.9	49.6	35.1	1.9	112
12	PCB126	37.2	46.6	40.7	2.0	103
13	PCB167	26.7	61.9	9.6	2.0	97.2
14	PCB156	37.4	47.6	17.5	1.8	101
15	PCB157	1.0	74.7	31.0	3.2	107
16	PCB180	1.0	71.6	34.7	1.9	106
17	PCB169	28.0	61.0	14.7	2.3	103
18	PCB189	35.9	38.1	21.6	1.9	94.5

5.6.1.4 硫酸净化

如提取液颜色较深，可首先采用硫酸（1+1）进行净化。可去除大部分有机杂质包括部分有机氯农药干扰。用约提取液两倍体积的硫酸（1+1）进行酸洗净化，净化后多氯联苯目标化合物有很好的回收率（见表 12），18 种多氯联苯化合物的回收率为 88.7%~103%。

表 12 硫酸（1:1）酸洗净化多氯联苯的回收率

序号	化合物	1: 1 硫酸净化回收率(%)
1	PCB28	96.1
2	PCB52	90.6
3	PCB101	93.1
4	PCB81	94.6
5	PCB77	96.9
6	PCB123	92.0
7	PCB118	94.1
8	PCB114	93.8
9	PCB153	88.7
10	PCB105	94.0
11	PCB138	89.6
12	PCB126	93.8
13	PCB167	93.2
14	PCB156	96.4
15	PCB157	95.5
16	PCB180	95.1
17	PCB169	103
18	PCB189	96.7

5.6.1.4 硫干扰的净化

沉积物样品中常含有大量的以多原子聚合状存在的元素硫，在萃取和净化过程中常因为和多氯联苯有相似的行为而对分析产生强烈干扰。采用铜粉脱硫，应进行有效的活化，保证脱硫的效率^[15]。

铜粉使用前用稀硝酸（1+9）活化，去除表面的氧化物。用蒸馏水洗去残留的酸，再用丙酮清洗，并在氮气流下干燥铜粉，使铜粉具光亮的表面。每次临用前处理。

活化后的铜粉应具有鲜亮的色泽。图 2 为有效活性铜粉净化海底沉积物样品 A 后的色谱图，图 3 为同样条件活化后的铜粉与空气接触 5~10 分钟后净化样品 A 的色谱图。由图可见，活化后的铜粉和空气接触，会很快降低铜粉的活性，因此在活化铜粉后应尽量避免与空气接触。

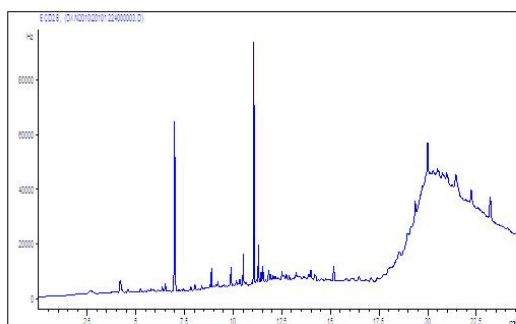


图 2 有效活性铜粉净化海底沉积物样品 A 色谱图

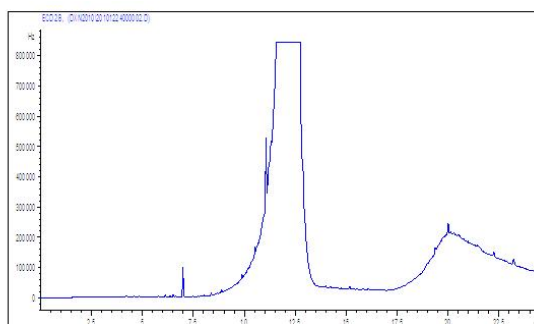


图 3 铜粉与空气接触失活后净化样品 A 的色谱图

5.6.2 气相色谱柱的选择

多氯联苯系列化合物属于非极性化合物，因此一般使用弱极性或非极性色谱柱对其进行分离和分析。目前，常用于多氯联苯分析的色谱柱有 DB-5（30 m×0.25 mm，膜厚 0.25 μm）、DB-XLB（30 m×0.25 mm，膜厚 0.5 μm）、和 DB-1701（30 m×0.32 mm，膜厚 1.0 μm）等。采用上述三种常用色谱柱对 18 种多氯联苯进行测定，经色谱分离条件优化后，18 种多氯联苯在三种色谱柱上的色谱峰保留时间见表 13。三种均可以达到分离效果，但是 1701 柱分离效果不好，有些组分不能完全分离；DB-5 分析时间短，对于气相分析中干扰比较大，会影响测定；因此，本标准选用 DB-XLB 色谱柱对目标化合物 18 种多氯联苯进行分离分析。

样品分析前，为确保定性的准确性，应建立适当的保留时间窗，如果保留时间窗过严或过宽可能会造成定性结果带来假阳性或假阴性。参见 EPA8000 方法中保留时间窗的建立，初次校准时在 72 小时中平行测定三次各标准物质取其三次保留时间的平均值为 t ，将上述平行测定的各标准物质三次保留时间计算标准偏差为 s ，则 $t \pm 3s$ 为各目标化合物的保留时间窗。当样品分析时，目标化合物保留时间应在保留时间窗内。如目标化合物保留时间未能满足在保留时间窗内，则应查找原因，或重新分析绘制目标化合物的校准曲线。

表 13 18 种多氯联苯在色谱柱上的色谱峰保留时间

序号	化合物	保留时间 (min)		
		DB-1701 柱	DB-XLB 柱	DB-5 柱
1	PCB 28	11.936	17.634	10.389

2	PCB 52	12.655	18.587	10.735
3	PCB 101	13.771	21.206	11.767
4	PCB 81	14.934	22.683	12.192
5	PCB 77	16.432	23.122	12.351
6	PCB 123	17.120	23.672	12.685
7	PCB 118	17.425	23.900	12.748
8	PCB 114	17.595	24.410	12.946
9	PCB 153	17.932	24.551	13.133
10	PCB 105	18.103	25.191	13.241
11	PCB 138	18.679	26.033	13.706
12	PCB 126	19.095	27.350	13.955
13	PCB 167	19.652	28.093	14.392
14	PCB 156	19.802	29.753	15.009
15	PCB 157	20.484	30.055	15.151
16	PCB 180	20.707	30.352	15.480
17	PCB 169	21.845	33.561	16.228
18	PCB 189	22.803	36.639	17.645

5.6.3 标准曲线绘制

将多氯联苯标准使用液进一步稀释，配制浓度系列标准溶液（如标准系列溶液参考浓度依次为 5、10、20、50、100、200、250、500 $\mu\text{g/L}$ ），结果见表 14。由表 14 可见，18 种多氯联苯在两个数量级浓度范围内，线性范围良好，可以满足监测分析的要求。

表 14 18 种多氯联苯的标准曲线

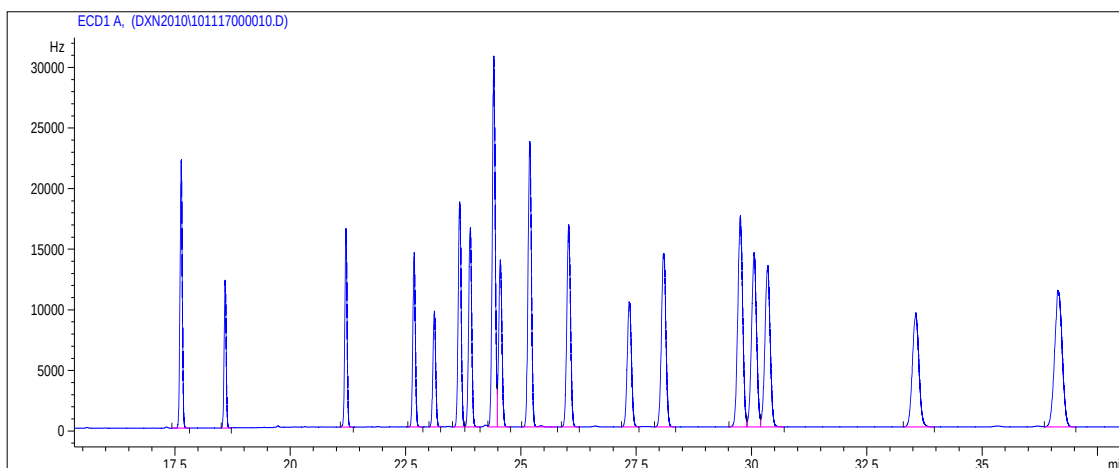
分析组分	标准曲线	相关系数
PCB 28	$y=76.7x+256$	$\gamma=0.9995$
PCB 52	$y=51.1x+314$	$\gamma=0.9990$
PCB 101	$y=75.2x+411$	$\gamma=0.9993$
PCB81	$y=67.8x+396$	$\gamma=0.9995$
PCB 77	$y=52.7x+381$	$\gamma=0.9992$
PCB 123	$y=105x+423$	$\gamma=0.9997$
PCB 118	$y=188x+731$	$\gamma=0.9996$
PCB 114	$y=159x+178$	$\gamma=0.9999$
PCB 153	$y=91.4x+482$	$\gamma=0.9995$
PCB 105	$y=144x+260$	$\gamma=0.9999$
PCB 138	$y=123x+418$	$\gamma=0.9997$
PCB 126	$y=71.1x+438$	$\gamma=0.9994$
PCB 167	$y=110x+472$	$\gamma=0.9998$
PCB 156	$y=169x+165$	$\gamma=0.9999$
PCB 157	$y=142x+301$	$\gamma=0.9999$
PCB 180	$y=141x+359$	$\gamma=0.9998$
PCB 169	$y=94.6x+418$	$\gamma=0.9997$
PCB189	$y=156x+277$	$\gamma=0.9999$

5.6.4 气相色谱/分析

5.6.4.1 气相色谱分析条件

进样口温度:220 $^{\circ}\text{C}$ ，不分流进样（0.75min 后分流比 40mL/min）；柱流量:1.0mL/min（恒流）；柱温：100 $^{\circ}\text{C}$ （保持 0min）以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 220 $^{\circ}\text{C}$ （5min）；以 15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 260 $^{\circ}\text{C}$ （20min）（总分析时间 39.67 分钟）；检测器温度：280 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.4.2 气相色谱图



1- 2,4,4'-三氯联苯； 2- 2,2',5,5'-四氯联苯； 3- 2,2',4,5,5'-五氯联苯； 4- 3,4,4',5-四氯联苯； 5- 3,3',4,4'-四氯联苯； 6- 2,3,4,4',5-五氯联苯； 7- 2,3',4,4',5-五氯联苯； 8- 2,3,4,4',5-五氯联苯； 9- 2,2',4,4',5,5'-六氯联苯； 10- 2,3,3',4,4'-五氯联苯； 11- 2,2',3,4,4',5'-六氯联苯； 12- 3,3',4,4',5-五氯联苯； 13- 2,3',4,4',5,5'-六氯联苯； 14- 2,3,3',4,4',5-六氯联苯； 15- 2,3,3',4,4',5'-六氯联苯； 16- 2,2',3,4,4',5,5'-七氯联苯； 17- 3,3',4,4',5,5'-六氯联苯； 18- 2,3,3',4,4',5,5'-七氯联苯

图 4 18 种多氯联苯气相色谱图

5.7 方法的检出限和定量下限

按HJ168 的规定，连续分析 7 个接近于检出限浓度的实验室空白加标样品，计算其标准偏差 $S \cdot t_{(n-1, 0.99)}$ （如果连续分析 7 个样品，在 99%的置信区间，此时 $t_{6,0.99}=3.143$ ），其中： $t_{(n-1,0.99)}$ 为置信度为 99%、自由度为 $n-1$ 时的t值， n 为重复分析的样品数，相当于是 3.143 倍低浓度样品 7 次测定的标准偏差，即方法检出限 $MDL=3.143S$ ，测定下限为检出限的 4 倍。

本实验以采用 0.2 $\mu\text{g/kg}$ 加标浓度计算最小检出限符合 HJ168 对确定方法最小检测限的规定，其中 66.1%的多氯联苯加标浓度满足在 3~5 倍计算出的方法检出限范围内，100% 的多氯联苯加标浓度满足在 1~10 倍计算出的方法检出限范围内。因此 18 种多氯联苯的检出限为 0.02~0.06 $\mu\text{g/kg}$ ，定量下限为 0.10~0.25 $\mu\text{g/kg}$ 。

表 15 添加浓度(0.2 $\mu\text{g/kg}$)—空白基体测定精密度（单位： $\mu\text{g/kg}$ ）

化合物名称	1	2	3	4	5	6	7	标准偏差	检出限 MDL
PCB 28	0.21	0.22	0.2	0.2	0.21	0.2	0.19	0.010	0.03
PCB 52	0.2	0.2	0.19	0.19	0.21	0.21	0.18	0.011	0.03
PCB 101	0.23	0.23	0.22	0.23	0.23	0.23	0.21	0.008	0.02
PCB81	0.23	0.21	0.21	0.21	0.23	0.23	0.2	0.013	0.04
PCB 77	0.2	0.18	0.2	0.22	0.21	0.22	0.17	0.019	0.06
PCB 123	0.22	0.21	0.21	0.22	0.22	0.22	0.2	0.008	0.02
PCB 118	0.23	0.21	0.21	0.21	0.24	0.22	0.21	0.012	0.04
PCB 114	0.2	0.18	0.18	0.19	0.21	0.19	0.17	0.013	0.04
PCB 153	0.19	0.21	0.22	0.22	0.23	0.18	0.23	0.020	0.06
PCB 105	0.23	0.22	0.21	0.23	0.26	0.22	0.21	0.017	0.05
PCB 138	0.18	0.19	0.2	0.18	0.2	0.18	0.17	0.011	0.04

PCB 126	0.21	0.21	0.2	0.21	0.22	0.2	0.19	0.010	0.03
PCB 167	0.2	0.18	0.19	0.2	0.21	0.19	0.17	0.013	0.04
PCB 156	0.22	0.21	0.21	0.21	0.22	0.22	0.19	0.011	0.03
PCB 157	0.21	0.2	0.18	0.19	0.2	0.18	0.18	0.012	0.04
PCB 180	0.2	0.2	0.2	0.2	0.18	0.19	0.18	0.010	0.03
PCB 169	0.22	0.22	0.2	0.22	0.24	0.23	0.2	0.015	0.05
PCB189	0.21	0.2	0.2	0.23	0.22	0.22	0.19	0.014	0.04

表 16 方法检测限和测定下限（取样量 10g）

序号	化合物名称	检出限(μg/kg)	定量下限(μg/kg)
1	PCB 28	0.03	0.12
2	PCB 52	0.03	0.14
3	PCB 101	0.02	0.10
4	PCB 81	0.04	0.16
5	PCB 77	0.06	0.24
6	PCB 123	0.02	0.10
7	PCB 118	0.04	0.15
8	PCB 114	0.04	0.17
9	PCB 153	0.06	0.25
10	PCB 105	0.05	0.22
11	PCB 138	0.04	0.14
12	PCB 126	0.03	0.12
13	PCB 167	0.04	0.17
14	PCB 156	0.03	0.13
15	PCB 157	0.04	0.15
16	PCB 180	0.03	0.12
17	PCB 169	0.05	0.18
18	PCB189	0.04	0.18

5.8 方法的精密度和准确度

5.8.1 方法的精密度

本实验采用空白石英砂对 2.0μg/kg、20.0μg/kg、80.0μg/kg 三个浓度进行了精密度测试（见表 17、表 18 和表 19），从表中可以看出，不同浓度的多氯联苯，测试的相对标准偏差为 0.8%~13.8%，说明方法的精密度良好。

表 17 添加浓度(2.0μg/kg)—空白基体测定精密度（单位：μg/kg）

化合物名称	1	2	3	4	5	6	7	标准偏差	相对标准偏差 RSD(%)
PCB 28	1.64	1.67	1.49	1.56	1.66	1.56	1.45	0.09	5.3
PCB 52	2.05	1.97	1.93	1.96	2.1	2.12	1.81	0.11	5.3
PCB 101	1.83	1.8	1.7	1.79	1.86	1.84	1.63	0.08	4.6
PCB81	2.3	2.07	2.12	2.12	2.31	2.28	1.98	0.13	5.9
PCB 77	2.03	1.82	2.05	2.27	2.15	2.18	1.73	0.20	9.4
PCB 123	2.25	2.14	2.17	2.26	2.2	2.21	2.04	0.08	3.4
PCB 118	2.37	2.16	2.08	2.07	2.43	2.22	2.06	0.15	6.7
PCB 114	2	1.85	1.81	1.94	2.15	1.95	1.72	0.14	7.2
PCB 153	1.95	1.83	1.8	1.77	1.96	1.81	2.07	0.11	6.0
PCB 105	2.28	2.25	2.17	2.37	2.59	2.18	2.11	0.16	7.0
PCB 138	1.78	1.94	2.01	1.79	2.01	1.79	1.7	0.12	6.6
PCB 126	2.17	2.08	2.03	2.09	2.22	1.98	1.86	0.12	5.7

PCB 167	1.97	1.78	1.96	1.99	2.08	1.89	1.74	0.12	6.2
PCB 156	2.23	2.12	2.17	2.14	2.27	2.2	1.93	0.11	5.0
PCB 157	2.07	2.06	1.8	1.89	2.03	1.8	1.76	0.14	7.0
PCB 180	1.97	2.05	1.99	2.02	1.86	1.87	1.79	0.10	4.9
PCB 169	2.23	2.21	2.06	2.27	2.39	2.28	2.02	0.13	5.8
PCB189	2.15	2.04	1.99	2.29	2.25	2.19	1.89	0.15	6.8

表 18 添加浓度(20.0μg/kg)—空白基体测定精密单位: (μg/kg)

化合物名称	1	2	3	4	5	6	7	标准偏差	相对标准偏差 RSD(%)
PCB 28	17.9	17.5	17.1	17.3	17.8	18.4	14.8	1.16	6.7
PCB 52	17.5	17.8	18.1	17.6	17.9	18.2	16.2	0.67	3.8
PCB 101	17.5	18.0	19.1	18.9	18.3	18.5	16.5	0.89	4.9
PCB81	17.6	18.0	19.1	18.3	18.4	17.9	17.7	0.51	2.8
PCB 77	16.9	18.0	19.5	19.4	18.4	19.3	17.3	1.05	5.7
PCB 123	18.4	19.1	18.7	20.0	18.4	19.3	18.3	0.62	3.3
PCB 118	18.4	19.4	19.9	20.1	19.4	19.2	18.3	0.69	3.6
PCB 114	19.5	19.9	20.6	20.4	19.3	19.4	18.7	0.66	3.4
PCB 153	19.2	18.8	20.6	20.9	20.2	20.1	18.7	0.88	4.5
PCB 105	18.8	19.7	20.2	20	19.2	19.2	18.9	0.54	2.8
PCB 138	17.2	17.2	19.5	18.6	17.8	18.0	18.4	0.82	4.5
PCB 126	18.1	18.6	19.5	20.1	18.7	19.1	17.1	0.97	5.2
PCB 167	18.6	19.3	20.1	20.8	19.8	19.9	18.0	0.95	4.9
PCB 156	20.4	20.5	21.7	21.2	20.5	20.6	18.3	1.06	5.2
PCB 157	14.0	14.2	15.2	15.3	14.9	15.1	20.3	2.14	13.8
PCB 180	18.1	19.7	19.6	19.4	18.6	18.2	14.8	1.69	9.2
PCB 169	18.2	18.9	19.0	19.2	18.2	18.4	17.7	0.54	2.9
PCB189	18.2	18.9	19.0	19.2	18.2	18.4	18.1	0.45	2.4

表 19 添加浓度(80.0μg/kg)—空白基体测定精密度 (单位: μg/kg)

化合物名称	1	2	3	4	5	6	7	标准偏差	相对标准偏差 RSD(%)
PCB 28	73.9	75.9	78.8	72.2	75.4	76	76.9	2.1	2.8
PCB 52	78.9	79.7	79.7	78.2	79.7	79.5	78.5	0.6	0.8
PCB 101	79.3	79.9	78.9	76.7	76.2	76.8	80.2	1.7	2.1
PCB81	79.3	79.9	78.9	76.7	76.2	76.8	79.2	1.5	1.9
PCB 77	72.6	74.1	75.2	79.8	78.5	76.2	74.6	2.5	3.3
PCB 123	77.2	70.8	75.7	75.5	71.1	74.3	75.2	2.4	3.3
PCB 118	74.9	71.6	75.8	79.1	71.2	78.2	76.9	3.1	4.1
PCB 114	82.5	75	76.9	77.2	75.6	74.4	79.5	2.8	3.7
PCB 153	78.9	72.1	82.8	73.9	81.6	82.8	79.2	4.3	5.4
PCB 105	73.7	74	81.4	78.7	85.1	80.4	80.1	4.1	5.1
PCB 138	76.1	79.6	84.4	81.7	75.9	75.9	82.2	3.5	4.4
PCB 126	78.2	77.1	81.3	83.8	70.7	73.6	79.9	4.5	5.8
PCB 167	74.6	74	81.4	75.2	74.9	75.2	74.6	2.5	3.4
PCB 156	75.7	78.5	76.4	73.8	73.2	71.2	82.1	3.6	4.8
PCB 157	72.4	71.2	75.7	77.5	74.8	70.9	81.2	3.7	5.0
PCB 180	72.7	70	77.3	75.2	79	82	76.9	4.0	5.2
PCB 169	78.3	75.9	81.5	80.9	80.7	73.6	78.4	2.9	3.7
PCB189	78.6	75.9	81.4	80.9	80.5	73.2	79.6	3.0	3.8

5.8.2 方法的准确度

采用空白石英砂对三个浓度水平分别为 2.0μg/kg、20.0μg/kg、80.0μg/kg 进行准确度测定，重复测定 7 次，其加标回收率及准确度分析结果见表 20、表 21 和表 22。从表中看出，平均加标回收率在 77.9%~114%之间，从 2.0μg/kg~80.0μg/kg 浓度范围内的准确度没有显著性差异。

表 20 空白样品低浓度加标回收率

化合物名称	添加浓度：2.0μg/kg							平均值
	1	2	3	4	5	6	7	
PCB 28	82.0	83.5	74.5	78.0	83.0	78.0	72.5	78.8
PCB 52	103	98.5	96.5	98.0	105	106	90.5	99.6
PCB 101	91.5	90.0	85.0	89.5	93.0	92.0	81.5	88.9
PCB81	115	104	106	106	116	114	99.0	108
PCB 77	102	91.0	103	114	108	109	86.5	102
PCB 123	113	107	109	113	110	111	102	109
PCB 118	119	108	104	104	122	111	103	110
PCB 114	100	92.5	90.5	97.0	108	97.5	86.0	95.9
PCB 153	97.5	91.5	90.0	88.5	98.0	90.5	104	94.2
PCB 105	114	113	109	119	130	109	106	114
PCB 138	89.0	97.0	101	89.5	101	89.5	85.0	93.0
PCB 126	109	104	102	105	111	99.0	93.0	103
PCB 167	98.5	89.0	98.0	99.5	104	94.5	87.0	95.8
PCB 156	112	106	109	107	114	110	96.5	108
PCB 157	104	103	90.0	94.5	102	90.0	88.0	95.8
PCB 180	98.5	103	99.5	101	93.0	93.5	89.5	96.8
PCB 169	112	111	103	114	120	114	101	110
PCB189	108	102	99.5	115	113	110	94.5	106

表 21 空白样品中浓度加标回收率

化合物名称	添加浓度：20.0μg/kg							平均值
	1	2	3	4	5	6	7	
PCB 28	89.5	87.5	85.5	86.5	89.0	92.0	74.0	86.3
PCB 52	87.5	89.0	90.5	88.0	89.5	91.0	81.0	88.1
PCB 101	87.5	90.0	95.5	94.5	91.5	92.5	82.5	90.6
PCB81	88.0	90.0	95.5	91.5	92.0	89.5	88.5	90.7
PCB 77	84.5	90.0	97.5	97.0	92.0	96.5	86.5	92.0
PCB 123	92.0	95.5	93.5	100	92.0	96.5	91.5	94.4
PCB 118	92.0	97.0	99.5	101	97.0	96.0	91.5	96.2
PCB 114	97.5	99.5	103	102	96.5	97.0	93.5	98.4
PCB 153	96.0	94.0	103	105	101	101	93.5	98.9
PCB 105	94.0	98.5	101	100	96.0	96.0	94.5	97.1
PCB 138	86.0	86.0	97.5	93.0	89.0	90.0	92.0	90.5
PCB 126	90.5	93.0	97.5	101	93.5	95.5	85.5	93.7
PCB 167	93.0	96.5	101	104	99.0	99.5	90.0	97.5
PCB 156	102	103	109	106	103	103	91.5	102
PCB 157	70.0	71.0	76.0	76.5	74.5	75.5	101.5	77.9
PCB 180	90.5	98.5	98.0	97.0	93.0	91.0	74.0	91.7
PCB 169	91.0	94.5	95.0	96.0	91.0	92.0	88.5	92.6
PCB189	91.0	94.5	95.0	96.0	91.0	92.0	90.5	92.9

表 22 空白样品高浓度加标回收率

添加浓度：80.0μg/kg								
化合物名称	1	2	3	4	5	6	7	平均值
PCB 28	92.4	94.9	98.5	90.3	94.3	95.0	96.1	94.5
PCB 52	98.6	99.6	99.6	97.8	99.6	99.4	98.1	99.0
PCB 101	99.1	99.9	98.6	95.9	95.3	96.0	100.3	97.9
PCB81	99.1	99.9	98.6	95.9	95.3	96.0	99.0	97.7
PCB 77	90.8	92.6	94.0	99.8	98.1	95.3	93.3	94.8
PCB 123	96.5	88.5	94.6	94.4	88.9	92.9	94.0	92.8
PCB 118	93.6	89.5	94.8	98.9	89.0	97.8	96.1	94.2
PCB 114	103	93.8	96.1	96.5	94.5	93.0	99.4	96.6
PCB 153	98.6	90.1	104	92.4	102	104	99.0	98.4
PCB 105	92.1	92.5	102	98.4	106	101	100	98.8
PCB 138	95.1	99.5	106	102	94.9	94.9	103	99.3
PCB 126	97.8	96.4	102	105	88.4	92.0	99.9	97.3
PCB 167	93.3	92.5	102	94.0	93.6	94.0	93.3	94.6
PCB 156	94.6	98.1	95.5	92.3	91.5	89.0	103	94.8
PCB 157	90.5	89.0	94.6	96.9	93.5	88.6	102	93.5
PCB 180	90.9	87.5	96.6	94.0	98.8	103	96.1	95.2
PCB 169	97.9	94.9	102	101	101	92.0	98.0	98.1
PCB189	98.3	94.9	102	101	101	91.5	99.5	98.2

5.9 方法的适应性

5.9.1 不同性质土壤的方法适用性检验

土壤的质地大致可以分为砂土、壤土和粘土，其中砂土中粘土成分为 20%，粘壤土中粘土成分为 60%。因此我们选用了四种能比较完全代表不同性质土壤样品，见表 23。

表 23 不同类型土壤样品

序号	土壤样品种类	编号	特征含量
1	砂质土	clean soil CF001: clean sandy soil	粘土成分为 20%
2	砂质壤土	clean soil 014296: clean clay loam	粘土成为为 40%
3	粘壤土	clean soil CF003: clean sandy loam	粘土成分为 60%
4	沙子	clean soil CF001:clean sandy soil	二氧化硅为主要成分

用上述四种不同类型土壤样品作为基体，应用本标准方法进行不同浓度的加标实验，进行适用性检验。结果见表 25～表 26。分别对其进行三种不同浓度的基体加标检验，由下表可见，沙子加标 2.0 $\mu\text{g/kg}$ ～80.0 $\mu\text{g/kg}$ 平均加标回收率在 43.7%～96.0%，精密度在 2.4%～11.7%之间；砂土加标 2.0 $\mu\text{g/kg}$ ～80.0 $\mu\text{g/kg}$ 平均加标回收率在 56.8%～97.7%，精密度在 2.5%～10.0%之间；砂质壤土加标 2.0 $\mu\text{g/kg}$ ～80.0 $\mu\text{g/kg}$ 平均加标回收率在 52.7%～107%，精密度在 1.6%～11.2%之间；粘壤土加标 2.0 $\mu\text{g/kg}$ ～80.0 $\mu\text{g/kg}$ 平均加标回收率在 60.3%～105%，精密度在 1.9%～11.2%之间。

从分析结果可见，四种不同性质土壤基体加标 2.0 $\mu\text{g/kg}$ ～80.0 $\mu\text{g/kg}$ 平均加标回收率在 43.7%～107%，变异系数在 1.6%～11.7%之间。由此可见，本方法对不同性质样品适用性均良好，四种不同性质土壤样品分析结果无显著性差异。

表 25 沙子基体加标回收率、标准偏差及相对标准偏差

化合物名称	2.0μg/kg 样品加标			20.0μg/kg 样品加标			80.0μg/kg 样品加标		
	回收率	标准偏差	相对标准偏差 (%)	回收率	标准偏差	相对标准偏差 (%)	回收率	标准偏差	相对标准偏差 (%)
PCB 28	63.5	3.3	5.1	43.7	5.1	11.7	63.1	5.1	8.0
PCB 52	63.7	3.0	4.7	51.3	4.6	9.0	64.8	3.7	5.7
PCB 101	82.0	3.4	4.1	77.9	4.5	5.8	78.5	5.5	7.0
PCB81	86.2	3.1	3.6	76.9	3.9	5.0	83.2	5.9	7.1
PCB 77	96.0	3.0	3.1	79.0	3.2	4.0	84.7	5.5	6.4
PCB 123	90.4	2.2	2.5	78.4	4.1	5.2	86.1	6.7	7.8
PCB 118	88.1	2.8	3.1	78.2	4.0	5.2	84.3	6.5	7.7
PCB 114	94.5	2.2	2.4	77.2	4.6	5.9	85.4	6.8	8.0
PCB 153	93.2	2.6	2.7	78.2	3.8	4.9	86.7	6.8	7.8
PCB 105	89.6	3.2	3.6	80.4	4.0	4.9	87.4	6.6	7.6
PCB 138	92.1	3.0	3.3	79.5	3.4	4.2	88.4	6.3	7.1
PCB 126	82.7	4.3	5.2	80.9	3.1	3.8	88.9	5.6	6.3
PCB 167	91.4	2.6	2.8	81.4	3.6	4.4	92.5	6.7	7.3
PCB 156	90.5	3.3	3.6	80.7	4.0	4.9	93.2	7.0	7.5
PCB 157	89.1	4.5	5.0	81.6	3.6	4.4	94.1	6.7	7.1
PCB 180	90.5	4.2	4.6	80.0	3.4	4.3	91.8	6.4	7.0
PCB 169	84.7	6.0	7.1	80.0	3.2	4.0	93.3	4.8	5.1
PCB189	94.5	4.2	4.4	81.3	4.0	5.0	63.1	5.1	8.0

表 26 砂土基体加标回收率、标准偏差及相对标准偏差

化合物名称	2.0μg/kg 样品加标			20.0μg/kg 样品加标			80.0μg/kg 样品加标		
	回收率	标准偏差	相对标准偏差 (%)	回收率	标准偏差	相对标准偏差 (%)	回收率	标准偏差	相对标准偏差 (%)
PCB 28	63.8	3.4	5.4	67.1	4.7	7.0	56.8	4.4	7.7
PCB 52	63.5	4.1	6.5	73.6	7.4	10.0	57.2	4.7	8.3
PCB 101	85.3	2.2	2.5	90.7	6.8	7.5	73.7	5.2	7.0
PCB81	83.6	4.4	5.3	89.1	7.1	7.9	75.4	6.2	8.2
PCB 77	97.7	6.1	6.3	89.3	7.6	8.5	77.3	5.7	7.3
PCB 123	87.3	2.9	3.4	89.8	7.5	8.3	77.0	6.2	8.1
PCB 118	88.2	3.4	3.9	90.5	7.9	8.7	76.7	6.3	8.2
PCB 114	94.1	3.6	3.8	89.1	7.5	8.4	76.5	6.3	8.3
PCB 153	91.8	3.2	3.5	91.2	7.6	8.3	78.8	6.2	7.9
PCB 105	88.3	3.5	4.0	90.5	7.4	8.2	77.2	6.3	8.1
PCB 138	93.0	4.7	5.1	91.9	7.6	8.3	79.6	6.5	8.1
PCB 126	83.9	3.6	4.3	89.6	7.4	8.2	77.9	6.1	7.9
PCB 167	88.6	3.4	3.9	91.6	7.5	8.1	80.9	6.7	8.3
PCB 156	87.3	3.3	3.8	91.4	7.1	7.7	80.4	7.0	8.7
PCB 157	86.8	3.1	3.6	91.4	7.1	7.7	81.4	7.1	8.7
PCB 180	88.6	3.3	3.8	92.7	7.6	8.2	81.7	7.3	9.0
PCB 169	80.8	2.5	3.0	87.1	6.9	7.9	77.3	6.6	8.5
PCB189	90.4	3.6	4.0	91.5	7.4	8.0	56.8	4.4	7.7

表 27 砂质壤土基体加标回收率、标准偏差及相对标准偏差

化合物名称	2.0μg/kg 样品加标	20.0μg/kg 样品加标	80.0μg/kg 样品加标
-------	---------------	----------------	----------------

	回收率	标准 偏差	相对标 准偏差 (%)	回收率	标准 偏差	相对标 准偏差 (%)	回收率	标准 偏差	相对标 准偏差 (%)
PCB 28	72.3	3.4	4.8	68.6	4.2	6.2	66.3	3.1	4.6
PCB 52	105	1.7	1.6	74.7	3.7	5.0	68.6	2.7	4.0
PCB 101	72.5	2.8	3.9	86.1	6.2	7.2	74.7	3.2	4.3
PCB81	82.6	5.9	7.1	86.4	4.9	5.7	74.6	2.7	3.6
PCB 77	104	2.5	2.4	87.1	8.8	10.2	73.3	2.2	3.0
PCB 123	93.1	4.3	4.6	78.0	4.7	6.0	72.0	2.8	3.9
PCB 118	76.7	2.1	2.7	78.1	4.4	5.7	72.9	2.9	3.9
PCB 114	95.6	3.5	3.6	80.9	4.7	5.9	72.9	3.0	4.2
PCB 153	52.7	2.8	5.3	79.8	5.0	6.3	73.3	3.2	4.4
PCB 105	103	3.1	3.0	79.2	4.5	5.7	72.2	3.1	4.3
PCB 138	65.5	2.4	3.7	77.2	3.4	4.4	71.7	3.8	5.2
PCB 126	104	3.0	2.9	102	8.6	8.4	72.1	2.8	3.9
PCB 167	107	3.3	3.1	80.3	4.7	5.9	69.2	3.2	4.6
PCB 156	83.0	3.3	3.9	75.1	5.0	6.7	66.6	3.1	4.6
PCB 157	67.0	2.7	4.0	74.8	4.1	5.5	66.8	3.2	4.8
PCB 180	91.4	10.2	11.2	77.1	4.4	5.7	69.3	2.8	4.0
PCB 169	93.7	7.4	7.9	81.8	4.3	5.3	58.6	2.7	4.5
PCB189	71.7	1.9	2.6	75.2	5.0	6.6	66.3	3.1	4.6

表 28 粘壤土基体加标回收率、标准偏差及相对标准偏差

化合物名称	2.0µg/kg 样品加标			20.0µg/kg 样品加标			80.0µg/kg 样品加标		
	回收率	标准 偏差	相对标 准偏差 (%)	回收率	标准 偏差	相对标 准偏差 (%)	回收率	标准 偏差	相对标 准偏差 (%)
PCB 28	67.1	6.3	9.4	60.3	3.6	6.0	70.1	5.1	7.2
PCB 52	70.7	4.6	6.4	62.2	4.1	6.6	72.5	4.5	6.3
PCB 101	85.0	6.8	8.0	89.5	3.4	3.9	83.1	4.7	5.7
PCB81	72.6	6.2	8.6	76.4	4.1	5.4	82.4	6.5	7.9
PCB 77	70.6	7.0	9.9	70.7	4.1	5.8	76.7	4.4	5.7
PCB 123	93.1	5.6	6.0	80.4	4.6	5.7	79.5	3.3	4.1
PCB 118	87.1	5.3	6.1	80.5	4.8	5.9	79.9	3.0	3.7
PCB 114	81.8	4.3	5.2	75.3	6.5	8.6	79.5	3.2	4.0
PCB 153	68.8	3.3	4.8	75.0	5.2	7.0	78.1	3.0	3.8
PCB 105	89.8	5.6	6.3	78.6	4.7	6.0	77.1	2.7	3.5
PCB 138	94.6	10.6	11.2	80.5	5.6	6.9	73.2	2.5	3.4
PCB 126	105	2.0	1.9	86.4	5.4	6.2	79.0	3.8	4.8
PCB 167	101	5.6	5.6	82.5	5.0	6.0	76.5	3.1	4.0
PCB 156	87.1	5.5	6.3	80.8	5.5	6.8	75.6	2.8	3.7
PCB 157	77.0	4.8	6.3	79.6	5.1	6.4	77.0	3.6	4.7
PCB 180	84.8	5.5	6.5	78.8	5.2	6.6	75.1	3.0	4.0
PCB 169	83.8	6.5	7.7	74.1	4.8	6.5	67.6	3.8	5.7
PCB189	91.7	5.9	6.4	87.0	3.5	4.1	70.1	4.2	6.1

5.9.2 不同类型沉积物的方法适用性检验

选用国内 5 个不同流域的沉积物样品，包括长江沉积物、松花江沉积物、滇池沉积物、海河沉积物和太湖沉积物，应用本标准方法进行 20.0µg/kg 浓度的加标实验，进行适用性检验。结果见表 29。

在表 28 的测定结果中，5 个不同流域的沉积物样品中多氯联苯分别检出 4 种，浓度水

平在 0.6 $\mu\text{g/kg}$ ~4.9 $\mu\text{g/kg}$ ；分别对其进行浓度为 20.0 $\mu\text{g/kg}$ 的样品加标测定，平均回收率 60.6%~109%。由此可见，本方法对不同流域沉积物样品适用性均良好。

表 29 不同流域的沉积物样品及其 20.0 $\mu\text{g/kg}$ 浓度加标样品测定结果 单位： $\mu\text{g/kg}$

化 合 物 名 称	长江沉积 物		松花江沉 积物		滇池沉积 物		海河沉积 物		太湖沉积 物	
	测 定值	加 标回 收率	测 定值	加 标回 收率	测 定值	加 标回 收率	测 定值	加 标回 收率	测 定值	加 标回 收率
PC B 28	N D	7 8.7	N D	8 3.1	2 .9	8 9.7	N D	8 7.6	0 .6	7 9.9
PC B 52	2 .5	7 3.7	2 .8	1 09	2 .4	8 2.8	3 .4	1 01	0 .6	8 7.9
PC B 101	N D	9 8.8	N D	7 3.2	2 .8	8 7.0	N D	8 9.6	N D	9 0.5
PC B81	N D	8 1.9	N D	9 0.2	N D	7 8.8	N D	7 8.9	N D	9 4.6
PC B 77	N D	8 1.8	N D	1 01	N D	8 0.6	N D	1 05	N D	1 09
PC B 123	N D	8 3.2	N D	7 9.7	N D	7 9.2	N D	8 9.6	N D	9 9.9
PC B 118	N D	8 1.0	N D	8 1.1	N D	1 03	N D	9 6.1	N D	1 02
PC B 114	1 .0	8 1.6	1 .1	8 0.4	4 .9	7 4.9	0 .7	6 6.4	0 .9	8 6.2
PC B 153	N D	7 9.5	N D	7 6.6	N D	6 0.6	N D	7 3.8	N D	8 7.2
PC B 105	N D	7 5.8	N D	8 3.3	N D	7 6.8	N D	7 7.1	N D	9 8.0
PC B 138	N D	8 8.0	N D	8 5.4	N D	8 8.4	N D	8 5.2	N D	9 5.0
PC B 126	N D	7 4.0	N D	7 9.0	N D	6 5.4	N D	7 3.1	N D	9 0.3
PC B 167	N D	8 1.7	N D	9 3.0	N D	7 8.4	N D	8 3.5	N D	9 4.4
PC B 156	N D	8 7.4	N D	8 3.7	N D	7 2.6	N D	7 4.4	N D	9 3.9
PC B 157	N D	8 0.1	N D	9 0.2	N D	6 7.8	N D	7 1.5	N D	9 3.9

PC	N	7	N	7	N	6	N	6	N	9
B 180	D	7.9	D	8.6	D	5.2	D	8.6	D	2.7
PC	N	7	N	9	N	7	N	6	N	9
B 169	D	2.0	D	1.6	D	2.5	D	9.3	D	3.4
PC	N	7	N	8	N	7	N	7	N	1
B189	D	8.3	D	7.9	D	8.2	D	2.5	D	02

5.9.3 标准样品的方法适用性检验

应用本标准方法对河流多氯联苯沉积物有证标准样品(1943)和土壤多氯联苯有证标准样品(工业土壤 BCR-481)进行测定, 结果见表 30-1 和表 30-2。由测定结果可见, 沉积物多氯联苯有证标准样品中含有 12 种本标准方法中的目标多氯联苯目标化合物, 测定浓度值均能符合控制浓度范围的要求; 土壤多氯联苯有证标准样品 含 5 种本标准方法中的目标多氯联苯目标化合物, 测定浓度值均能符合控制浓度范围的要求。

表 30-1 河流沉积物标准样品测定结果 单位: $\mu\text{g/kg}$

	样品测定浓度			样品测定浓度 平均值	标准浓度 值	控制浓 度下限	控制浓度上 限
	1	2	3				
PCB 28	7980	7990	8015	7995	8380	7925	8836
PCB 52	18132	18273	18250	18218	18455	18115	18795
PCB 101	2395	2440	2469	2435	2380	2170	2590
PCB 118	1772	1760	1660	1730	1925	1410	2440
PCB 114	106	80	88	92	91.5	70.5	112.5
PCB 153	1813	1774	1750	1779	1785	1325	2245
PCB 105	775	926	891	864	865	630	1100
PCB 138	744	863	834	814	950	690	1210
PCB 167	99	96	83	93	89.5	79.5	99.5
PCB 156	220	199	191	203	203	181.5	225.5
PCB 157	54	43	51	49	50	40	60
PCB 180	819	853	846	839	800	745	855

表 30-2 土壤标准样品测定结果 单位: mg/kg

	样品测定浓度			样品测定浓度 平均值	标准浓度 值	控制浓 度下限	控制浓度上 限
	1	2	3				
PCB 101	38.5	39.2	38.4	38.7	37	34	40
PCB 118	9.3	10.0	9.5	9.6	9.4	9.1	10.3
PCB 153	135	137	139	137	137	130	144
PCB 156	6.91	7.31	7.11	7.11	7.0	6.5	12.0
PCB 180	126	129	128	128	124	122	130

5.10 结果计算

本标准按照 HJ168 的规定, 规定了结果的计算公式和结果表示内容。

土壤中的目标化合物含量 ω_1 ($\mu\text{g/kg}$), 按照公式 (1) 进行计算。

$$\omega_1 = \frac{\rho \times V_X}{m \times w_{dm}} \quad (1)$$

式中: ω_1 ——样品中的目标物含量, $\mu\text{g/kg}$;

ρ ——由校准曲线计算所得多氯联苯的质量浓度, $\mu\text{g/L}$;

V_x ——样品提取液的定容体积 ml；
 w_{dm} ——样品的干物质含量，%；
 m ——称取样品的质量，g

沉积物样品中的结果计算
沉积物中目标化合物含量 ω_2 （ $\mu\text{g/kg}$ ），按照公式（2）进行计算.

$$\omega_2 = \frac{\rho_{IS} \times V_x}{m \times (1 - w)} \tag{2}$$

式中： ω_2 ——样品中的目标物含量， $\mu\text{g/kg}$ ；
 ρ_{IS} ——由校准曲线计算所得多氯联苯的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 V_x ——样品提取液的定容体积 ml；
 w ——样品的含水率，%；
 m ——称取样品的质量，g

测定结果小于 100 $\mu\text{g/kg}$ 时，结果保留小数点后一位；测定结果大于等于 100 $\mu\text{g/kg}$ 时，结果保留三位有效数字。。

6.方法验证

6.1 方法验证方案

6.1.1 参与方法验证的实验室、验证人员的基本情况

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ/T168)和《国家环境污染物监测方法标准制修订工作暂行要求》(环科函[2009]10 号)的要求，组织 6 家有资质的实验室进行验证。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，验证数据主要包括检出限、测定下限、精密度、标准物质准确度、以及实际样品加标回收率等。

参加了本标准方法验证工作的 6 家单位，具体参加人员名单、仪器、试剂见表 31～表 33。

表31 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	参加分析工作年份	验证单位
王玲玲	女	43	高工	分析化学		河南省环境监测中心站
轩月兰	女	26	工程师	环境工程		河南省环境监测中心站
李江	男	30	工程师	化 学	2004 年 9 月	泰州市环境监测中心站
陈军	男	45	高级工程师	环境监测	1989 年 8 月	泰州市环境监测中心站
孔德洋	男	34	副研究员	环境科学		环境保护部南京环境科学研究所
宋宁慧	女	30	助理研究员	环境化学		环境保护部南京环境科学研究所
许静	女	30	助理研究员	环境科学		环境保护部南京环境科学研究所
胡恩宇	女	34	工程师	工业分析	1998 年	南京市环境监测中心站
王美飞	女	31	工程师	分析化学	2007 年	南京市环境监测中心站
张理扬	男	34	工程师	医学	2006 年	大连市环境监测中心

洪颖	女	31	副科长、工程师	应用化学	2005 年 1 月	南京出入境检验检疫局电子电气产品实验室
徐培培	女	29		化学分析技术	2005 年 5 月	南京出入境检验检疫局电子电气产品实验室
丁军	男	30		化学分析技术	2006 年 4 月	南京出入境检验检疫局电子电气产品实验室
王金陵	女	28		工业分析	2005 年 5 月	南京出入境检验检疫局电子电气产品实验室

表32 参加验证单位仪器情况登记表

仪器名称	规格型号	仪器编号	性能状况	验证单位
气相色谱	7890A		良好	河南省环境监测中心站
快速定量浓缩仪	BUCHI		良好	河南省环境监测中心站
快速溶剂萃取仪	ASE200		良好	河南省环境监测中心站
气相色谱仪	Agilent789	CN10729033	正常	泰州市环境监测中心站
微波萃取仪	CEM 公司 MARS240/50	MD9654	正常	泰州市环境监测中心站
气相色谱仪	Agilent7890		良好	环境保护部南京环境科学研究所
气相色谱仪	Agilent7890		良好	南京市环境监测中心站
微波萃取仪			良好	南京市环境监测中心站
气相色谱仪	Agilent6890		良好	大连市环境监测中心
微波仪	Mars	NJCIQ050002		南京出入境检验检疫局电子电气产品实验室
气相色谱仪	Clarus 500	NJCIQ050058		南京出入境检验检疫局电子电气产品实验室

表33 参加验证单位试剂及溶剂情况登记表

名称	厂家、规格	纯化处理方法	备注	验证单位
二氯甲烷	美国天地、农残级	无		河南省环境监测中心站
环己烷	美国天地、农残级	无		河南省环境监测中心站
丙酮	美国天地、农残级	无		河南省环境监测中心站
正己烷	天地公司、色谱纯	无		泰州市环境监测中心站
丙酮	天地公司、色谱纯	无		泰州市环境监测中心站
正己烷	MERCK/4L、农残级	无		环境保护部南京环境科学研究所
环己烷	天地、农残级	无		南京市环境监测中心站
正己烷	MERCK/4L、农残级	无		大连市环境监测中心
正己烷	默克公司、农残级	无		南京出入境检验检疫局电子电气产品实验室

6.1.2 方法验证的方案

方法检出限：分别测定多氯联苯浓度分别为0.02 µg/kg 的空白石英砂加标样品，剔除离群值后将各自的7 次测定结果计算其标准偏差S，此时检出限MDL=S×3.143。

方法的测定下限：参照HJ168，以4 倍方法检出限确定为本方法目标物的测定下限。

方法精密度准确度：6 家实验室测定多氯联苯浓度为 2.0 µg/kg、20.0 µg/kg、80.0 µg/kg 的空白加标样品，对上述 3 种不同浓度加标样品测定结果剔除离群值后将各平行测定 6 次的结果计算平均值，标准偏差，相对标准偏差等。

方法准确度：6 家实验室对三个浓度水平为 2.0µg/kg、20.0µg/kg、80.0µg/kg 空白加标样品进行测定，重复测定 6 次，计算其加标回收率及准确度分析结果。

从实验室内对4种不同性质类型土壤样品（包括砂质土、砂质壤土、粘壤土、沙子）及5个不同流域的沉积物样品（包括长江沉积物、松花江沉积物、滇池沉积物、海河沉积物和太湖沉积物），作为基体应用本标准方法进行高、中、低三个不同浓度的加标实验的实验数

据看见,适用性均良好。本方法对不同类型土壤样品和5种不同流域沉积物添加高、中、低3种不同浓度,样品试验结果无明显差异,因此实验室间方法验证在4种土壤样品中选取中度粘土成分含量的砂质土壤样品、在5种沉积物样品中选取太湖沉积物样品,加标浓度选取中浓度20.0 μg/kg,进行实验室间方法验证。因砂质土壤样品未检出目标多氯联苯化合物,又选取土壤多氯联苯有证标准样品进行6家实验室间方法验证。

6.2 方法验证过程

(1) 通过筛选确定有资质方法验证单位。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。在方法验证前,确保参加验证的操作人员应熟悉和掌握方法原理、操作步骤及流程。方法验证过程中所用的试剂和材料、仪器和设备及分析步骤应符合方法相关要求。

6家实验室验证结果表明,目标化合物的方法检出限为0.03μg/kg~0.07μg/kg,测定下限为0.13-0.28μg/kg。2.0μg/kg、20.0μg/kg、80.0μg/kg实验室间相关标准偏差分别为: 2.3 %~14.5%、1.3 %~8.5%、0.7 %~2.8%;方法具有较好的重复性和再现性,实验室间重复性限分别为: 0.24μg/kg~0.44μg/kg、1.83μg/kg~2.75μg/kg、3.74μg/kg~8.65μg/kg;再现性限分别为: 0.29μg/kg~0.78μg/kg、2.04μg/kg~4.12μg/kg、3.98μg/kg~9.45μg/kg。对不同浓度试样进行准确度测定,其加标回收率最终值为63.2%±5.4%~116%±13.8%。

对6家实验室方法验证结果中的三种实际样品加标回收率进行统计分析,其结果如下:对砂质壤土 20.0 μg/kg 加标样品测试,加标回收率范围 67.9%±6.5%~90.9%±4.8%;对土壤标准样品 5.0mg/kg 加标样品测试,加标回收率范围 85.8%±3.3%~113%±8.0%,太湖沉积物 20.0 μg/kg 浓度加标样品测试,回收率范围 63.2%±5.4%~116%±13.8%。

(2) 《方法验证报告》见附件一。

6.3 方法验证数据的取舍

(1) 检出限:考虑到实验室间差异,检出限选取6家实验室测定的结果中的最大值。

(2) 以本方法确定的4倍检出限为目标物的测定下限。

(3) 本课题组在进行方法验证报告数据统计时,所有数据全部采用,未进行取舍。

(4) 方法精密度和准确度统计结果能满足方法特性指标要求。

7.与开题报告的差异说明

2014年9月27日在北京组织了本方法的研讨会,专家委员会听取了标准编制组前期工作汇报,提出:标准拆分为两项标准:“土壤、沉积物 有机氯农药的测定 气相色谱法”和“土壤、沉积物 多氯联苯(单体)的测定 气相色谱法”。

8.征求意见情况

9.标准的实施建议

建议尽快建立土壤沉积物中多氯联苯的国家控制标准。

10.参考文献

[1]EPA8270 Semivolatile organic compounds by gas chromatography/mass

spectrometry(GC/MS) 气相色谱-质谱法测定半挥发性有机物

[2]EPA8080 Organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyls by gas chromatography
气相色谱法测定有机氯农药和多氯联苯

[3]EPA8082 Polychlorinated biphenyls(PCB) by gas chromatography 气相色谱法测定多氯联苯

[4] HJ350-2007 展览会用地土壤环境质量评价标准

[5] GB13015-91 含多氯联苯废物污染控制标准

[6] ISO 10382-2002 2002(土质.有机氯农药和多氯化联苯的测定.电子俘获探测气相色谱法

[7] EPA3540 Soxhlet Extraction 索氏提取

[8]EPA3541 Automatic Soxhlet Extraction 自动索氏提取

[9] EPA3550 Ultrasonic Extraction 超声波萃取

[10]EPA3546 Microwave Extration 微波萃取

[11] EPA3665 Sulfuric Acid/Permanganate Cleanup 硫酸/高锰酸盐净化方法

[12] EPA3630 Silica Cleanup 硅胶净化

[13]EPA3620 Florisil cleanup 氟罗里硅土净化

[14]EPA3562 Supercritical Fluid Extraction of Polychlorinated Biphenyls (PCBs) and Organochlorine Pesticides 超临界流体萃取法提取多氯联苯和有机氯农药

[15]EPA3660 Sulfur Clearup 净化硫

附件一

方法验证报告

方法名称：土壤 沉积物 多氯联苯（单体）的测定 气相色谱法

项目主编单位：江苏省环境监测中心

验证单位：泰州市环境监测中心站、河南省环境监测中心站、南京市环境监测中心站、大连市环境监测中心、国家环境保护部南京环境保护科学研究所、南京市出入境检验检疫局电子电器产品实验室

项目负责人及职称：赵永刚（高工）、丁曦宁（工程师）

通讯地址：江苏省南京市凤凰西街 241 号

电话：025-86575235

报告编写人及职称：丁曦宁（工程师）

报告日期 2015 年 3 月 2 日

1 原始测试数据

本方法的 6 家验证实验室依次为：1-泰州市环境监测中心站、2-河南省环境监测中心站、3-南京市环境监测中心站、4-大连市环境监测中心、5-国家环境保护部环境科学研究所、6-南京市出入境检验检疫局电子电器产品实验室。对《土壤 沉积物 多氯联苯（单体）的测定 气相色谱》进行方法验证的结果进行汇总及统计分析，其结果如下：

1.1 实验室基本情况

表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	参加分析工作年份	验证单位
王玲玲	女	43	高工	分析化学		河南省环境监测中心站
轩月兰	女	26	工程师	环境工程		河南省环境监测中心站
李江	男	30	工程师	化 学	2004 年 9 月	泰州市环境监测中心站
陈军	男	45	高级工程师	环境监测	1989 年 8 月	泰州市环境监测中心站
孔德洋	男	34	副研究员	环境科学		环境保护部南京环境科学研究所
宋宁慧	女	30	助理研究员	环境化学		环境保护部南京环境科学研究所
许静	女	30	助理研究员	环境科学		环境保护部南京环境科学研究所
胡恩宇	女	34	工程师	工业分析	1998 年	南京市环境监测中心站
王美飞	女	31	工程师	分析化学	2007 年	南京市环境监测中心站
张理扬	男	34	工程师	医学	2006 年	大连市环境监测中心
洪颖	女	31	副科长、工程师	应用化学	2005 年 1 月	南京出入境检验检疫局电子电气产品实验室
徐培培	女	29		化学分析技术	2005 年 5 月	南京出入境检验检疫局电子电气产品实验室
丁军	男	30		化学分析技术	2006 年 4 月	南京出入境检验检疫局电子电气产品实验室
王金陵	女	28		工业分析	2005 年 5 月	南京出入境检验检疫局电子电气产品实验室

表1-2 参加验证单位仪器情况登记表

仪器名称	规格型号	仪器编号	性能状况	验证单位
气相色谱	7890A		良好	河南省环境监测中心站
快速定量浓缩仪	BUCHI		良好	河南省环境监测中心站
快速溶剂萃取仪	ASE200		良好	河南省环境监测中心站
气相色谱仪	Agilent789	CN10729033	正常	泰州市环境监测中心站
微波萃取仪	CEM 公司 MARS240/50	MD9654	正常	泰州市环境监测中心站
气相色谱仪	Agilent7890		良好	环境保护部南京环境科学研究所
气相色谱仪	Agilent7890		良好	南京市环境监测中心站
微波萃取仪			良好	南京市环境监测中心站
气相色谱仪	Agilent6890		良好	大连市环境监测中心
微波仪	Mars	NJCIQ050002		南京出入境检验检疫局电子电气产品实验室
气相色谱仪	Clarus 500	NJCIQ050058		南京出入境检验检疫局电子电气产品实验室

表1-3 参加验证单位试剂及溶剂情况登记表

名称	厂家、规格	纯化处理方法	备注	验证单位
二氯甲烷	美国天地、农残级	无		河南省环境监测中心站
环己烷	美国天地、农残级	无		河南省环境监测中心站
丙酮	美国天地、农残级	无		河南省环境监测中心站
正己烷	天地公司、色谱纯	无		泰州市环境监测中心站
丙酮	天地公司、色谱纯	无		泰州市环境监测中心站
正己烷	MERCK/4L、农残级	无		环境保护部南京环境科学研究所
环己烷	天地、农残级	无		南京市环境监测中心站
正己烷	MERCK/4L、农残级	无		大连市环境监测中心
正己烷	默克公司、农残级	无		南京出入境检验检疫局电子电气产品实验室

1.2 方法检出限、测定下限测试数据

表 1-4 为 6 家实验室对《土壤和沉积物 多氯联苯（单体）的测定 气相色谱法》中目标化合物检出限的原始测试数据。

表 1-4 方法检出限的测试数据表

化合物名称	实验室号	测定值 (μg/kg)							平均值 (μg/kg)	标准偏差 (μg/kg)	t 值	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次	第七次					
PCB28	1	0.21	0.22	0.2	0.2	0.21	0.2	0.19	0.20	0.010	3.143	0.03	0.12
	2	0.18	0.17	0.16	0.17	0.19	0.2	0.17	0.18	0.014	3.143	0.04	0.17
	3	0.22	0.21	0.22	0.19	0.21	0.21	0.21	0.21	0.010	3.143	0.03	0.13
	4	0.16	0.19	0.15	0.19	0.17	0.18	0.16	0.17	0.016	3.143	0.05	0.20
	5	0.23	0.23	0.22	0.21	0.22	0.23	0.24	0.23	0.010	3.143	0.03	0.12
	6	0.19	0.21	0.22	0.23	0.19	0.2	0.21	0.21	0.015	3.143	0.05	0.19
PCB52	1	0.2	0.2	0.19	0.19	0.21	0.21	0.18	0.20	0.011	3.143	0.03	0.14
	2	0.22	0.21	0.24	0.22	0.21	0.19	0.21	0.21	0.015	3.143	0.05	0.19
	3	0.21	0.19	0.2	0.18	0.17	0.19	0.21	0.19	0.015	3.143	0.05	0.19
	4	0.18	0.17	0.19	0.19	0.18	0.21	0.22	0.19	0.018	3.143	0.06	0.22
	5	0.19	0.17	0.16	0.21	0.17	0.17	0.19	0.18	0.017	3.143	0.05	0.22
	6	0.17	0.19	0.16	0.17	0.19	0.18	0.16	0.17	0.013	3.143	0.04	0.16
PCB101	1	0.23	0.23	0.22	0.23	0.23	0.23	0.21	0.23	0.008	3.143	0.02	0.10
	2	0.17	0.17	0.18	0.19	0.18	0.16	0.2	0.18	0.013	3.143	0.04	0.17
	3	0.18	0.19	0.17	0.16	0.17	0.16	0.18	0.17	0.011	3.143	0.03	0.14
	4	0.21	0.18	0.17	0.19	0.17	0.21	0.18	0.19	0.017	3.143	0.05	0.21
	5	0.17	0.19	0.16	0.18	0.16	0.18	0.17	0.17	0.011	3.143	0.03	0.14
	6	0.17	0.2	0.17	0.22	0.18	0.18	0.21	0.19	0.020	3.143	0.06	0.25
PCB81	1	0.23	0.21	0.21	0.21	0.23	0.23	0.2	0.22	0.013	3.143	0.04	0.16
	2	0.18	0.16	0.2	0.17	0.19	0.21	0.17	0.18	0.018	3.143	0.06	0.23
	3	0.18	0.16	0.19	0.21	0.18	0.19	0.17	0.18	0.016	3.143	0.05	0.20
	4	0.2	0.19	0.21	0.18	0.19	0.17	0.18	0.19	0.013	3.143	0.04	0.17
	5	0.21	0.16	0.17	0.22	0.21	0.18	0.2	0.19	0.023	3.143	0.07	0.29
	6	0.18	0.22	0.18	0.17	0.21	0.18	0.2	0.19	0.019	3.143	0.06	0.23
PCB77	1	0.2	0.18	0.2	0.22	0.21	0.22	0.17	0.20	0.019	3.143	0.06	0.24
	2	0.21	0.18	0.17	0.2	0.21	0.19	0.17	0.19	0.017	3.143	0.05	0.22
	3	0.17	0.17	0.19	0.17	0.18	0.19	0.21	0.18	0.015	3.143	0.05	0.19
	4	0.18	0.19	0.18	0.16	0.19	0.17	0.2	0.18	0.013	3.143	0.04	0.17
	5	0.18	0.19	0.21	0.17	0.19	0.17	0.17	0.18	0.015	3.143	0.05	0.19

	6	0.19	0.22	0.21	0.19	0.21	0.2	0.2	0.20	0.011	3.143	0.03	0.14
PCB12 3	1	0.22	0.21	0.21	0.22	0.22	0.22	0.2	0.21	0.008	3.143	0.02	0.10
	2	0.19	0.21	0.18	0.21	0.19	0.18	0.18	0.19	0.013	3.143	0.04	0.17
	3	0.17	0.19	0.21	0.18	0.17	0.19	0.2	0.19	0.015	3.143	0.05	0.19
	4	0.18	0.18	0.18	0.21	0.19	0.22	0.19	0.19	0.016	3.143	0.05	0.20
	5	0.19	0.21	0.17	0.18	0.18	0.21	0.17	0.19	0.017	3.143	0.05	0.21
	6	0.21	0.23	0.22	0.23	0.19	0.21	0.22	0.22	0.014	3.143	0.04	0.18
PCB11 8	1	0.23	0.21	0.21	0.21	0.24	0.22	0.21	0.22	0.012	3.143	0.04	0.15
	2	0.2	0.23	0.19	0.21	0.22	0.2	0.22	0.21	0.014	3.143	0.04	0.18
	3	0.18	0.23	0.21	0.21	0.2	0.23	0.22	0.21	0.018	3.143	0.06	0.22
	4	0.22	0.2	0.19	0.21	0.21	0.22	0.21	0.21	0.011	3.143	0.03	0.13
	5	0.19	0.2	0.19	0.21	0.21	0.23	0.19	0.20	0.015	3.143	0.05	0.19
	6	0.21	0.22	0.22	0.21	0.21	0.22	0.19	0.21	0.011	3.143	0.03	0.13
PCB11 4	1	0.2	0.18	0.18	0.19	0.21	0.19	0.17	0.19	0.013	3.143	0.04	0.17
	2	0.21	0.18	0.22	0.23	0.21	0.18	0.21	0.21	0.019	3.143	0.06	0.24
	3	0.18	0.22	0.24	0.21	0.21	0.22	0.21	0.21	0.018	3.143	0.06	0.23
	4	0.19	0.22	0.18	0.21	0.23	0.17	0.22	0.20	0.023	3.143	0.07	0.29
	5	0.17	0.18	0.17	0.16	0.19	0.21	0.22	0.19	0.022	3.143	0.07	0.28
	6	0.23	0.22	0.21	0.22	0.24	0.23	0.19	0.22	0.016	3.143	0.05	0.21
PCB15 3	1	0.19	0.21	0.22	0.22	0.23	0.18	0.23	0.21	0.020	3.143	0.06	0.25
	2	0.19	0.18	0.21	0.23	0.21	0.22	0.24	0.21	0.021	3.143	0.07	0.27
	3	0.2	0.21	0.22	0.19	0.21	0.18	0.23	0.21	0.017	3.143	0.05	0.22
	4	0.19	0.21	0.17	0.16	0.23	0.22	0.17	0.19	0.028	3.143	0.09	0.35
	5	0.22	0.24	0.21	0.19	0.24	0.21	0.21	0.22	0.018	3.143	0.06	0.23
	6	0.17	0.19	0.21	0.22	0.23	0.24	0.25	0.22	0.028	3.143	0.09	0.35
PCB10 5	1	0.23	0.22	0.21	0.23	0.26	0.22	0.21	0.23	0.017	3.143	0.05	0.22
	2	0.21	0.24	0.20	0.23	0.22	0.22	0.21	0.22	0.012	3.143	0.04	0.15
	3	0.19	0.19	0.21	0.22	0.21	0.19	0.22	0.20	0.015	3.143	0.05	0.19
	4	0.23	0.20	0.21	0.21	0.19	0.21	0.20	0.21	0.011	3.143	0.03	0.14
	5	0.22	0.23	0.22	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.008	3.143	0.03	0.10
	6	0.18	0.20	0.19	0.16	0.19	0.20	0.18	0.18	0.014	3.143	0.04	0.18
PCB13 8	1	0.18	0.19	0.2	0.18	0.2	0.18	0.17	0.19	0.011	3.143	0.04	0.14
	2	0.19	0.17	0.18	0.18	0.18	0.19	0.19	0.18	0.009	3.143	0.03	0.11
	3	0.18	0.17	0.17	0.20	0.17	0.19	0.17	0.18	0.012	3.143	0.04	0.15
	4	0.17	0.18	0.17	0.17	0.19	0.18	0.20	0.18	0.011	3.143	0.03	0.13
	5	0.19	0.18	0.16	0.18	0.17	0.20	0.18	0.18	0.011	3.143	0.03	0.14
	6	0.21	0.19	0.18	0.20	0.17	0.21	0.18	0.19	0.014	3.143	0.04	0.17
PCB12 6	1	0.21	0.21	0.2	0.21	0.22	0.2	0.19	0.21	0.010	3.143	0.03	0.12
	2	0.18	0.19	0.20	0.18	0.17	0.19	0.19	0.19	0.010	3.143	0.03	0.13
	3	0.19	0.17	0.19	0.17	0.18	0.18	0.19	0.18	0.008	3.143	0.03	0.10
	4	0.20	0.17	0.19	0.20	0.16	0.19	0.21	0.19	0.016	3.143	0.05	0.21
		0.17	0.19	0.18	0.20	0.16	0.17	0.18	0.18	0.013	3.143	0.04	0.16
		0.18	0.19	0.21	0.17	0.17	0.18	0.16	0.18	0.016	3.143	0.05	0.20
PCB16 7	1	0.2	0.18	0.19	0.2	0.21	0.19	0.17	0.19	0.013	3.143	0.04	0.17
	2	0.19	0.17	0.19	0.17	0.19	0.17	0.19	0.18	0.010	3.143	0.03	0.12
	3	0.21	0.18	0.18	0.20	0.19	0.17	0.18	0.19	0.013	3.143	0.04	0.16
	4	0.17	0.19	0.19	0.16	0.19	0.21	0.19	0.19	0.016	3.143	0.05	0.20
	5	0.18	0.17	0.20	0.19	0.16	0.18	0.18	0.18	0.012	3.143	0.04	0.15
	6	0.21	0.19	0.21	0.22	0.21	0.18	0.22	0.21	0.013	3.143	0.04	0.16
PCB15 6	1	0.22	0.21	0.21	0.21	0.22	0.22	0.19	0.21	0.011	3.143	0.03	0.13
	2	0.21	0.22	0.20	0.20	0.19	0.22	0.21	0.20	0.012	3.143	0.04	0.15
	3	0.22	0.19	0.20	0.22	0.21	0.22	0.20	0.21	0.010	3.143	0.03	0.12
	4	0.21	0.20	0.19	0.19	0.21	0.22	0.18	0.20	0.014	3.143	0.04	0.18
	5	0.21	0.21	0.19	0.17	0.21	0.21	0.21	0.20	0.016	3.143	0.05	0.20

	6	0.20	0.17	0.18	0.21	0.18	0.19	0.17	0.19	0.014	3.143	0.04	0.17
PCB157	1	0.21	0.2	0.18	0.19	0.2	0.18	0.18	0.19	0.012	3.143	0.04	0.15
	2	0.17	0.17	0.19	0.18	0.19	0.18	0.17	0.18	0.011	3.143	0.03	0.14
	3	0.19	0.21	0.18	0.19	0.19	0.20	0.16	0.19	0.016	3.143	0.05	0.20
	4	0.18	0.19	0.19	0.16	0.18	0.18	0.17	0.18	0.009	3.143	0.03	0.12
	5	0.19	0.17	0.19	0.16	0.17	0.17	0.21	0.18	0.015	3.143	0.05	0.19
	6	0.19	0.17	0.17	0.19	0.16	0.18	0.18	0.18	0.012	3.143	0.04	0.14
PCB180	1	0.2	0.2	0.2	0.2	0.18	0.19	0.18	0.19	0.010	3.143	0.03	0.12
	2	0.19	0.19	0.17	0.18	0.20	0.18	0.20	0.19	0.010	3.143	0.03	0.13
	3	0.17	0.19	0.19	0.17	0.18	0.17	0.18	0.18	0.010	3.143	0.03	0.13
	4	0.19	0.21	0.16	0.18	0.17	0.18	0.20	0.18	0.018	3.143	0.06	0.23
	5	0.17	0.18	0.18	0.17	0.21	0.17	0.19	0.18	0.014	3.143	0.04	0.17
	6	0.21	0.20	0.19	0.20	0.17	0.20	0.18	0.19	0.014	3.143	0.04	0.18
PCB169	1	0.22	0.22	0.2	0.22	0.24	0.23	0.2	0.22	0.015	3.143	0.05	0.18
	2	0.21	0.19	0.21	0.22	0.21	0.19	0.20	0.20	0.012	3.143	0.04	0.15
	3	0.20	0.19	0.21	0.22	0.19	0.21	0.21	0.20	0.012	3.143	0.04	0.15
	4	0.22	0.19	0.18	0.20	0.23	0.19	0.19	0.20	0.017	3.143	0.05	0.21
	5	0.17	0.18	0.20	0.19	0.18	0.17	0.16	0.18	0.014	3.143	0.04	0.17
	6	0.21	0.19	0.22	0.22	0.20	0.22	0.22	0.21	0.013	3.143	0.04	0.16
PCB189	1	0.21	0.2	0.2	0.23	0.22	0.22	0.19	0.21	0.014	3.143	0.04	0.18
	2	0.20	0.22	0.23	0.22	0.20	0.21	0.19	0.21	0.012	3.143	0.04	0.15
	3	0.20	0.21	0.22	0.22	0.22	0.19	0.21	0.21	0.012	3.143	0.04	0.15
	4	0.21	0.20	0.22	0.21	0.20	0.22	0.21	0.21	0.008	3.143	0.03	0.10
	5	0.23	0.22	0.21	0.21	0.20	0.22	0.20	0.21	0.009	3.143	0.03	0.12
	6	0.18	0.18	0.18	0.19	0.19	0.20	0.18	0.19	0.008	3.143	0.03	0.10

1.3 方法精密度测试数据

表 1-5 为 6 家实验室对《土壤 沉积物 多氯联苯的测定 气相色谱法/质谱法》低浓度标准溶液加标空白石英砂样品测定的精密度原始测试数据，实验室间相对标准偏差 2.1%-10.5%。

表 1-5 低浓度空白加标样品的精密度原始测试数据

化合物名称	实验室号	测定值 (μg/kg)						平均值 (μg/kg)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
PCB28	1	1.64	1.67	1.49	1.56	1.66	1.56	1.60	0.07	4.5
	2	1.67	1.75	1.62	1.77	1.6	1.84	1.71	0.09	5.5
	3	1.95	1.65	1.59	1.7	1.74	1.89	1.75	0.14	8.0
	4	1.93	1.58	1.79	1.65	1.75	2.02	1.79	0.17	9.3
	5	1.84	1.73	1.62	1.76	1.61	1.98	1.76	0.14	8.0
	6	1.97	1.65	2.18	1.84	1.79	2.06	1.92	0.19	10.1
PCB52	1	2.05	1.97	1.93	1.96	2.1	2.12	2.02	0.08	3.9
	2	2.06	2.12	1.73	1.84	1.91	1.76	1.90	0.16	8.3
	3	1.82	1.92	1.75	1.69	1.9	1.81	1.82	0.09	4.8
	4	2.08	2.35	2.03	2.21	2.17	1.93	2.13	0.15	6.9
	5	2.37	2.04	2.26	2.18	2.2	2.05	2.18	0.13	5.8
	6	1.93	2.14	2.23	2.09	1.88	2.18	2.08	0.14	6.8
PCB101	1	1.83	1.8	1.7	1.79	1.86	1.84	1.80	0.06	3.1
	2	1.51	1.63	1.48	1.71	1.52	1.39	1.54	0.11	7.4
	3	1.86	1.68	2.04	1.96	1.82	1.74	1.85	0.13	7.3
	4	1.93	2.05	1.77	1.62	1.94	1.7	1.84	0.16	9.0
	5	1.81	1.95	1.75	1.63	1.74	1.66	1.76	0.11	6.5
	6	1.79	1.68	1.7	1.89	1.66	1.81	1.76	0.09	5.1
PCB81	1	2.3	2.07	2.12	2.12	2.31	2.28	2.20	0.11	4.9
	2	1.5	1.74	1.49	1.66	1.45	1.48	1.55	0.12	7.6
	3	1.42	1.49	1.57	1.64	1.72	1.43	1.55	0.12	7.8

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/kg)						平均值 (µg/kg)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	4	1.73	1.67	1.55	1.49	1.55	1.42	1.57	0.11	7.3
	5	1.73	1.63	2.08	1.74	1.69	1.93	1.80	0.17	9.5
	6	1.9	1.63	1.74	1.9	1.78	1.62	1.76	0.12	7.0
PCB77	1	2.03	1.82	2.05	2.27	2.15	2.18	2.08	0.16	7.5
	2	2.03	2.11	2.06	1.92	2.1	2.04	2.04	0.07	3.3
	3	2.31	2.17	2.05	2.14	2.08	2.14	2.15	0.09	4.2
	4	1.98	1.86	1.63	1.88	2.03	1.75	1.86	0.15	7.9
	5	1.7	1.76	1.82	1.81	1.94	1.86	1.82	0.08	4.5
	6	1.65	1.73	1.97	1.65	1.86	1.7	1.76	0.13	7.3
PCB123	1	2.25	2.14	2.17	2.26	2.2	2.21	2.21	0.05	2.1
	2	2.14	1.81	2.08	1.92	1.86	1.82	1.94	0.14	7.2
	3	2.06	1.94	2.22	2.07	2.11	1.84	2.04	0.13	6.5
	4	1.92	2.04	1.68	1.84	2.07	1.82	1.90	0.15	7.7
	5	1.75	1.64	1.86	2.09	2.13	1.88	1.89	0.19	10.0
	6	1.8	1.86	1.96	1.72	1.8	2.04	1.86	0.12	6.3
PCB118	1	2.37	2.16	2.08	2.07	2.43	2.22	2.22	0.15	6.7
	2	1.84	1.72	1.95	2.11	1.87	1.73	1.87	0.15	7.8
	3	1.7	1.86	1.73	1.82	1.93	2.08	1.85	0.14	7.5
	4	1.91	1.8	1.64	1.85	1.71	1.97	1.81	0.12	6.8
	5	1.87	2.13	1.7	1.89	1.69	1.68	1.83	0.18	9.6
	6	2.18	2.05	1.85	2.11	1.97	2.01	2.03	0.11	5.7
PCB114	1	2	1.85	1.81	1.94	2.15	1.95	1.95	0.12	6.2
	2	1.94	2.08	2.17	2.1	1.84	2.2	2.06	0.14	6.8
	3	2.18	1.95	2.03	1.85	2.17	2.07	2.04	0.13	6.3
	4	1.93	2.03	2.16	2.1	2.21	2.03	2.08	0.10	4.9
	5	2.04	1.93	1.85	2.06	2.21	1.82	1.99	0.15	7.4
	6	2.13	1.86	1.73	2.14	2.07	2.12	2.01	0.17	8.6
PCB153	1	1.95	1.83	1.8	1.77	1.96	1.81	1.85	0.08	4.4
	2	1.82	1.69	1.71	1.92	1.82	1.97	1.82	0.11	6.1
	3	1.83	1.62	1.77	1.73	1.95	1.81	1.79	0.11	6.2
	4	1.87	1.79	2.01	1.74	2.08	1.82	1.89	0.13	7.0
	5	1.91	2.03	1.83	1.73	1.85	1.93	1.88	0.10	5.4
	6	1.69	1.9	1.74	1.82	1.77	1.89	1.80	0.08	4.6
PCB105	1	2.28	2.25	2.17	2.37	2.59	2.18	2.31	0.16	6.8
	2	2.37	2.04	2.26	2.18	2.2	2.05	2.18	0.13	5.8
	3	1.93	2.14	2.23	2.09	1.88	2.18	2.08	0.14	6.8
	4	2.03	2.11	2.06	1.92	2.1	2.04	2.04	0.07	3.3
	5	2.31	2.17	2.05	2.14	2.08	2.14	2.15	0.09	4.2
	6	1.98	1.86	1.63	1.88	2.03	1.75	1.86	0.15	7.9
PCB138	1	1.78	1.94	2.01	1.79	2.01	1.79	1.89	0.11	6.0
	2	1.64	1.95	1.71	1.89	2.12	1.69	1.83	0.19	10.1
	3	1.63	1.9	2.15	1.76	1.88	1.72	1.84	0.18	9.9
	4	1.92	1.68	1.73	1.95	1.82	1.61	1.79	0.14	7.6
	5	1.86	2.05	1.79	1.85	1.7	1.78	1.84	0.12	6.4
	6	2.15	1.77	1.68	2.07	1.82	2.01	1.92	0.19	9.7
PCB126	1	2.17	2.08	2.03	2.09	2.22	1.98	2.10	0.09	4.2
	2	2.13	1.88	2.06	2.12	2.25	2.06	2.08	0.12	5.8
	3	2.04	1.94	2.12	2.05	2.17	2.09	2.07	0.08	3.8
	4	2.18	2.21	2.05	1.89	2.08	1.93	2.06	0.13	6.3
	5	1.76	2.17	2.06	1.92	2.11	1.85	1.98	0.16	8.1
	6	2.06	2.18	1.93	1.84	2.05	1.78	1.97	0.15	7.6
PCB167	1	1.97	1.78	1.96	1.99	2.08	1.89	1.95	0.10	5.2
	2	1.72	1.88	2.04	1.64	1.86	2.1	1.87	0.18	9.5
	3	1.94	1.8	2.01	1.64	1.74	1.81	1.82	0.13	7.3
	4	1.9	2.08	1.66	1.71	1.84	1.62	1.80	0.17	9.6
	5	1.74	1.88	1.73	1.86	1.7	1.91	1.80	0.09	5.0
	6	1.77	1.83	1.96	1.89	1.66	1.83	1.82	0.10	5.6
PCB156	1	2.23	2.12	2.17	2.14	2.27	2.2	2.19	0.06	2.6
	2	1.89	1.93	1.65	1.8	1.72	1.82	1.80	0.10	5.8

化合物名称	实验室号	测定值 (μg/kg)						平均值 (μg/kg)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	3	1.55	1.57	1.77	1.67	1.8	2.04	1.73	0.18	10.5
	4	1.75	1.8	1.74	2.08	1.69	1.9	1.83	0.14	7.8
	5	1.99	1.89	2.01	1.68	1.95	1.82	1.89	0.12	6.6
	6	1.9	2.1	2.21	2.12	1.89	2.04	2.04	0.13	6.2
PCB157	1	2.07	2.06	1.8	1.89	2.03	1.8	1.94	0.13	6.6
	2	1.85	2.11	2.2	1.93	2.09	2.08	2.04	0.13	6.3
	3	1.87	1.82	1.99	2.25	1.94	1.87	1.96	0.16	8.0
	4	1.79	2.04	1.86	1.76	1.67	1.63	1.79	0.15	8.2
	5	1.86	2.23	2.19	2.04	2.15	2.19	2.11	0.14	6.6
	6	2.17	2.25	2.15	2.04	2.11	1.89	2.10	0.12	5.9
PCB180	1	1.97	2.05	1.99	2.02	1.86	1.87	1.96	0.08	4.0
	2	2.14	2.19	2.19	2.21	1.92	2.07	2.12	0.11	5.2
	3	2.03	2.17	2.05	1.96	2.19	2.06	2.08	0.09	4.2
	4	2.18	2.05	2.1	2.03	2.21	2.04	2.10	0.08	3.7
	5	1.76	1.83	1.84	1.92	1.86	1.98	1.87	0.08	4.1
	6	1.92	1.74	1.8	2.01	1.76	1.96	1.87	0.11	6.1
PCB169	1	2.23	2.21	2.06	2.27	2.39	2.28	2.24	0.11	4.8
	2	1.73	1.84	2.08	1.79	1.88	1.69	1.84	0.14	7.6
	3	1.66	1.94	1.75	1.92	1.82	1.71	1.80	0.11	6.3
	4	2.1	1.75	1.89	1.94	2.03	1.64	1.89	0.17	9.1
	5	1.88	1.9	1.62	1.75	1.8	1.74	1.78	0.10	5.8
	6	1.74	1.9	1.63	1.74	1.72	2.07	1.80	0.16	8.8
PCB189	1	2.15	2.04	1.99	2.29	2.25	2.19	2.15	0.12	5.5
	2	2.07	1.76	2.13	1.85	1.76	2.04	1.94	0.16	8.5
	3	1.92	2.08	1.83	1.67	1.86	1.97	1.89	0.14	7.3
	4	1.82	1.75	2.08	1.92	2.15	1.86	1.93	0.16	8.0
	5	2.13	1.72	1.8	1.77	2.02	1.71	1.86	0.17	9.4
	6	2.28	2.16	2.31	1.94	2.05	2.16	2.15	0.14	6.5

表 1-6 为 6 家实验室对《土壤 沉积物 多氯联苯的测定 气相色谱法/质谱法》中中等浓度标准溶液加标空白石英砂样品测定的精密度原始测试数据，实验室间相对标准偏差 1.5%-7.8%。

表 1-6 中等浓度空白加标样品的精密度测试原始数据

化合物名称	实验室号	测定值 (μg/kg)						平均值 (μg/kg)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
PCB28	1	17.9	17.5	17.1	17.3	17.8	18.4	17.7	0.47	2.6
	2	18.0	17.5	19.2	17.2	18.1	18.2	18.0	0.69	3.9
	3	18.9	17.4	17.2	18.5	19.2	20.1	18.6	1.10	5.9
	4	19.0	17.4	19.2	18.2	17.2	20.3	18.5	1.18	6.4
	5	19.9	17.4	17.6	17.2	18.1	17.9	18.0	0.98	5.5
	6	20.0	17.3	18.2	17.2	17.6	17.6	18.0	1.04	5.8
PCB52	1	17.5	17.8	18.1	17.6	17.9	18.2	17.9	0.27	1.5
	2	18.5	16.2	17.9	18.2	17.6	18.2	17.8	0.83	4.7
	3	19.2	18.2	18.5	17.2	19.1	19.6	18.6	0.86	4.6
	4	18.5	18.3	18.4	17.6	17.2	20.5	18.4	1.14	6.2
	5	17.2	16.2	16.4	15.5	16.7	16.9	16.5	0.60	3.6
	6	20.1	19.8	20.2	17.8	19.8	19.8	19.6	0.89	4.5
PCB101	1	17.5	18	19.1	18.9	18.3	18.5	18.4	0.59	3.2
	2	17.5	16.8	15.6	17.3	16.6	17.9	17.0	0.81	4.8
	3	16.5	17.7	16.1	18.5	16.7	14.9	16.7	1.25	7.5
	4	16.1	17.3	15.4	16.9	17.2	15.2	16.4	0.92	5.6
	5	17.9	15.5	16.7	15.8	16.5	14.2	16.1	1.25	7.8
	6	16	17.5	15.4	16.8	15.7	17.4	16.5	0.89	5.4
PCB81	1	17.6	18	19.1	18.3	18.4	17.9	18.2	0.52	2.9
	2	17.3	16.8	18.6	17.6	18.2	16.4	17.5	0.83	4.8
	3	16.5	17.3	15.4	17.1	16.9	16.1	16.6	0.71	4.3

	4	16.8	18.5	17.3	16.2	17	16.4	17.0	0.82	4.8
	5	15.7	16.7	17.3	16.6	17.7	16.5	16.8	0.69	4.1
	6	18.2	16.4	17.8	16.3	17.6	19.1	17.6	1.07	6.1
PCB77	1	16.9	18	19.5	19.4	18.4	19.3	18.6	1.02	5.5
	2	17.6	19.1	18.6	18.4	17.8	19.4	18.5	0.71	3.8
	3	19.3	19	18.6	20.1	18.4	19.3	19.1	0.60	3.2
	4	18.8	17.6	18.4	19.4	20.3	18.4	18.8	0.93	5.0
	5	17.6	19.2	18.5	19.7	17	18.8	18.5	1.01	5.5
	6	18.3	19.7	17.6	18	18.2	17.3	18.2	0.83	4.6
PCB123	1	18.4	19.1	18.7	20	18.4	19.3	19.0	0.62	3.3
	2	17.6	18.7	16.5	17.9	18.2	17.8	17.8	0.74	4.1
	3	18.8	19.3	17.3	16.8	17.5	18	18.0	0.95	5.3
	4	18.3	19.1	17.6	18.7	18	17.5	18.2	0.63	3.4
	5	18.7	17.6	19.5	18.3	17.9	17.7	18.3	0.72	4.0
	6	17.8	18	18.9	17.3	18.6	17.3	18.0	0.66	3.7
PCB118	1	18.4	19.4	19.9	20.1	19.4	19.2	19.4	0.60	3.1
	2	17.3	16.4	16.8	17.1	18.7	16.3	17.1	0.87	5.1
	3	17.8	18.5	17.6	19.2	17.4	18.6	18.2	0.69	3.8
	4	18.2	17.4	19.2	17.8	16.9	17.2	17.8	0.83	4.7
	5	18.7	17.6	17.3	18	16.8	17.3	17.6	0.66	3.8
	6	19.2	16.6	18.5	17.6	18.8	18.7	18.2	0.96	5.3
PCB114	1	19.5	19.9	20.6	20.4	19.3	19.4	19.9	0.55	2.8
	2	18.4	17.6	17.9	17.4	18.9	16.9	17.9	0.72	4.0
	3	19.1	18.3	17.4	18.3	17	18.5	18.1	0.77	4.2
	4	18.6	19.4	18.9	18.3	17.9	19.5	18.8	0.63	3.3
	5	18.3	17.6	19.4	18.6	18.8	19.6	18.7	0.73	3.9
	6	17.7	18.7	19.3	18	17.4	18.8	18.3	0.73	4.0
PCB153	1	19.2	18.8	20.6	20.9	20.2	20.1	20.0	0.81	4.1
	2	17.4	18.6	16.8	17.9	18.8	17.1	17.8	0.81	4.6
	3	18.2	17.6	17.9	18.9	16.6	16.5	17.6	0.93	5.3
	4	18.7	17.5	18.3	19.2	17.6	18.1	18.2	0.65	3.6
	5	17.6	18.8	17.8	18.2	18.6	17.3	18.1	0.59	3.2
	6	18.4	17.6	16.5	18.2	18.4	16.5	17.6	0.90	5.1
PCB105	1	18.8	19.7	20.2	20	19.2	19.2	19.5	0.54	2.8
	2	17.6	18.3	16.8	17.5	18.2	16.6	17.5	0.70	4.0
	3	16.8	17.3	17.9	16.5	18.9	17	17.4	0.88	5.0
	4	18.2	17.4	17.6	18	17.3	17.9	17.7	0.36	2.0
	5	17.1	18.6	17.4	16.9	18.7	18.2	17.8	0.78	4.4
	6	16.8	17.8	16.6	17.5	16.8	17.7	17.2	0.53	3.1
PCB138	1	17.2	17.2	19.5	18.6	17.8	18	18.1	0.88	4.9
	2	17.4	16.5	18.8	17.4	16.9	18.2	17.5	0.84	4.8
	3	18.3	18.7	17.7	18.1	19.3	17	18.2	0.80	4.4
	4	17.6	18.5	17.6	18.2	19	17.5	18.1	0.61	3.4
	5	18	19.2	17.4	18.8	17.6	18.2	18.2	0.69	3.8
	6	19.3	18.1	17.6	18.1	17	18.4	18.1	0.77	4.3
PCB126	1	18.1	18.6	19.5	20.1	18.7	19.1	19.0	0.71	3.7
	2	18	20.3	19.2	18.7	19.4	18.1	19.0	0.87	4.6
	3	17.3	18.6	18.9	19.7	17.6	18.8	18.5	0.89	4.8
	4	17.8	18.2	17.9	17.3	17.1	18.8	17.9	0.62	3.4
	5	18.3	16.7	18.7	17.9	16.9	18.2	17.8	0.81	4.5
	6	18.8	17.1	16.4	16.3	17.5	18.6	17.5	1.07	6.1
PCB167	1	18.6	19.3	20.1	20.8	19.8	19.9	19.8	0.74	3.8
	2	18.1	18.6	17.7	18.3	16.5	17.4	17.8	0.75	4.2
	3	17.6	18.4	19.5	17	18.2	17	18.0	0.96	5.3
	4	18.9	17.4	19.1	18.8	18.1	18.4	18.5	0.63	3.4
	5	18.2	19.4	20.1	18.4	19.7	18	19.0	0.88	4.6
	6	18.6	17.9	19.6	18.7	17.6	18.1	18.4	0.71	3.9
PCB156	1	20.4	20.5	21.7	21.2	20.5	20.6	20.8	0.52	2.5
	2	17.3	18.3	18.4	17.6	17.9	18.9	18.1	0.58	3.2
	3	18.9	17.2	17.6	19.6	18.2	18.3	18.3	0.87	4.7
	4	17.7	18.5	17.6	18.9	20.1	19.1	18.7	0.94	5.0
	5	21.3	20.4	19.6	19.3	20.4	20.4	20.2	0.71	3.5
	6	19.4	18.6	19.8	20.3	19.7	19.6	19.6	0.56	2.9
PCB157	1	14	14.2	15.2	15.3	14.9	15.1	14.8	0.55	3.7

	2	14.8	15.8	14.4	16.2	15.7	15.1	15.3	0.68	4.4
	3	16.2	15.8	14.9	14.2	15	14.6	15.1	0.75	5.0
	4	15.6	14.9	15.1	13.8	15.4	14.6	14.9	0.64	4.3
	5	14	15.9	13.6	14.7	16.2	13.9	14.7	1.10	7.5
	6	18.5	19.1	17.6	18	18.4	17.2	18.1	0.68	3.8
PCB180	1	18.1	19.7	19.6	19.4	18.6	18.2	18.9	0.72	3.8
	2	19.3	18.5	19.5	20.1	18.6	19.1	19.2	0.59	3.1
	3	18.6	17.5	18.9	19.4	17.8	18.8	18.5	0.72	3.9
	4	19	18.4	17.6	18.1	17.2	19.3	18.3	0.80	4.4
	5	17.5	18.3	18.7	19.6	18.7	17.6	18.4	0.78	4.3
	6	19.4	18.3	18.1	17.5	19.4	18.6	18.6	0.75	4.0
PCB169	1	18.2	18.9	19	19.2	18.2	18.4	18.7	0.44	2.3
	2	20.4	18.7	18.2	19.2	18.6	19.7	19.1	0.81	4.2
	3	18.8	19.4	18.2	19.6	18.5	17.4	18.7	0.81	4.3
	4	18.5	17.6	18.9	19	17.6	18.8	18.4	0.64	3.5
	5	19.2	18.3	17.6	18.9	19.3	18.2	18.6	0.66	3.6
	6	18.7	17.4	18	19.1	19.4	19.4	18.7	0.81	4.4
PCB189	1	18.2	18.9	19	19.2	18.2	18.4	18.7	0.44	2.3
	2	16.6	17.2	16	15.7	18.2	17.3	16.8	0.92	5.5
	3	19.3	18.4	18.6	20.1	18.8	18.2	18.9	0.70	3.7
	4	18.6	19.2	18.2	17.6	20.2	18.7	18.8	0.89	4.7
	5	18.3	18.7	19.6	18.3	17.3	19	18.5	0.78	4.2
	6	17.8	18.6	19.4	18.7	18.4	19	18.7	0.54	2.9

表 1-7 为 6 家实验室对《土壤和沉积物 多氯联苯的测定 气相色谱法/质谱法》中高浓度标准溶液加标空白石英砂样品测定的精密度原始测试数据，实验室内相对标准偏差 0.5%-6.2%。

表 1-7 高浓度空白加标样品的精密度测试数据

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/kg)						平均值 (µg/kg)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
PCB28	1	73.9	75.9	78.8	72.2	75.4	76	75.4	2.2	2.9
	2	74.2	75.2	76.2	74.2	77.3	76.2	75.6	1.2	1.6
	3	71.6	78.5	72.3	71.2	74.3	73.6	73.6	2.7	3.6
	4	74.2	76.6	75.9	74.3	72.3	74.5	74.6	1.5	2.0
	5	75.2	74.2	73.6	76.6	75.9	73.6	74.9	1.3	1.7
	6	75.9	75.6	74.2	76.2	74.9	75.2	75.3	0.7	1.0
PCB52	1	78.9	79.7	79.7	78.2	79.7	79.5	79.3	0.6	0.8
	2	79.6	75.2	76.3	74.2	74.6	75.2	75.9	2.0	2.6
	3	78.9	76.2	74.9	76.3	77.2	76.5	76.7	1.3	1.7
	4	75.6	74.6	76.3	77.5	78.1	80.1	77.0	2.0	2.5
	5	76.9	78.6	79.2	75.9	74.6	74.6	76.6	2.0	2.6
	6	75.6	75.4	76.2	75.9	75.4	76.2	75.8	0.4	0.5
PCB101	1	79.3	79.9	78.9	76.7	76.2	76.8	78.0	1.6	2.0
	2	75.6	78.3	79.2	76.3	78.4	77.9	77.6	1.4	1.8
	3	76.9	79.8	77.5	78.2	75.6	79.2	77.9	1.5	2.0
	4	79.6	79.2	78.2	79.1	78.4	77.9	78.7	0.7	0.8
	5	78.2	77.5	78.1	79.6	80.5	79.5	78.9	1.1	1.4
	6	76.5	77.2	76.3	77.4	79.2	74.5	76.9	1.5	2.0
PCB81	1	79.3	79.9	78.9	76.7	76.2	76.8	78.0	1.6	2.0
	2	74.6	75.2	74.9	75.2	76.4	77.3	75.6	1.0	1.4
	3	78.9	76.5	74.2	78.2	76.2	79.6	77.3	2.0	2.6
	4	80.2	80.3	79.9	80.3	78.6	79.3	79.8	0.7	0.9
	5	78.6	77.2	79.6	74.6	78.3	76.2	77.4	1.8	2.3
	6	79.6	76.2	74.9	77.6	75.6	74.9	76.5	1.8	2.4
PCB77	1	72.6	74.1	75.2	79.8	78.5	76.2	76.1	2.7	3.6
	2	78.2	74.6	77.5	78.2	76.9	75.6	76.8	1.5	1.9
	3	78.2	76.9	74.2	81.5	79.9	78.9	78.3	2.5	3.2
	4	74.6	76.2	78.2	76.2	74.9	76.2	76.1	1.3	1.7
	5	79.5	78.9	79.2	82.6	76.3	75.9	78.7	2.4	3.1
	6	80.2	79.6	78.9	79.6	78.5	79.2	79.3	0.6	0.8

PCB123	1	77.2	70.8	75.7	75.5	71.1	74.3	74.1	2.6	3.5
	2	79.2	78.2	77.5	76.3	77.5	78.3	77.8	1.0	1.3
	3	76.2	74.6	76.9	76.3	77.2	78.2	76.6	1.2	1.6
	4	75.2	74.6	79.2	75.4	76.2	77.9	76.4	1.8	2.3
	5	79.2	79.6	76.4	77.9	78.5	79.2	78.5	1.2	1.5
	6	80.2	80.6	80.2	79.5	80.6	80.3	80.2	0.4	0.5
PCB118	1	74.9	71.6	75.8	79.1	71.2	78.2	75.1	3.3	4.4
	2	73.6	74.5	76.2	77.9	72.6	80.2	75.8	2.9	3.8
	3	75.6	74.9	76.3	74.9	75.9	76.2	75.6	0.6	0.8
	4	77.6	78.2	77.2	76.9	78.5	76.3	77.5	0.8	1.1
	5	76.3	74.5	76.6	75.9	75.2	76.3	75.8	0.8	1.1
	6	77.4	77.6	78.2	80.2	74.6	75.9	77.3	1.9	2.5
PCB114	1	82.5	75	76.9	77.2	75.6	74.4	76.9	2.9	3.8
	2	78.6	79.5	74.6	79.1	76.2	75.9	77.3	2.0	2.6
	3	76.3	77.4	78.2	76.5	77.5	79.2	77.5	1.1	1.4
	4	75.6	76.2	76.4	75.9	77.6	76.9	76.4	0.7	0.9
	5	74.9	75.2	74.8	75.2	76.2	75.7	75.3	0.5	0.7
	6	78.9	79.6	75	76.3	76.9	79.9	77.8	2.0	2.6
PCB153	1	78.9	72.1	82.8	73.9	81.6	82.8	78.7	4.7	5.9
	2	80.2	80.2	79.9	78.9	79.2	80.5	79.8	0.6	0.8
	3	80.6	75.6	79.2	79.3	74.6	79.6	78.2	2.4	3.1
	4	80.2	80.1	79.9	82.3	80.4	79.5	80.4	1.0	1.2
	5	79.4	80.3	80.2	79.4	78.6	79.5	79.6	0.6	0.8
	6	80.3	80.4	80.4	79.9	80.8	79.6	80.2	0.4	0.5
PCB105	1	73.7	74	81.4	78.7	85.1	80.4	78.9	4.4	5.6
	2	75.9	80.3	76.9	73.9	75.6	74.2	76.1	2.3	3.1
	3	74.2	79.6	74.5	73.6	76.6	80.5	76.5	2.9	3.8
	4	80.2	75.2	76.3	81.2	79.2	76.2	78.1	2.5	3.2
	5	79.8	74.6	76.3	80.1	74.2	72.9	76.3	3.0	4.0
	6	80.1	82.2	79.2	76.9	74.2	81.7	79.1	3.0	3.8
PCB138	1	76.1	79.6	84.4	81.7	75.9	75.9	78.9	3.6	4.5
	2	81.2	81.6	79.9	80.5	76.9	74.5	79.1	2.8	3.5
	3	75.6	74.9	77.6	78.9	75.9	82.2	77.5	2.7	3.5
	4	76.9	77.4	78.8	72.6	76.6	74.2	76.1	2.3	3.0
	5	74.6	84.2	83.2	79.4	81.2	79.3	80.3	3.4	4.3
	6	75.1	76.2	75.2	79.2	80.1	74.9	76.8	2.3	3.0
PCB126	1	78.2	77.1	81.3	83.8	70.7	73.6	77.5	4.8	6.2
	2	79.6	80.2	74.6	76.9	77.5	78.2	77.8	2.0	2.6
	3	78.5	74.2	77.9	76.5	78.8	79.2	77.5	1.9	2.4
	4	78.8	79.5	79.2	78.5	77.9	76.2	78.4	1.2	1.5
	5	75.6	76.2	74.9	74.6	74.2	76.5	75.3	0.9	1.2
	6	78.2	80.2	80.6	81.2	79.6	80.2	80.0	1.0	1.3
PCB167	1	74.6	74	81.4	75.2	74.9	75.2	75.9	2.7	3.6
	2	74.6	79.6	80.2	75.6	72.9	76.5	76.6	2.9	3.7
	3	76.3	77.4	78.5	79.3	75.6	79.5	77.8	1.6	2.1
	4	79.3	80.2	81.2	76.3	79.5	74.6	78.5	2.5	3.2
	5	80.2	79.6	79.8	74.6	75.3	79.8	78.2	2.5	3.3
	6	79.7	74.6	75.4	79.6	74.2	82.1	77.6	3.3	4.2
PCB156	1	75.7	78.5	76.4	73.8	73.2	71.2	74.8	2.6	3.5
	2	80.2	76.3	84.2	75.4	76.3	74.9	77.9	3.6	4.6
	3	79.5	74.6	77.8	80.5	76.9	74.2	77.3	2.5	3.3
	4	77.6	78.9	72.6	82.2	74.2	72.3	76.3	3.9	5.2
	5	80.2	80.3	79.9	75.6	80.2	76.3	78.8	2.2	2.8
	6	81.2	78.6	79.5	81.4	82.3	79.3	80.4	1.4	1.8
PCB157	1	72.4	71.2	75.7	77.5	74.8	70.9	73.8	2.7	3.6
	2	75.4	71.6	72.3	79.6	75.6	74.2	74.8	2.9	3.8
	3	76.3	74.5	76.3	74.6	76.9	72.3	75.2	1.7	2.3
	4	77.4	79.6	74.2	71.6	75.6	74.5	75.5	2.8	3.7
	5	80.5	80.2	80.6	79.9	78.6	80.3	80.0	0.7	0.9
	6	79.6	81.2	80.2	79.9	79.6	80.2	80.1	0.6	0.7
PCB180	1	72.7	70	77.3	75.2	79	82	76.0	4.3	5.7
	2	80.2	79.6	74.2	78.6	81.2	80.2	79.0	2.5	3.2
	3	80.2	79.9	80.3	81.2	79.6	79.7	80.2	0.6	0.7

	4	78.2	78.9	79.2	80.1	79.2	80.2	79.3	0.8	1.0
	5	80.2	81.6	79.8	80.3	79.6	81.2	80.5	0.8	1.0
	6	79.3	79.9	80.8	81.2	80.6	80.1	80.3	0.7	0.9
PCB169	1	78.3	75.9	81.5	80.9	80.7	73.6	78.5	3.2	4.0
	2	80.2	78.9	76.9	80.1	81.2	80.2	79.6	1.5	1.9
	3	79.9	80.2	81.6	82.4	79.9	79.4	80.6	1.2	1.4
	4	80.2	81.5	80.6	79.2	74.9	79.8	79.4	2.3	2.9
	5	81.4	83.6	79.6	81.4	79.8	81.5	81.2	1.4	1.8
	6	80.5	82.6	81.6	78.5	79.2	80.2	80.4	1.5	1.9
PCB189	1	78.6	75.9	81.4	80.9	80.5	73.2	78.4	3.3	4.2
	2	79.2	78.2	77.6	77.4	78.2	78.3	78.2	0.6	0.8
	3	80.2	79.5	77.9	79.2	79.2	79.2	79.2	0.7	0.9
	4	81.2	81.3	80.4	79.4	79.9	78.4	80.1	1.1	1.4
	5	80.2	81.6	79.4	78.8	79.2	79.7	79.8	1.0	1.2
	6	82.3	79.4	76.8	78.9	79.4	81.2	79.7	1.9	2.4

表 1-8、1-9 为 6 家实验室对《土壤 沉积物 多氯联苯的测定 气相色谱法/质谱法》中中等浓度标准溶液加标砂质土壤样品、太湖沉积物样品测定的精密度原始测试数据。砂质土壤样品实验室间相对标准偏差为 3.7%~11.5%、太湖沉积物样品实验室间相对标准偏差为 2.4%~10.7%。

表 1-8 中等浓度砂质土壤加标样品的精密度测试数据

化合物名称	实验室号	测定值 (μg/kg)						平均值 (μg/kg)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
PCB28	1	14.5	13.6	15.4	14.9	12.9	15.6	14.5	1.1	7.3
	2	12.2	13.4	12.8	14.8	13.6	12.3	13.2	1.0	7.4
	3	13.4	12.8	14	12.6	13.8	14.9	13.6	0.8	6.2
	4	12	13.5	11.8	13.9	12.2	12.4	12.6	0.9	6.8
	5	13.2	14.6	13.3	13.5	12.7	14	13.6	0.7	4.9
	6	13.4	14.3	13.5	15.7	13.4	14.1	14.1	0.9	6.3
PCB52	1	15.2	14.8	13.6	14.9	13.3	14.1	14.3	0.8	5.4
	2	14.8	16.4	15.3	14.2	13.2	16.7	15.1	1.3	8.8
	3	15.3	16.6	17.4	16.2	15.1	16.3	16.2	0.9	5.3
	4	13.6	14.8	16.4	13.9	16.7	16.9	15.4	1.5	9.5
	5	14.4	16.3	17.5	14.5	16.2	15.5	15.7	1.2	7.5
	6	16.2	16.7	15.4	17.7	16.1	17	16.5	0.8	4.8
PCB101	1	15.8	17.9	18.5	17.2	16.1	15.3	16.8	1.3	7.5
	2	14.7	16.5	17.6	14.3	17.0	15.5	15.9	1.3	8.2
	3	17.3	16.4	15.2	17.7	16.0	14.8	16.2	1.1	7.0
	4	15.3	17.3	16.1	17.8	16.5	16.7	16.6	0.9	5.3
	5	14.6	16.3	14.9	15.2	17.6	15.5	15.7	1.1	7.0
	6	14.2	16.9	17.5	16.0	17.1	15.3	16.2	1.3	7.7
PCB81	1	16.4	17.8	18.6	17.2	16.2	18.5	17.5	1.0	5.9
	2	18.4	16.5	17.3	18.9	16.3	18.5	17.7	1.1	6.3
	3	19.8	16.5	18.4	19.1	17.7	18.6	18.4	1.1	6.2
	4	18.4	17.4	16.9	16.5	18.4	16.8	17.4	0.8	4.8
	5	17.4	16.2	18.3	17.7	16.4	16.8	17.1	0.8	4.7
	6	15.8	16.3	17.1	16.2	15	16.8	16.2	0.7	4.6
PCB77	1	16.8	18.6	15.3	16.7	16.2	17.4	16.8	1.1	6.6
	2	17.5	16.0	18.9	15.6	19.3	18.4	17.6	1.5	8.7
	3	17.1	18.2	17.9	16.0	17.3	16.6	17.2	0.8	4.7
	4	18.5	17.3	19.2	18.4	18.1	17.2	18.1	0.8	4.2
	5	19.3	17.4	18.5	19.6	18.7	19.3	18.8	0.8	4.3
	6	17.2	18.8	18.4	19.1	17.5	16.6	17.9	1.0	5.5
PCB123	1	18.4	19.0	17.5	18.9	20.3	17.3	18.6	1.1	5.9
	2	18.7	16.5	18.4	19.2	17.8	18.6	18.2	0.9	5.2
	3	17.3	15.8	19.6	15.2	16.8	18.3	17.2	1.6	9.4
	4	18.1	17.7	16.5	18.4	17.0	21.2	18.2	1.7	9.1
	5	18.3	16.6	18.2	16.9	18.5	17.5	17.7	0.8	4.5
	6	18.5	17.2	16.5	15.3	17.9	18.6	17.3	1.3	7.4

PCB118	1	17.5	16.8	18.5	16.2	18.9	16.7	17.4	1.1	6.2
	2	18.8	17.6	19.1	16.5	18.5	17.7	18.0	1.0	5.3
	3	17.0	19.5	20.4	17.1	16.8	19.3	18.4	1.6	8.5
	4	18.5	19.7	20.6	17.5	16.1	18.6	18.5	1.6	8.6
	5	19.1	18.5	17.0	18.3	16.5	18.4	18.0	1.0	5.5
	6	20.4	19.7	16.2	18.8	19.5	18.3	18.8	1.5	7.8
PCB114	1	17.3	16.4	18.7	17.3	18.3	17.9	17.7	0.8	4.7
	2	18.5	19.0	16.7	18.5	21.2	17.1	18.5	1.6	8.6
	3	16.8	19.4	20.5	18.2	19.6	18.4	18.8	1.3	6.9
	4	17.5	16.2	17.7	18.5	18.3	19.6	18.0	1.1	6.3
	5	18.6	18.9	17.4	15.5	19.4	16.4	17.7	1.5	8.7
	6	17.7	15.3	18.0	17.5	16.5	15.4	16.7	1.2	7.1
PCB153	1	17.5	18.9	20.5	16.8	19.7	17.3	18.5	1.5	8.0
	2	18.2	17.8	19.4	20.1	17.2	17.6	18.4	1.1	6.1
	3	16.6	18.6	16.0	17.6	18.1	16.8	17.3	1.0	5.7
	4	17.0	19.7	18.2	19.1	20.3	18.3	18.8	1.2	6.3
	5	18.6	17.4	18.2	18.1	16.6	18.6	17.9	0.8	4.4
	6	17.2	16.0	18.2	18.8	17.2	18.3	17.6	1.0	5.8
PCB105	1	18.6	16.8	19.7	17.6	19.5	15.3	17.9	1.7	9.5
	2	17.7	16.2	17.5	18.0	17.3	18.7	17.6	0.8	4.7
	3	16.7	18.6	19.2	18.6	20.3	18.4	18.6	1.2	6.3
	4	17	15.8	18.3	18.9	16.5	17.4	17.3	1.1	6.6
	5	19.3	17.3	18.7	17.7	19.6	18.5	18.5	0.9	4.8
	6	17.5	18.7	18.4	19.8	16.2	18.3	18.2	1.2	6.7
PCB138	1	16.5	17.8	15.9	17.2	16.5	15	16.5	1.0	5.9
	2	17.7	19.3	20.5	16.4	16.0	15.7	17.6	1.9	11.1
	3	18.9	15.5	17.8	18.3	19.7	18.4	18.1	1.4	7.9
	4	16.3	18.6	18	16.2	17.3	16.4	17.1	1.0	5.9
	5	16.7	18.4	16.2	18.1	18.7	17.4	17.6	1.0	5.6
	6	17.1	16.6	16.4	18.5	17.7	15.2	16.9	1.1	6.7
PCB126	1	16.5	15.6	17.3	18.8	16.4	18.2	17.1	1.2	7.0
	2	17.6	17.9	16.3	20.4	18.4	19.4	18.3	1.4	7.8
	3	18.3	16.1	17.3	20.5	17.3	15.8	17.6	1.7	9.7
	4	18.4	20.1	16.9	19.5	16.3	19.7	18.5	1.6	8.5
	5	17.7	16.8	17.4	15.8	16.7	18.3	17.1	0.9	5.1
	6	16.3	17.1	18.5	17.2	18.4	17.4	17.5	0.8	4.8
PCB167	1	16.3	17.1	18.5	17.2	18.4	17.4	17.5	0.8	4.8
	2	15.7	18.2	16.6	17.2	16.4	18.6	17.1	1.1	6.5
	3	16.8	14.7	18.3	17.6	16.3	17.5	16.9	1.3	7.5
	4	18.2	16.0	17.9	19.3	19.4	17.2	18.0	1.3	7.2
	5	17.7	14.6	18.5	15.6	17.1	15.5	16.5	1.5	9.1
	6	19.8	15.7	16.2	18.8	18.4	17.3	17.7	1.6	8.9
PCB156	1	15.8	18.7	18.4	16.5	17.5	17.8	17.5	1.1	6.4
	2	18.3	19.6	17.4	16.7	18.2	18.8	18.2	1.0	5.6
	3	15.8	18.3	16.0	17.6	18.9	15.7	17.1	1.4	8.2
	4	18.7	16.6	17.1	15.4	18.2	18.9	17.5	1.4	7.8
	5	17.5	16.8	20.4	16.3	17.4	18.6	17.8	1.5	8.3
	6	16.3	19.5	17.2	16.2	19.5	16.4	17.5	1.6	9.0
PCB157	1	16.1	17.2	15.5	16.9	16.7	16.3	16.5	0.6	3.7
	2	17.6	15.3	15.2	18.4	16.6	17.2	16.7	1.3	7.6
	3	18.6	15.7	19.1	15.9	18.4	16.3	17.3	1.5	8.8
	4	14.3	16.6	17.2	15.5	19.5	18.7	17.0	1.9	11.5
	5	16.4	18.8	16.1	16.4	17.6	16.0	16.9	1.1	6.5
	6	18.7	19.3	20.4	18.6	17.7	16.5	18.5	1.3	7.2
PCB180	1	17.5	16.2	18.1	18.9	16.4	17	17.4	1.0	6.0
	2	15.2	19.5	17.4	18.1	17.0	19.7	17.8	1.7	9.4
	3	14.7	18.3	16.4	19	15.5	15.3	16.5	1.7	10.5
	4	15.2	18.1	14.7	16.5	17.3	15.9	16.3	1.3	7.9
	5	15.7	14.8	16.3	15.0	17.2	16.1	15.9	0.9	5.6
	6	14.8	15.0	14.9	17.1	15.4	14.4	15.3	1.0	6.3
PCB169	1	17.2	14.9	15.4	16.8	15.4	14.5	15.7	1.1	6.8
	2	15.3	16.8	14.4	15.6	16.0	15.1	15.5	0.8	5.3
	3	16.3	18.4	16.6	17.5	15.0	17.7	16.9	1.2	7.1
	4	17.2	14.3	15.1	16.9	15.6	15.8	15.8	1.1	6.9

	5	16.4	14.4	15.2	14.7	15.2	14.9	15.1	0.7	4.6
	6	15.3	17.6	14.2	15.7	16.0	14.4	15.5	1.2	8.0
PCB189	1	16.7	14.0	15.6	14.7	14.6	15.3	15.2	0.9	6.2
	2	18.2	16.7	17.3	19.3	18.2	16.5	17.7	1.1	6.0
	3	18.7	16.9	16.6	18.7	17.3	19.4	17.9	1.1	6.4
	4	17.2	16.3	18.0	17.5	16.1	17.0	17.0	0.7	4.2
	5	18.7	17.6	19.0	18.7	17.4	19.5	18.5	0.8	4.4
	6	18.4	16.5	17.1	16.2	17.7	18.9	17.5	1.1	6.1

表 1-9 中等浓度太湖沉积物加标样品的精密度测试数据

化合物名称	实验室号	测定值 (μg/kg)						平均值 (μg/kg)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
PCB28	1	14.1	13.4	13.6	14.3	14.0	13.8	13.9	0.3	2.4
	2	13.5	12.7	11.9	13.2	12.7	11.6	12.6	0.7	5.8
	3	12.7	11.5	13.1	12.2	13.7	11.9	12.5	0.8	6.5
	4	12.7	11.6	13.4	11.8	12.5	11.3	12.2	0.8	6.5
	5	11.9	13.4	12.5	13.3	13.3	11.7	12.7	0.8	6.0
	6	13.3	12.8	14.3	12.0	13.8	14.7	13.5	1.0	7.4
PCB52	1	15.8	14.3	16.5	14.9	13.8	15.0	15.1	1.0	6.5
	2	14.2	16.3	16.5	17.4	13.8	14.5	15.5	1.5	9.5
	3	15.8	14.4	16.4	14.1	13.5	15.2	14.9	1.1	7.4
	4	12.6	12.8	13.4	15.6	14.7	13.8	13.8	1.2	8.3
	5	13.8	14.6	13.6	12.7	12.9	13.5	13.5	0.7	5.0
	6	14.3	17.1	14.9	15.2	14.7	15.5	15.3	1.0	6.4
PCB101	1	20.8	21.9	19.7	22.6	22.7	19.2	21.2	1.5	7.0
	2	20.7	22.8	23.4	21.0	22.5	21.7	22.0	1.1	4.8
	3	23.4	24.3	22.6	20.7	24.3	22.9	23.0	1.3	5.8
	4	24.3	24.8	23.6	25.6	24.5	25.6	24.7	0.8	3.1
	5	23.5	24.8	25.9	23.1	24.2	23.8	24.2	1.0	4.2
	6	22.4	24.7	25.6	23.8	22.7	24.1	23.9	1.2	5.0
PCB81	1	18.5	16.4	17.7	16.2	17.4	16.6	17.1	0.9	5.2
	2	16.4	15.2	17.9	14.4	17.2	16.1	16.2	1.3	7.9
	3	15.6	17.1	14.3	15.0	14.8	14.6	15.2	1.0	6.7
	4	14.6	15.7	15.2	15.4	14.3	14.1	14.9	0.6	4.3
	5	15.4	14.4	16.0	14.7	13.9	14.1	14.8	0.8	5.5
	6	15.8	16.3	17.1	16.2	15.0	17.4	16.3	0.9	5.3
PCB77	1	18.7	19.6	22.4	21.7	23.5	23.8	21.6	2.1	9.6
	2	22.8	24.3	20.6	23.3	22.1	20.9	22.3	1.4	6.4
	3	19.7	21.6	20.5	23.5	22.4	21.1	21.5	1.4	6.3
	4	18.4	20.8	21.0	19.3	18.7	22.7	20.2	1.6	8.2
	5	18.7	16.5	19.4	20.2	21.7	19.9	19.4	1.7	9.0
	6	21.2	22.5	18.8	19.5	21.6	20.2	20.6	1.4	6.7
PCB123	1	14.6	16.2	15.5	14.8	15.0	17.1	15.5	1.0	6.2
	2	15.1	14.5	16.3	14.4	15.7	15.0	15.2	0.7	4.8
	3	16.8	18.6	17.3	14.9	15.4	16.2	16.5	1.3	8.1
	4	15.0	14.3	14.7	16.8	14.0	17.1	15.3	1.3	8.6
	5	14.3	14.8	16.0	15.4	15.5	14.4	15.1	0.7	4.5
	6	13.5	14.1	14.6	16.5	14.7	16.4	15.0	1.2	8.2
PCB118	1	18.3	17.8	15.4	16.1	18.2	19.1	17.5	1.4	8.1
	2	19.4	21.4	17.4	15.9	17.8	17.1	18.2	1.9	10.7
	3	20.4	18.3	17.6	19.3	18.6	17.0	18.5	1.2	6.5
	4	16.2	17.8	15.3	18.8	16.7	18.6	17.2	1.4	8.1
	5	18.6	20.3	17.6	15.9	16.4	18.9	18.0	1.6	9.2
	6	18.5	20.5	17.8	21.3	18.3	16.5	18.8	1.8	9.4
PCB114	1	19.6	17.5	17.4	18.2	16.5	18.8	18.0	1.1	6.1
	2	20.3	18.3	19.4	17.5	18.7	17.9	18.7	1.0	5.5
	3	18.7	16.2	17.6	19.2	18.5	20.4	18.4	1.4	7.8
	4	21.6	19.7	21.2	19.8	20.6	18.7	20.3	1.1	5.3
	5	17.7	19.2	18.2	17.0	18.6	19.1	18.3	0.8	4.6
	6	19.8	18.7	18.3	19.8	17.2	18.3	18.7	1.0	5.3
PCB153	1	16.4	17.6	15.7	16.2	17.3	18.0	16.9	0.9	5.3

	2	15.4	16.3	15.5	17.2	18.4	15.9	16.5	1.2	7.0
	3	14.9	16.5	18.2	16.7	15.9	14.8	16.2	1.3	7.9
	4	17.4	16.9	17.4	18.8	17.6	15.1	17.2	1.2	7.0
	5	15.2	16.3	14.6	17.5	15.0	16.2	15.8	1.1	6.8
	6	16.7	16.1	17.6	14.5	18.2	16.1	16.5	1.3	7.9
PCB105	1	17.5	16.4	15.5	17.2	15.9	16.4	16.5	0.8	4.6
	2	15.8	16.4	15.0	14.7	18.0	14.3	15.7	1.4	8.7
	3	15.5	17.8	16.4	15.0	16.4	17.2	16.4	1.0	6.3
	4	16.8	16.3	14.7	15.3	16.1	16.7	16.0	0.8	5.2
	5	17.6	18.2	16.4	15.8	16.2	14.3	16.4	1.4	8.4
	6	16.8	15.4	17.3	16.2	17.0	16.9	16.6	0.7	4.2
PCB138	1	19.0	17.6	18.2	17.8	18.8	15.9	17.9	1.1	6.2
	2	20.4	18.7	19.6	18.2	21.3	18.4	19.4	1.2	6.3
	3	18.5	16.7	17.3	16.5	18.4	16.8	17.4	0.9	5.1
	4	19.3	17.2	19.6	18.4	17.3	18.0	18.3	1.0	5.5
	5	18.3	19.7	17.5	18.2	17.1	16.3	17.9	1.2	6.6
	6	19.4	18.5	20.3	18.5	21.2	17.5	19.2	1.4	7.0
PCB126	1	17.4	18.3	18.7	18.2	17.6	19.3	18.3	0.7	3.8
	2	19.6	17.3	18.1	19.3	18.7	20.9	19.0	1.3	6.6
	3	17.4	16.5	18.8	17.3	19.2	18.2	17.9	1.0	5.7
	4	16.8	17.3	19.4	18.7	16.7	19.2	18.0	1.2	6.8
	5	17.8	19.4	18.8	20.3	19.2	17.3	18.8	1.1	5.8
	6	18.2	19.7	18.5	17.2	18.4	17.4	18.2	0.9	4.9
PCB167	1	18.6	16.4	17.9	18.3	20.6	19.7	18.6	1.5	7.8
	2	16.5	17.1	16.2	18.8	20.4	16.5	17.6	1.7	9.5
	3	16.0	17.3	18.1	17.4	16.9	17.2	17.2	0.7	4.0
	4	15.2	16.5	15.9	18.4	17.7	16.7	16.7	1.2	7.0
	5	18.4	21.3	17.2	17.9	18.6	19.2	18.8	1.4	7.5
	6	15.7	17.3	16.6	15.4	18.5	17.5	16.8	1.2	6.9
PCB156	1	19.2	20.3	22.4	21.6	20.8	19.6	20.7	1.2	5.9
	2	20.4	22.8	21.7	19.4	21.3	22.0	21.3	1.2	5.7
	3	18.6	21.4	20.1	22.5	20.7	21.6	20.8	1.4	6.5
	4	22.8	20.4	21.8	22.9	23.4	19.5	21.8	1.6	7.1
	5	23.5	24.1	22.9	20.7	24.3	23.4	23.2	1.3	5.6
	6	20.5	19.7	22.5	20.8	19.2	18.8	20.3	1.3	6.6
PCB157	1	18.8	20.5	19.6	18.7	21.4	17.3	19.4	1.4	7.5
	2	20.4	19.5	20.4	20.9	21.6	18.5	20.2	1.1	5.4
	3	18.3	17.4	15.9	18.6	19.7	18.2	18.0	1.3	7.1
	4	19.1	18.8	17.6	19.5	20.6	18.3	19.0	1.0	5.4
	5	20.4	18.7	19.5	17.7	18.5	17.1	18.7	1.2	6.4
	6	18.6	19.4	17.5	19.6	18.3	19.4	18.8	0.8	4.3
PCB180	1	17.8	16.5	19.4	18.2	19.7	18.3	18.3	1.2	6.3
	2	18.1	19.3	20.5	17.8	16.5	18.8	18.5	1.4	7.4
	3	17.6	16.8	18.0	17.3	19.1	17.3	17.7	0.8	4.5
	4	18.5	19.7	17.6	19.2	17.0	16.3	18.1	1.3	7.3
	5	17.2	19.0	18.5	16.2	17.7	19.1	18.0	1.1	6.3
	6	18.3	19.4	16.7	15.9	16.6	18.2	17.5	1.3	7.6
PCB169	1	16.8	19.2	18.4	17.1	18.5	16.9	17.8	1.0	5.7
	2	17.6	18.3	19.1	17.2	18.8	18.5	18.3	0.7	4.0
	3	18.3	20.6	17.5	18.8	18.7	17.1	18.5	1.2	6.6
	4	18.0	17.3	18.9	19.0	21.3	18.5	18.8	1.4	7.2
	5	17.3	18.9	19.6	16.2	17.3	18.2	17.9	1.2	6.9
	6	18.8	19.3	20.4	17.3	16.8	19.0	18.6	1.3	7.2
PCB189	1	17.7	19.1	20.7	17.5	18.6	16.8	18.4	1.4	7.6
	2	16.6	17.3	18.4	16.3	15.9	18.8	17.2	1.2	6.8
	3	18.6	17.3	19.2	16.4	17.0	18.2	17.8	1.1	6.0
	4	19.7	20.6	18.4	16.7	18.3	17.1	18.5	1.5	8.1
	5	18.4	16.5	17.1	16.2	17.7	18.9	17.5	1.1	6.1
	6	17.3	17.5	20.4	18.3	19.1	16.2	18.1	1.5	8.2

1.4 方法准确度测试数据

表 1-10 为 6 家实验室对《土壤和沉积物 多氯联苯的测定 气相色谱法/质谱法》中低

浓度标准溶液加标空白石英砂样品测定的准确度原始测试数据，加标回收率为 77.0%~115%。

表 1-10 低浓度空白加标样品的准确度测试数据

化合物名称	实验室号	测定值 (μg/kg)						平均值 (μg/kg)	标准物质浓度 (μg/kg)	加标回收率%
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
PCB28	1	1.64	1.67	1.49	1.56	1.66	1.56	1.60	2.00	79.8
	2	1.67	1.75	1.62	1.77	1.6	1.84	1.71	2.00	85.4
	3	1.95	1.65	1.59	1.7	1.74	1.89	1.75	2.00	87.7
	4	1.93	1.58	1.79	1.65	1.75	2.02	1.79	2.00	89.3
	5	1.84	1.73	1.62	1.76	1.61	1.98	1.76	2.00	87.8
	6	1.97	1.65	2.18	1.84	1.79	2.06	1.92	2.00	95.8
PCB52	1	2.05	1.97	1.93	1.96	2.1	2.12	2.02	2.00	101
	2	2.06	2.12	1.73	1.84	1.91	1.76	1.90	2.00	95.2
	3	1.82	1.92	1.75	1.69	1.9	1.81	1.82	2.00	90.8
	4	2.08	2.35	2.03	2.21	2.17	1.93	2.13	2.00	106
	5	2.37	2.04	2.26	2.18	2.2	2.05	2.18	2.00	109
	6	1.93	2.14	2.23	2.09	1.88	2.18	2.08	2.00	104
PCB101	1	1.83	1.8	1.7	1.79	1.86	1.84	1.80	2.00	90.2
	2	1.51	1.63	1.48	1.71	1.52	1.39	1.54	2.00	77.0
	3	1.86	1.68	2.04	1.96	1.82	1.74	1.85	2.00	92.5
	4	1.93	2.05	1.77	1.62	1.94	1.7	1.84	2.00	91.8
	5	1.81	1.95	1.75	1.63	1.74	1.66	1.76	2.00	87.8
	6	1.79	1.68	1.7	1.89	1.66	1.81	1.76	2.00	87.8
PCB81	1	2.3	2.07	2.12	2.12	2.31	2.28	2.20	2.00	110
	2	1.5	1.74	1.49	1.66	1.45	1.48	1.55	2.00	77.7
	3	1.42	1.49	1.57	1.64	1.72	1.43	1.55	2.00	77.3
	4	1.73	1.67	1.55	1.49	1.55	1.42	1.57	2.00	78.4
	5	1.73	1.63	2.08	1.74	1.69	1.93	1.80	2.00	90.0
	6	1.9	1.63	1.74	1.9	1.78	1.62	1.76	2.00	88.1
PCB77	1	2.03	1.82	2.05	2.27	2.15	2.18	2.08	2.00	104
	2	2.03	2.11	2.06	1.92	2.1	2.04	2.04	2.00	102
	3	2.31	2.17	2.05	2.14	2.08	2.14	2.15	2.00	107
	4	1.98	1.86	1.63	1.88	2.03	1.75	1.86	2.00	92.8
	5	1.7	1.76	1.82	1.81	1.94	1.86	1.82	2.00	90.8
	6	1.65	1.73	1.97	1.65	1.86	1.7	1.76	2.00	88.0
PCB123	1	2.25	2.14	2.17	2.26	2.2	2.21	2.21	2.00	110
	2	2.14	1.81	2.08	1.92	1.86	1.82	1.94	2.00	96.9
	3	2.06	1.94	2.22	2.07	2.11	1.84	2.04	2.00	102
	4	1.92	2.04	1.68	1.84	2.07	1.82	1.90	2.00	94.8
	5	1.75	1.64	1.86	2.09	2.13	1.88	1.89	2.00	94.6
	6	1.8	1.86	1.96	1.72	1.8	2.04	1.86	2.00	93.2
PCB118	1	2.37	2.16	2.08	2.07	2.43	2.22	2.22	2.00	111
	2	1.84	1.72	1.95	2.11	1.87	1.73	1.87	2.00	93.5
	3	1.7	1.86	1.73	1.82	1.93	2.08	1.85	2.00	92.7
	4	1.91	1.8	1.64	1.85	1.71	1.97	1.81	2.00	90.7
	5	1.87	2.13	1.7	1.89	1.69	1.68	1.83	2.00	91.3
	6	2.18	2.05	1.85	2.11	1.97	2.01	2.03	2.00	101
PCB114	1	2	1.85	1.81	1.94	2.15	1.95	1.95	2.00	97.5
	2	1.94	2.08	2.17	2.1	1.84	2.2	2.06	2.00	103
	3	2.18	1.95	2.03	1.85	2.17	2.07	2.04	2.00	102
	4	1.93	2.03	2.16	2.1	2.21	2.03	2.08	2.00	104
	5	2.04	1.93	1.85	2.06	2.21	1.82	1.99	2.00	99.3
	6	2.13	1.86	1.73	2.14	2.07	2.12	2.01	2.00	100
PCB153	1	1.95	1.83	1.8	1.77	1.96	1.81	1.85	2.00	92.7
	2	1.82	1.69	1.71	1.92	1.82	1.97	1.82	2.00	91.1
	3	1.83	1.62	1.77	1.73	1.95	1.81	1.79	2.00	89.3
	4	1.87	1.79	2.01	1.74	2.08	1.82	1.89	2.00	94.3

	5	1.91	2.03	1.83	1.73	1.85	1.93	1.88	2.00	94.0
	6	1.69	1.9	1.74	1.82	1.77	1.89	1.80	2.00	90.1
PCB105	1	2.28	2.25	2.17	2.37	2.59	2.18	2.31	2.00	115
	2	2.37	2.04	2.26	2.18	2.2	2.05	2.18	2.00	109
	3	1.93	2.14	2.23	2.09	1.88	2.18	2.08	2.00	104
	4	2.03	2.11	2.06	1.92	2.1	2.04	2.04	2.00	102
	5	2.31	2.17	2.05	2.14	2.08	2.14	2.15	2.00	107
	6	1.98	1.86	1.63	1.88	2.03	1.75	1.86	2.00	92.8
PCB138	1	1.78	1.94	2.01	1.79	2.01	1.79	1.89	2.00	94.3
	2	1.64	1.95	1.71	1.89	2.12	1.69	1.83	2.00	91.7
	3	1.63	1.9	2.15	1.76	1.88	1.72	1.84	2.00	92.0
	4	1.92	1.68	1.73	1.95	1.82	1.61	1.79	2.00	89.3
	5	1.86	2.05	1.79	1.85	1.7	1.78	1.84	2.00	91.9
	6	2.15	1.77	1.68	2.07	1.82	2.01	1.92	2.00	95.8
PCB126	1	2.17	2.08	2.03	2.09	2.22	1.98	2.10	2.00	105
	2	2.13	1.88	2.06	2.12	2.25	2.06	2.08	2.00	104
	3	2.04	1.94	2.12	2.05	2.17	2.09	2.07	2.00	103
	4	2.18	2.21	2.05	1.89	2.08	1.93	2.06	2.00	103
	5	1.76	2.17	2.06	1.92	2.11	1.85	1.98	2.00	98.9
	6	2.06	2.18	1.93	1.84	2.05	1.78	1.97	2.00	98.7
PCB167	1	1.97	1.78	1.96	1.99	2.08	1.89	1.95	2.00	97.3
	2	1.72	1.88	2.04	1.64	1.86	2.1	1.87	2.00	93.7
	3	1.94	1.8	2.01	1.64	1.74	1.81	1.82	2.00	91.2
	4	1.9	2.08	1.66	1.71	1.84	1.62	1.80	2.00	90.1
	5	1.74	1.88	1.73	1.86	1.7	1.91	1.80	2.00	90.2
	6	1.77	1.83	1.96	1.89	1.66	1.83	1.82	2.00	91.2
PCB156	1	2.23	2.12	2.17	2.14	2.27	2.2	2.19	2.00	109
	2	1.89	1.93	1.65	1.8	1.72	1.82	1.80	2.00	90.1
	3	1.55	1.57	1.77	1.67	1.8	2.04	1.73	2.00	86.7
	4	1.75	1.8	1.74	2.08	1.69	1.9	1.83	2.00	91.3
	5	1.99	1.89	2.01	1.68	1.95	1.82	1.89	2.00	94.5
	6	1.9	2.1	2.21	2.12	1.89	2.04	2.04	2.00	102
PCB157	1	2.07	2.06	1.8	1.89	2.03	1.8	1.94	2.00	97.1
	2	1.85	2.11	2.2	1.93	2.09	2.08	2.04	2.00	102
	3	1.87	1.82	1.99	2.25	1.94	1.87	1.96	2.00	97.8
	4	1.79	2.04	1.86	1.76	1.67	1.63	1.79	2.00	89.6
	5	1.86	2.23	2.19	2.04	2.15	2.19	2.11	2.00	106
	6	2.17	2.25	2.15	2.04	2.11	1.89	2.10	2.00	105
PCB180	1	1.97	2.05	1.99	2.02	1.86	1.87	1.96	2.00	98.0
	2	2.14	2.19	2.19	2.21	1.92	2.07	2.12	2.00	106
	3	2.03	2.17	2.05	1.96	2.19	2.06	2.08	2.00	104
	4	2.18	2.05	2.1	2.03	2.21	2.04	2.10	2.00	105
	5	1.76	1.83	1.84	1.92	1.86	1.98	1.87	2.00	93.3
	6	1.92	1.74	1.8	2.01	1.76	1.96	1.87	2.00	93.3
PCB169	1	2.23	2.21	2.06	2.27	2.39	2.28	2.24	2.00	112
	2	1.73	1.84	2.08	1.79	1.88	1.69	1.84	2.00	91.8
	3	1.66	1.94	1.75	1.92	1.82	1.71	1.80	2.00	90.0
	4	2.1	1.75	1.89	1.94	2.03	1.64	1.89	2.00	94.6
	5	1.88	1.9	1.62	1.75	1.8	1.74	1.78	2.00	89.1
	6	1.74	1.9	1.63	1.74	1.72	2.07	1.80	2.00	90.0
PCB189	1	2.15	2.04	1.99	2.29	2.25	2.19	2.15	2.00	108
	2	2.07	1.76	2.13	1.85	1.76	2.04	1.94	2.00	96.8
	3	1.92	2.08	1.83	1.67	1.86	1.97	1.89	2.00	94.4
	4	1.82	1.75	2.08	1.92	2.15	1.86	1.93	2.00	96.5
	5	2.13	1.72	1.8	1.77	2.02	1.71	1.86	2.00	92.9
	6	2.28	2.16	2.31	1.94	2.05	2.16	2.15	2.00	108

表 1-11 为 6 家实验室对《土壤 沉积物 多氯联苯的测定 气相色谱法/质谱法》中中等浓度标准溶液加标空白石英砂样品目标化合物测定的准确度原始测试数据，加标回收率为 73.6%~104%。

表 1-11 中等浓度空白加标样品的准确度测试数据

化合物 名称	实 验 室 号	测定值 (μg/kg)						平均值 (μg/kg)	标准物质 浓度 (μg/kg)	加标回 收率%
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
PCB28	1	17.9	17.5	17.1	17.3	17.8	18.4	17.7	20.00	88.3
	2	18.0	17.5	19.2	17.2	18.1	18.2	18.0	20.00	90.1
	3	18.9	17.4	17.2	18.5	19.2	20.1	18.6	20.00	92.8
	4	19.0	17.4	19.2	18.2	17.2	20.3	18.5	20.00	92.7
	5	19.9	17.4	17.6	17.2	18.1	17.9	18.0	20.00	90.1
	6	20.0	17.3	18.2	17.2	17.6	17.6	18.0	20.00	89.9
PCB52	1	17.5	17.8	18.1	17.6	17.9	18.2	17.9	20.00	89.3
	2	18.5	16.2	17.9	18.2	17.6	18.2	17.8	20.00	88.8
	3	19.2	18.2	18.5	17.2	19.1	19.6	18.6	20.00	93.2
	4	18.5	18.3	18.4	17.6	17.2	20.5	18.4	20.00	92.1
	5	17.2	16.2	16.4	15.5	16.7	16.9	16.5	20.00	82.4
	6	20.1	19.8	20.2	17.8	19.8	19.8	19.6	20.00	97.9
PCB101	1	17.5	18	19.1	18.9	18.3	18.5	18.4	20.00	91.9
	2	17.5	16.8	15.6	17.3	16.6	17.9	17.0	20.00	84.8
	3	16.5	17.7	16.1	18.5	16.7	14.9	16.7	20.00	83.7
	4	16.1	17.3	15.4	16.9	17.2	15.2	16.4	20.00	81.8
	5	17.9	15.5	16.7	15.8	16.5	14.2	16.1	20.00	80.5
	6	16	17.5	15.4	16.8	15.7	17.4	16.5	20.00	82.3
PCB81	1	17.6	18	19.1	18.3	18.4	17.9	18.2	20.00	91.1
	2	17.3	16.8	18.6	17.6	18.2	16.4	17.5	20.00	87.4
	3	16.5	17.3	15.4	17.1	16.9	16.1	16.6	20.00	82.8
	4	16.8	18.5	17.3	16.2	17	16.4	17.0	20.00	85.2
	5	15.7	16.7	17.3	16.6	17.7	16.5	16.8	20.00	83.8
	6	18.2	16.4	17.8	16.3	17.6	19.1	17.6	20.00	87.8
PCB77	1	16.9	18	19.5	19.4	18.4	19.3	18.6	20.00	92.9
	2	17.6	19.1	18.6	18.4	17.8	19.4	18.5	20.00	92.4
	3	19.3	19	18.6	20.1	18.4	19.3	19.1	20.00	95.6
	4	18.8	17.6	18.4	19.4	20.3	18.4	18.8	20.00	94.1
	5	17.6	19.2	18.5	19.7	17	18.8	18.5	20.00	92.3
	6	18.3	19.7	17.6	18	18.2	17.3	18.2	20.00	90.9
PCB123	1	18.4	19.1	18.7	20	18.4	19.3	19.0	20.00	94.9
	2	17.6	18.7	16.5	17.9	18.2	17.8	17.8	20.00	88.9
	3	18.8	19.3	17.3	16.8	17.5	18	18.0	20.00	89.8
	4	18.3	19.1	17.6	18.7	18	17.5	18.2	20.00	91.0
	5	18.7	17.6	19.5	18.3	17.9	17.7	18.3	20.00	91.4
	6	17.8	18	18.9	17.3	18.6	17.3	18.0	20.00	89.9
PCB118	1	18.4	19.4	19.9	20.1	19.4	19.2	19.4	20.00	97.0
	2	17.3	16.4	16.8	17.1	18.7	16.3	17.1	20.00	85.5
	3	17.8	18.5	17.6	19.2	17.4	18.6	18.2	20.00	90.9
	4	18.2	17.4	19.2	17.8	16.9	17.2	17.8	20.00	88.9
	5	18.7	17.6	17.3	18	16.8	17.3	17.6	20.00	88.1
	6	19.2	16.6	18.5	17.6	18.8	18.7	18.2	20.00	91.2
PCB114	1	19.5	19.9	20.6	20.4	19.3	19.4	19.9	20.00	99.3
	2	18.4	17.6	17.9	17.4	18.9	16.9	17.9	20.00	89.3
	3	19.1	18.3	17.4	18.3	17	18.5	18.1	20.00	90.5
	4	18.6	19.4	18.9	18.3	17.9	19.5	18.8	20.00	93.8
	5	18.3	17.6	19.4	18.6	18.8	19.6	18.7	20.00	93.6
	6	17.7	18.7	19.3	18	17.4	18.8	18.3	20.00	91.6
PCB153	1	19.2	18.8	20.6	20.9	20.2	20.1	20.0	20.00	99.8
	2	17.4	18.6	16.8	17.9	18.8	17.1	17.8	20.00	88.8
	3	18.2	17.6	17.9	18.9	16.6	16.5	17.6	20.00	88.1
	4	18.7	17.5	18.3	19.2	17.6	18.1	18.2	20.00	91.2
	5	17.6	18.8	17.8	18.2	18.6	17.3	18.1	20.00	90.3

	6	18.4	17.6	16.5	18.2	18.4	16.5	17.6	20.00	88.0
PCB105	1	18.8	19.7	20.2	20	19.2	19.2	19.5	20.00	97.6
	2	17.6	18.3	16.8	17.5	18.2	16.6	17.5	20.00	87.5
	3	16.8	17.3	17.9	16.5	18.9	17	17.4	20.00	87.0
	4	18.2	17.4	17.6	18	17.3	17.9	17.7	20.00	88.7
	5	17.1	18.6	17.4	16.9	18.7	18.2	17.8	20.00	89.1
	6	16.8	17.8	16.6	17.5	16.8	17.7	17.2	20.00	86.0
PCB138	1	17.2	17.2	19.5	18.6	17.8	18	18.1	20.00	90.3
	2	17.4	16.5	18.8	17.4	16.9	18.2	17.5	20.00	87.7
	3	18.3	18.7	17.7	18.1	19.3	17	18.2	20.00	90.9
	4	17.6	18.5	17.6	18.2	19	17.5	18.1	20.00	90.3
	5	18	19.2	17.4	18.8	17.6	18.2	18.2	20.00	91.0
	6	19.3	18.1	17.6	18.1	17	18.4	18.1	20.00	90.4
PCB126	1	18.1	18.6	19.5	20.1	18.7	19.1	19.0	20.00	95.1
	2	18	20.3	19.2	18.7	19.4	18.1	19.0	20.00	94.8
	3	17.3	18.6	18.9	19.7	17.6	18.8	18.5	20.00	92.4
	4	17.8	18.2	17.9	17.3	17.1	18.8	17.9	20.00	89.3
	5	18.3	16.7	18.7	17.9	16.9	18.2	17.8	20.00	88.9
	6	18.8	17.1	16.4	16.3	17.5	18.6	17.5	20.00	87.3
PCB167	1	18.6	19.3	20.1	20.8	19.8	19.9	19.8	20.00	98.8
	2	18.1	18.6	17.7	18.3	16.5	17.4	17.8	20.00	88.8
	3	17.6	18.4	19.5	17	18.2	17	18.0	20.00	89.8
	4	18.9	17.4	19.1	18.8	18.1	18.4	18.5	20.00	92.3
	5	18.2	19.4	20.1	18.4	19.7	18	19.0	20.00	94.8
	6	18.6	17.9	19.6	18.7	17.6	18.1	18.4	20.00	92.1
PCB156	1	20.4	20.5	21.7	21.2	20.5	20.6	20.8	20.00	104
	2	17.3	18.3	18.4	17.6	17.9	18.9	18.1	20.00	90.3
	3	18.9	17.2	17.6	19.6	18.2	18.3	18.3	20.00	91.5
	4	17.7	18.5	17.6	18.9	20.1	19.1	18.7	20.00	93.3
	5	21.3	20.4	19.6	19.3	20.4	20.4	20.2	20.00	101
	6	19.4	18.6	19.8	20.3	19.7	19.6	19.6	20.00	97.8
PCB157	1	14	14.2	15.2	15.3	14.9	15.1	14.8	20.00	73.9
	2	14.8	15.8	14.4	16.2	15.7	15.1	15.3	20.00	76.7
	3	16.2	15.8	14.9	14.2	15	14.6	15.1	20.00	75.6
	4	15.6	14.9	15.1	13.8	15.4	14.6	14.9	20.00	74.5
	5	14	15.9	13.6	14.7	16.2	13.9	14.7	20.00	73.6
	6	18.5	19.1	17.6	18	18.4	17.2	18.1	20.00	90.7
PCB180	1	18.1	19.7	19.6	19.4	18.6	18.2	18.9	20.00	94.7
	2	19.3	18.5	19.5	20.1	18.6	19.1	19.2	20.00	95.9
	3	18.6	17.5	18.9	19.4	17.8	18.8	18.5	20.00	92.5
	4	19	18.4	17.6	18.1	17.2	19.3	18.3	20.00	91.3
	5	17.5	18.3	18.7	19.6	18.7	17.6	18.4	20.00	92.0
	6	19.4	18.3	18.1	17.5	19.4	18.6	18.6	20.00	92.8
PCB169	1	18.2	18.9	19	19.2	18.2	18.4	18.7	20.00	93.3
	2	20.4	18.7	18.2	19.2	18.6	19.7	19.1	20.00	95.7
	3	18.8	19.4	18.2	19.6	18.5	17.4	18.7	20.00	93.3
	4	18.5	17.6	18.9	19	17.6	18.8	18.4	20.00	92.0
	5	19.2	18.3	17.6	18.9	19.3	18.2	18.6	20.00	92.9
	6	18.7	17.4	18	19.1	19.4	19.4	18.7	20.00	93.3
PCB189	1	18.2	18.9	19	19.2	18.2	18.4	18.7	20.00	93.3
	2	16.6	17.2	16	15.7	18.2	17.3	16.8	20.00	84.2
	3	19.3	18.4	18.6	20.1	18.8	18.2	18.9	20.00	94.5
	4	18.6	19.2	18.2	17.6	20.2	18.7	18.8	20.00	93.8
	5	18.3	18.7	19.6	18.3	17.3	19	18.5	20.00	92.7
	6	17.8	18.6	19.4	18.7	18.4	19	18.7	20.00	93.3

表 1-12 为 6 家实验室对《土壤 沉积物 多氯联苯的测定 气相色谱法/质谱法》中高浓度标准溶液空白石英砂加标样品目标化合物测定的准确度原始测试数据，加标回收率为 92.0%~102%。

表 1-12 高浓度空白加标样品的准确度测试数据

化合物 名称	实 验 室 号	测定值 (μg/kg)						平均值 (μg/kg)	标准物质 浓度 (μg/kg)	加标回 收率%
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
PCB28	1	73.9	75.9	78.8	72.2	75.4	76	75.4	80.00	94.2
	2	74.2	75.2	76.2	74.2	77.3	76.2	75.6	80.00	94.4
	3	71.6	78.5	72.3	71.2	74.3	73.6	73.6	80.00	92.0
	4	74.2	76.6	75.9	74.3	72.3	74.5	74.6	80.00	93.3
	5	75.2	74.2	73.6	76.6	75.9	73.6	74.9	80.00	93.6
	6	75.9	75.6	74.2	76.2	74.9	75.2	75.3	80.00	94.2
PCB52	1	78.9	79.7	79.7	78.2	79.7	79.5	79.3	80.00	99.1
	2	79.6	75.2	76.3	74.2	74.6	75.2	75.9	80.00	94.8
	3	78.9	76.2	74.9	76.3	77.2	76.5	76.7	80.00	95.8
	4	75.6	74.6	76.3	77.5	78.1	80.1	77.0	80.00	96.3
	5	76.9	78.6	79.2	75.9	74.6	74.6	76.6	80.00	95.8
	6	75.6	75.4	76.2	75.9	75.4	76.2	75.8	80.00	94.7
PCB101	1	79.3	79.9	78.9	76.7	76.2	76.8	78.0	80.00	97.5
	2	75.6	78.3	79.2	76.3	78.4	77.9	77.6	80.00	97.0
	3	76.9	79.8	77.5	78.2	75.6	79.2	77.9	80.00	97.3
	4	79.6	79.2	78.2	79.1	78.4	77.9	78.7	80.00	98.4
	5	78.2	77.5	78.1	79.6	80.5	79.5	78.9	80.00	98.6
	6	76.5	77.2	76.3	77.4	79.2	74.5	76.9	80.00	96.1
PCB81	1	78.9	74.6	79.6	79.2	76.1	78.8	77.9	80.00	97.3
	2	74.6	75.2	74.9	75.2	76.4	77.3	75.6	80.00	94.5
	3	78.9	76.5	74.2	78.2	76.2	79.6	77.3	80.00	96.6
	4	80.2	80.3	79.9	80.3	78.6	79.3	79.8	80.00	99.7
	5	78.6	77.2	79.6	74.6	78.3	76.2	77.4	80.00	96.8
	6	79.6	76.2	74.9	77.6	75.6	74.9	76.5	80.00	95.6
PCB77	1	72.6	74.1	75.2	79.8	78.5	76.2	76.1	80.00	95.1
	2	78.2	74.6	77.5	78.2	76.9	75.6	76.8	80.00	96.0
	3	78.2	76.9	74.2	81.5	79.9	78.9	78.3	80.00	97.8
	4	74.6	76.2	78.2	76.2	74.9	76.2	76.1	80.00	95.1
	5	79.5	78.9	79.2	82.6	76.3	75.9	78.7	80.00	98.4
	6	80.2	79.6	78.9	79.6	78.5	79.2	79.3	80.00	99.2
PCB123	1	77.2	70.8	75.7	75.5	71.1	74.3	74.1	80.00	92.6
	2	79.2	78.2	77.5	76.3	77.5	78.3	77.8	80.00	97.3
	3	76.2	74.6	76.9	76.3	77.2	78.2	76.6	80.00	95.7
	4	75.2	74.6	79.2	75.4	76.2	77.9	76.4	80.00	95.5
	5	79.2	79.6	76.4	77.9	78.5	79.2	78.5	80.00	98.1
	6	80.2	80.6	80.2	79.5	80.6	80.3	80.2	80.00	100
PCB118	1	74.9	71.6	75.8	79.1	71.2	78.2	75.1	80.00	93.9
	2	73.6	74.5	76.2	77.9	72.6	80.2	75.8	80.00	94.8
	3	75.6	74.9	76.3	74.9	75.9	76.2	75.6	80.00	94.5
	4	77.6	78.2	77.2	76.9	78.5	76.3	77.5	80.00	96.8
	5	76.3	74.5	76.6	75.9	75.2	76.3	75.8	80.00	94.8
	6	77.4	77.6	78.2	80.2	74.6	75.9	77.3	80.00	96.6
PCB114	1	82.5	75	76.9	77.2	75.6	74.4	76.9	80.00	96.2
	2	78.6	79.5	74.6	79.1	76.2	75.9	77.3	80.00	96.6
	3	76.3	77.4	78.2	76.5	77.5	79.2	77.5	80.00	96.9
	4	75.6	76.2	76.4	75.9	77.6	76.9	76.4	80.00	95.5
	5	74.9	75.2	74.8	75.2	76.2	75.7	75.3	80.00	94.2
	6	78.9	79.6	75	76.3	76.9	79.9	77.8	80.00	97.2
PCB153	1	78.9	72.1	82.8	73.9	81.6	82.8	78.7	80.00	98.4
	2	80.2	80.2	79.9	78.9	79.2	80.5	79.8	80.00	99.8
	3	80.6	75.6	79.2	79.3	74.6	79.6	78.2	80.00	97.7
	4	80.2	80.1	79.9	82.3	80.4	79.5	80.4	80.00	101
	5	79.4	80.3	80.2	79.4	78.6	79.5	79.6	80.00	99.5

	6	80.3	80.4	80.4	79.9	80.8	79.6	80.2	80.00	100
PCB105	1	73.7	74	81.4	78.7	85.1	80.4	78.9	80.00	98.6
	2	75.9	80.3	76.9	73.9	75.6	74.2	76.1	80.00	95.2
	3	74.2	79.6	74.5	73.6	76.6	80.5	76.5	80.00	95.6
	4	80.2	75.2	76.3	81.2	79.2	76.2	78.1	80.00	97.6
	5	79.8	74.6	76.3	80.1	74.2	72.9	76.3	80.00	95.4
	6	80.1	82.2	79.2	76.9	74.2	81.7	79.1	80.00	98.8
PCB138	1	76.1	79.6	84.4	81.7	75.9	75.9	78.9	80.00	98.7
	2	81.2	81.6	79.9	80.5	76.9	74.5	79.1	80.00	98.9
	3	75.6	74.9	77.6	78.9	75.9	82.2	77.5	80.00	96.9
	4	76.9	77.4	78.8	72.6	76.6	74.2	76.1	80.00	95.1
	5	74.6	84.2	83.2	79.4	81.2	79.3	80.3	80.00	100
	6	75.1	76.2	75.2	79.2	80.1	74.9	76.8	80.00	96.0
PCB126	1	78.2	77.1	81.3	83.8	70.7	73.6	77.5	80.00	96.8
	2	79.6	80.2	74.6	76.9	77.5	78.2	77.8	80.00	97.3
	3	78.5	74.2	77.9	76.5	78.8	79.2	77.5	80.00	96.9
	4	78.8	79.5	79.2	78.5	77.9	76.2	78.4	80.00	97.9
	5	75.6	76.2	74.9	74.6	74.2	76.5	75.3	80.00	94.2
	6	78.2	80.2	80.6	81.2	79.6	80.2	80.0	80.00	100
PCB167	1	74.6	74	81.4	75.2	74.9	75.2	75.9	80.00	94.9
	2	74.6	79.6	80.2	75.6	72.9	76.5	76.6	80.00	95.7
	3	76.3	77.4	78.5	79.3	75.6	79.5	77.8	80.00	97.2
	4	79.3	80.2	81.2	76.3	79.5	74.6	78.5	80.00	98.1
	5	80.2	79.6	79.8	74.6	75.3	79.8	78.2	80.00	97.8
	6	79.7	74.6	75.4	79.6	74.2	82.1	77.6	80.00	97.0
PCB156	1	75.7	78.5	76.4	73.8	73.2	71.2	74.8	80.00	93.5
	2	80.2	76.3	84.2	75.4	76.3	74.9	77.9	80.00	97.4
	3	79.5	74.6	77.8	80.5	76.9	74.2	77.3	80.00	96.6
	4	77.6	78.9	72.6	82.2	74.2	72.3	76.3	80.00	95.4
	5	80.2	80.3	79.9	75.6	80.2	76.3	78.8	80.00	98.4
	6	81.2	78.6	79.5	81.4	82.3	79.3	80.4	80.00	100
PCB157	1	72.4	71.2	75.7	77.5	74.8	70.9	73.8	80.00	92.2
	2	75.4	71.6	72.3	79.6	75.6	74.2	74.8	80.00	93.5
	3	76.3	74.5	76.3	74.6	76.9	72.3	75.2	80.00	93.9
	4	77.4	79.6	74.2	71.6	75.6	74.5	75.5	80.00	94.4
	5	80.5	80.2	80.6	79.9	78.6	80.3	80.0	80.00	100
	6	79.6	81.2	80.2	79.9	79.6	80.2	80.1	80.00	100
PCB180	1	72.7	70	77.3	75.2	79	82	76.0	80.00	95.0
	2	80.2	79.6	74.2	78.6	81.2	80.2	79.0	80.00	98.8
	3	80.2	79.9	80.3	81.2	79.6	79.7	80.2	80.00	100.2
	4	78.2	78.9	79.2	80.1	79.2	80.2	79.3	80.00	99.1
	5	80.2	81.6	79.8	80.3	79.6	81.2	80.5	80.00	101
	6	79.3	79.9	80.8	81.2	80.6	80.1	80.3	80.00	100
PCB169	1	78.3	75.9	81.5	80.9	80.7	73.6	78.5	80.00	98.1
	2	80.2	78.9	76.9	80.1	81.2	80.2	79.6	80.00	99.5
	3	79.9	80.2	81.6	82.4	79.9	79.4	80.6	80.00	101
	4	80.2	81.5	80.6	79.2	74.9	79.8	79.4	80.00	99.2
	5	81.4	83.6	79.6	81.4	79.8	81.5	81.2	80.00	102
	6	80.5	82.6	81.6	78.5	79.2	80.2	80.4	80.00	101
PCB189	1	78.6	75.9	81.4	80.9	80.5	73.2	78.4	80.00	98.0
	2	79.2	78.2	77.6	77.4	78.2	78.3	78.2	80.00	97.7
	3	80.2	79.5	77.9	79.2	79.2	79.2	79.2	80.00	99.0
	4	81.2	81.3	80.4	79.4	79.9	78.4	80.1	80.00	100
	5	80.2	81.6	79.4	78.8	79.2	79.7	79.8	80.00	99.8
	6	82.3	79.4	76.8	78.9	79.4	81.2	79.7	80.00	99.6

表 1-13 为 6 家实验室对《土壤和沉积物 多氯联苯的测定 气相色谱法/质谱法》中砂质壤土样品加标测定的原始测试数据，加标回收率为 65.9%-94.1%。

表 1-13 砂质土壤样品加标测定的原始测试数据

化合物 名称	实 验 室 号	测定值 (μg/kg)						平均值 (μg/kg)	加标量 (μg/kg)	加标 回收 率 P_i
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
PCB28	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		14.5	13.6	15.4	14.9	12.9	15.6	14.5	20.0	72.4
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		12.2	13.4	12.8	14.8	13.6	12.3	13.2	20.0	65.9
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		13.4	12.8	14.0	12.6	13.8	14.9	13.6	20.0	67.9
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		12.0	13.5	11.8	13.9	12.2	12.4	12.6	20.0	63.2
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		13.2	14.6	13.3	13.5	12.7	14.0	13.6	20.0	67.8
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		13.4	14.3	13.5	15.7	13.4	14.1	13.4	20.0	70.3
PCB52	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		15.2	14.8	13.6	14.9	13.3	14.1	14.3	20.0	71.6
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		14.8	16.4	15.3	14.2	13.2	16.7	15.1	20.0	75.5
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		15.3	16.6	17.4	16.2	15.1	16.3	16.2	20.0	80.8
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		13.6	14.8	16.4	13.9	16.7	16.9	15.4	20.0	76.9
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		14.4	16.3	17.5	14.5	16.2	15.5	15.7	20.0	78.7
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.2	16.7	15.4	17.7	16.1	17.0	16.5	20.0	82.6
PCB101	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		15.8	17.9	18.5	17.2	16.1	15.3	16.8	20.0	84.0
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		14.7	16.5	17.6	14.3	17.0	15.5	15.9	20.0	79.7
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.3	16.4	15.2	17.7	16.0	14.8	16.2	20.0	81.2
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		15.3	17.3	16.1	17.8	16.5	16.7	16.6	20.0	83.1
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		14.6	16.3	14.9	15.2	17.6	15.5	15.7	20.0	78.4
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		14.2	16.9	17.5	16.0	17.1	15.3	16.2	20.0	80.8
PCB81	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.4	17.8	18.6	17.2	16.2	18.5	17.5	20.0	87.3
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.4	16.5	17.3	18.9	16.3	18.5	17.7	20.0	88.3
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		19.8	16.5	18.4	19.1	17.7	18.6	18.4	20.0	91.8
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.4	17.4	16.9	16.5	18.4	16.8	17.4	20.0	87.0
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.4	16.2	18.3	17.7	16.4	16.8	17.1	20.0	85.7
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		15.8	16.3	17.1	16.2	15.0	16.8	16.2	20.0	81.0
PCB77	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.8	18.6	15.3	16.7	16.2	17.4	16.8	20.0	84.2
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.5	16.0	18.9	15.6	19.3	18.4	17.6	20.0	88.1
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——

	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.5	17.3	19.2	18.4	18.1	17.2	18.1	20.0	90.6
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		19.3	17.4	18.5	19.6	18.7	19.3	18.8	20.0	94.0
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.2	18.8	18.4	19.1	17.5	16.6	17.9	20.0	89.7
PCB123	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.4	19.0	17.5	18.9	20.3	17.3	18.6	20.0	92.8
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.7	16.5	18.4	19.2	17.8	18.6	18.2	20.0	91.0
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.3	15.8	19.6	15.2	16.8	18.3	17.2	20.0	85.8
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.1	17.7	16.5	18.4	17.0	21.2	18.2	20.0	90.8
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.3	16.6	18.2	16.9	18.5	17.5	17.7	20.0	88.3
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.5	17.2	16.5	15.3	17.9	18.6	17.3	20.0	86.7
PCB118	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.5	16.8	18.5	16.2	18.9	16.7	17.4	20.0	87.2
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.8	17.6	19.1	16.5	18.5	17.7	18.0	20.0	90.2
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.0	19.5	20.4	17.1	16.8	19.3	18.4	20.0	91.8
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.5	19.7	20.6	17.5	16.1	18.6	18.5	20.0	92.5
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		19.1	18.5	17.0	18.3	16.5	18.4	18.0	20.0	89.8
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		20.4	19.7	16.2	18.8	19.5	18.3	18.8	20.0	94.1
PCB114	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.3	16.4	18.7	17.3	18.3	17.9	17.7	20.0	88.3
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.5	19.0	16.7	18.5	21.2	17.1	18.5	20.0	92.5
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.8	19.4	20.5	18.2	19.6	18.4	18.8	20.0	94.1
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.5	16.2	17.7	18.5	18.3	19.6	18.0	20.0	89.8
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.6	18.9	17.4	15.5	19.4	16.4	17.7	20.0	88.5
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.7	15.3	18.0	17.5	16.5	15.4	16.7	20.0	83.7
PCB153	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.5	18.9	20.5	16.8	19.7	17.3	18.5	20.0	92.3
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.2	17.8	19.4	20.1	17.2	17.6	18.4	20.0	91.9
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.6	18.6	16.0	17.6	18.1	16.8	17.3	20.0	86.4
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.0	19.7	18.2	19.1	20.3	18.3	18.8	20.0	93.8
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.6	17.4	18.2	18.1	16.6	18.6	17.9	20.0	89.6
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.2	16.0	18.2	18.8	17.2	18.3	17.6	20.0	88.1
PCB105	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.6	16.8	19.7	17.6	19.5	15.3	17.9	20.0	89.6
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.7	16.2	17.5	18.0	17.3	18.7	17.6	20.0	87.8
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.7	18.6	19.2	18.6	20.3	18.4	18.6	20.0	93.2
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.0	15.8	18.3	18.9	16.5	17.4	17.3	20.0	86.6
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		19.3	17.3	18.7	17.7	19.6	18.5	18.5	20.0	92.6

	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.5	18.7	18.4	19.8	16.2	18.3	18.2	20.0	90.8
PCB138	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.5	17.8	15.9	17.2	16.5	15.0	16.5	20.0	82.4
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.7	19.3	20.5	16.4	16.0	15.7	17.6	20.0	88.0
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.9	15.5	17.8	18.3	19.7	18.4	18.1	20.0	90.5
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.3	18.6	18.0	16.2	17.3	16.4	17.1	20.0	85.7
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.7	18.4	16.2	18.1	18.7	17.4	17.6	20.0	87.9
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.1	16.6	16.4	18.5	17.7	15.2	16.9	20.0	84.6
PCB126	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.5	15.6	17.3	18.8	16.4	18.2	17.1	20.0	85.7
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.6	17.9	16.3	20.4	18.4	19.4	18.3	20.0	91.7
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.3	16.1	17.3	20.5	17.3	15.8	17.6	20.0	87.8
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.4	20.1	16.9	19.5	16.3	19.7	18.5	20.0	92.4
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.7	16.8	17.4	15.8	16.7	18.3	17.1	20.0	85.6
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.3	17.1	18.5	17.2	18.4	17.4	17.5	20.0	87.4
PCB167	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		15.7	18.2	16.6	17.2	16.4	18.6	17.1	20.0	85.6
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.8	14.7	18.3	17.6	16.3	17.5	16.9	20.0	84.3
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.2	16.0	17.9	19.3	19.4	17.2	18.0	20.0	90.0
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.7	14.6	18.5	15.6	17.1	15.5	16.5	20.0	82.5
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		19.8	15.7	16.2	18.8	18.4	17.3	17.7	20.0	88.5
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		15.8	18.7	18.4	16.5	17.5	17.8	17.5	20.0	87.3
PCB156	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.3	19.6	17.4	16.7	18.2	18.8	18.2	20.0	90.8
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		15.8	18.3	16.0	17.6	18.9	15.7	17.1	20.0	85.3
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.7	16.6	17.1	15.4	18.2	18.9	17.5	20.0	87.4
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.5	16.8	20.4	16.3	17.4	18.6	17.8	20.0	89.2
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.3	19.5	17.2	16.2	19.5	16.4	17.5	20.0	87.6
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.1	17.2	15.5	16.9	16.7	16.3	16.5	20.0	82.3
PCB157	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.6	15.3	15.2	18.4	16.6	17.2	16.7	20.0	83.6
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.6	15.7	19.1	15.9	18.4	16.3	17.3	20.0	86.7
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		14.3	16.6	17.2	15.5	19.5	18.7	17.0	20.0	84.8
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.4	18.8	16.1	16.4	17.6	16.0	16.9	20.0	84.4
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.7	19.3	20.4	18.6	17.7	16.5	18.5	20.0	92.7
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.5	16.2	18.1	18.9	16.4	17.0	17.4	20.0	86.8
PCB180	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		15.2	19.5	17.4	18.1	17.0	19.7	17.8	20.0	89.1

	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		14.7	18.3	16.4	19.0	15.5	15.3	16.5	20.0	82.7
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		15.2	18.1	14.7	16.5	17.3	15.9	16.3	20.0	81.4
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		15.7	14.8	16.3	15.0	17.2	16.1	15.9	20.0	79.3
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		14.8	15.0	14.9	17.1	15.4	14.4	15.3	20.0	76.3
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.2	14.9	15.4	16.8	15.4	14.5	15.7	20.0	78.5
PCB169	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		15.3	16.8	14.4	15.6	16.0	15.1	15.5	20.0	77.7
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.3	18.4	16.6	17.5	15.0	17.7	16.9	20.0	84.6
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.2	14.3	15.1	16.9	15.6	15.8	15.8	20.0	79.1
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.4	14.4	15.2	14.7	15.2	14.9	15.1	20.0	75.7
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		15.3	17.6	14.2	15.7	16.0	14.4	15.5	20.0	77.7
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		16.7	14.0	15.6	14.7	14.6	15.3	15.2	20.0	75.8
PCB189	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.2	16.7	17.3	19.3	18.2	16.5	17.7	20.0	88.5
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.7	16.9	16.6	18.7	17.3	19.4	17.9	20.0	89.7
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		17.2	16.3	18.0	17.5	16.1	17.0	17.0	20.0	85.1
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.7	17.6	19.0	18.7	17.4	19.5	18.5	20.0	92.4
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.4	16.5	17.1	16.2	17.7	18.9	17.5	20.0	87.3
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	——	——
		18.9	19.3	17.3	18.2	17.7	18.0	18.2	20.0	91.2

注 1：每家实验室六次测定值有两行，上面一行为原样品测定值，下面一行为加标后样品测定值。

表 1-14 为 6 家实验室对《土壤和沉积物 多氯联苯的测定 气相色谱法/质谱法》中太湖沉积物样品加标测定的原始测试数据，回收率范围 61.0%-124%。

表 1-14 太湖沉积物样品加标测定的准确度原始测试数据

化合物名称	实验室号	测定值 (μg/kg)						平均值 (μg/kg)	加标量 (μg/kg)	加标回收率 P_i
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
PCB28	1	0.36	0.57	0.26	0.34	0.24	0.63	0.40	-	-
		14.1	13.4	13.6	14.3	14.0	13.8	13.9	20.0	67.3
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		13.5	12.7	11.9	13.2	12.7	11.6	12.6	20.0	63.0
	3	0.61	0.47	0.72	0.44	0.68	0.52	0.57	-	-
		12.7	11.5	13.1	12.2	13.7	11.9	12.5	20.0	59.7
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		12.7	11.6	13.4	11.8	12.5	11.3	12.2	20.0	61.1
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		11.9	13.4	12.5	13.3	13.3	11.7	12.7	20.0	63.4
	6	0.48	0.62	0.33	0.71	0.47	0.55	0.53	-	-
		13.3	12.8	14.3	12.0	13.8	14.7	13.5	20.0	64.8
PCB52	1	0.42	0.63	0.78	0.49	0.57	0.45	0.56	-	-
		15.8	14.3	16.5	14.9	13.8	15.0	15.1	20.0	72.5
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		14.2	16.3	16.5	17.4	13.8	14.5	15.5	20.0	77.3
	3	0.55	0.47	0.60	0.59	0.72	0.50	0.57	-	-
		15.8	14.4	16.4	14.1	13.5	15.2	14.9	20.0	71.6

	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		12.6	12.8	13.4	15.6	14.7	13.8	13.8	20.0	69.1
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		13.8	14.6	13.6	12.7	12.9	13.5	13.5	20.0	67.6
	6	0.72	0.63	0.44	0.58	0.39	0.50	0.54	-	-
		14.3	17.1	14.9	15.2	14.7	15.5	15.3	20.0	73.7
PCB101	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		20.8	21.9	19.7	22.6	22.7	19.2	21.2	20.0	106
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		20.7	22.8	23.4	21.0	22.5	21.7	22.0	20.0	110
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		23.4	24.3	22.6	20.7	24.3	22.9	23.0	20.0	115
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		24.3	24.8	23.6	25.6	24.5	25.6	24.7	20.0	124
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		23.5	24.8	25.9	23.1	24.2	23.8	24.2	20.0	121
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		22.4	24.7	25.6	23.8	22.7	24.1	23.9	20.0	119
PCB81	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.5	16.4	17.7	16.2	17.4	16.6	17.1	20.0	85.7
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		16.4	15.2	17.9	14.4	17.2	16.1	16.2	20.0	81.0
	3	0.28	0.32	0.29	0.30	0.31	0.28	0.30	-	-
		15.6	17.1	14.3	15.0	14.8	14.6	15.2	20.0	76.2
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		14.6	15.7	15.2	15.4	14.3	14.1	14.9	20.0	74.4
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		15.4	14.4	16.0	14.7	13.9	14.1	14.8	20.0	73.8
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		15.8	16.3	17.1	16.2	15.0	17.4	16.3	20.0	81.5
PCB77	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.7	19.6	22.4	21.7	23.5	23.8	21.6	20.0	108
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		22.8	24.3	20.6	23.3	22.1	20.9	22.3	20.0	112
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		19.7	21.6	20.5	23.5	22.4	21.1	21.5	20.0	107
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.4	20.8	21.0	19.3	18.7	22.7	20.2	20.0	101
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.7	16.5	19.4	20.2	21.7	19.9	19.4	20.0	97.0
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		21.2	22.5	18.8	19.5	21.6	20.2	20.6	20.0	103
PCB123	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		14.6	16.2	15.5	14.8	15.0	17.1	15.5	20.0	77.7
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		15.1	14.5	16.3	14.4	15.7	15.0	15.2	20.0	75.8
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		16.8	18.6	17.3	14.9	15.4	16.2	16.5	20.0	82.7
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		15.0	14.3	14.7	16.8	14.0	17.1	15.3	20.0	76.6
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		14.3	14.8	16.0	15.4	15.5	14.4	15.1	20.0	75.3
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		13.5	14.1	14.6	16.5	14.7	16.4	15.0	20.0	74.8
PCB118	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.3	17.8	15.4	16.1	18.2	19.1	17.5	20.0	87.4
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		19.4	21.4	17.4	15.9	17.8	17.1	18.2	20.0	90.8
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		20.4	18.3	17.6	19.3	18.6	17.0	18.5	20.0	92.7
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		16.2	17.8	15.3	18.8	16.7	18.6	17.2	20.0	86.2
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.6	20.3	17.6	15.9	16.4	18.9	18.0	20.0	89.8

	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.5	20.5	17.8	21.3	18.3	16.5	18.8	20.0	94.1
PCB114	1	0.4	0.6	0.8	0.9	0.6	0.7	0.7	-	-
		19.6	17.5	17.4	18.2	16.5	18.8	18.0	20.0	86.7
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		20.3	18.3	19.4	17.5	18.7	17.9	18.7	20.0	93.4
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.7	16.2	17.6	19.2	18.5	20.4	18.4	20.0	92.2
	4	0.8	0.5	0.6	0.6	0.7	0.5	0.6	-	-
		21.6	19.7	21.2	19.8	20.6	18.7	20.3	20.0	98.8
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		17.7	19.2	18.2	17.0	18.6	19.1	18.3	20.0	91.5
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		19.8	18.7	18.3	19.8	17.2	18.3	18.7	20.0	93.4
PCB153	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		16.4	17.6	15.7	16.2	17.3	18.0	17.8	20.0	89.0
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		15.4	16.3	15.5	17.2	18.4	15.9	17.3	20.0	86.5
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		14.9	16.5	18.2	16.7	15.9	14.8	16.2	20.0	80.8
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		17.4	16.9	17.4	18.8	17.6	15.1	17.2	20.0	86.0
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		15.2	16.3	14.6	17.5	15.0	16.2	15.8	20.0	79.0
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		16.7	16.1	17.6	14.5	18.2	16.1	16.5	20.0	82.7
PCB105	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		17.5	16.4	15.5	17.2	15.9	16.4	16.5	20.0	82.4
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		15.8	16.4	15.0	14.7	18.0	14.3	15.7	20.0	78.5
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		15.5	17.8	16.4	15.0	16.4	17.2	16.4	20.0	81.9
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		16.8	16.3	14.7	15.3	16.1	16.7	16.0	20.0	79.9
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		17.6	18.2	16.4	15.8	16.2	14.3	16.4	20.0	82.1
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		16.8	15.4	17.3	16.2	17.0	16.9	16.6	20.0	83.0
PCB138	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		19.0	17.6	18.2	17.8	18.8	15.9	17.9	20.0	89.4
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		20.4	18.7	19.6	18.2	21.3	18.4	19.4	20.0	97.2
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.5	16.7	17.3	16.5	18.4	16.8	17.4	20.0	86.8
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		19.3	17.2	19.6	18.4	17.3	18.0	18.3	20.0	91.5
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.3	19.7	17.5	18.2	17.1	16.3	17.9	20.0	89.3
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		19.4	18.5	20.3	18.5	21.2	17.5	19.2	20.0	96.2
PCB126	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		17.4	18.3	18.7	18.2	17.6	19.3	18.3	20.0	91.3
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		19.6	17.3	18.1	19.3	18.7	20.9	19.0	20.0	94.9
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		17.4	16.5	18.8	17.3	19.2	18.2	17.9	20.0	89.5
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		16.8	17.3	19.4	18.7	16.7	19.2	18.0	20.0	90.1
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		17.8	19.4	18.8	20.3	19.2	17.3	18.8	20.0	94.0
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.2	19.7	18.5	17.2	18.4	17.4	18.2	20.0	91.2
PCB167	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.6	16.4	17.9	18.3	20.6	19.7	18.6	20.0	92.9

	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		16.5	17.1	16.2	18.8	20.4	16.5	17.6	20.0	87.9
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		16.0	17.3	18.1	17.4	16.9	17.2	17.2	20.0	85.8
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		15.2	16.5	15.9	18.4	17.7	16.7	16.7	20.0	83.7
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.4	21.3	17.2	17.9	18.6	19.2	18.8	20.0	93.8
PCB156	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		15.7	17.3	16.6	15.4	18.5	17.5	16.8	20.0	84.2
	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		19.2	20.3	22.4	21.6	20.8	19.6	20.7	20.0	103
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		20.4	22.8	21.7	19.4	21.3	22.0	21.3	20.0	106
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.6	21.4	20.1	22.5	20.7	21.6	20.8	20.0	104
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		22.8	20.4	21.8	22.9	23.4	19.5	21.8	20.0	109
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		23.5	24.1	22.9	20.7	24.3	23.4	23.2	20.0	116
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		20.5	19.7	22.5	20.8	19.2	18.8	20.3	20.0	101
PCB157	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.8	20.5	19.6	18.7	21.4	17.3	19.4	20.0	96.9
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		20.4	19.5	20.4	20.9	21.6	18.5	20.2	20.0	101
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.3	17.4	15.9	18.6	19.7	18.2	18.0	20.0	90.1
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		19.1	18.8	17.6	19.5	20.6	18.3	19.0	20.0	94.9
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		20.4	18.7	19.5	17.7	18.5	17.1	18.7	20.0	93.3
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.6	19.4	17.5	19.6	18.3	19.4	18.8	20.0	94.0
PCB180	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		17.8	16.5	19.4	18.2	19.7	18.3	18.3	20.0	91.6
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.1	19.3	20.5	17.8	16.5	18.8	18.5	20.0	92.5
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		17.6	16.8	18.0	17.3	19.1	17.3	17.7	20.0	88.4
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.5	19.7	17.6	19.2	17.0	16.3	18.1	20.0	90.3
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		17.2	19.0	18.5	16.2	17.7	19.1	18.0	20.0	89.8
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.3	19.4	16.7	15.9	16.6	18.2	17.5	20.0	87.6
PCB169	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		16.8	19.2	18.4	17.1	18.5	16.9	17.8	20.0	89.1
	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		17.6	18.3	19.1	17.2	18.8	18.5	18.3	20.0	91.3
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.3	20.6	17.5	18.8	18.7	17.1	18.5	20.0	92.5
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.0	17.3	18.9	19.0	21.3	18.5	18.8	20.0	94.2
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		17.3	18.9	19.6	16.2	17.3	18.2	17.9	20.0	89.6
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.8	19.3	20.4	17.3	16.8	19.0	18.6	20.0	93.0
PCB189	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		17.7	19.1	20.7	17.5	18.6	16.8	18.4	20.0	92.0

	2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		16.6	17.3	18.4	16.3	15.9	18.8	17.2	20.0	86.1
	3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.6	17.3	19.2	16.4	17.0	18.2	17.8	20.0	88.9
	4	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		19.7	20.6	18.4	16.7	18.3	17.1	16.3	20.0	81.5
	5	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		18.4	16.5	17.1	16.2	17.7	18.9	17.5	20.0	87.3
	6	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-	-
		17.3	17.5	20.4	18.3	19.1	16.2	18.1	20.0	90.7

注 2：每家实验室六次测定值有两行，上面一行为原样品测定值，下面一行为加标后样品测定值。

表 1-15 和表 1-16 为 6 家实验室应用本标准方法测定对土壤中多氯联苯有证标准样品的原始测试数据，从结果看测定浓度值均能符合控制浓度范围的要求，5mg/kg 浓度加标样品的回收率为 80.1%-119%。

表 1-15 土壤中多氯联苯有证标准样品及其 5 mg/kg 加标样品测定的原始测试数据

化合物名称	实验室号	测定值 (μg/kg)						平均值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收率 P_i
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
PCB28	1	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.24	4.00	4.29	4.34	4.50	3.99	4.23	5.0	84.5
	2	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.50	4.23	4.47	4.43	4.36	4.14	4.36	5.0	87.1
	3	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.50	4.40	4.41	4.32	4.35	4.47	4.41	5.0	88.2
	4	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		3.90	4.38	4.32	4.36	4.19	4.02	4.19	5.0	83.9
	5	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.47	4.33	4.29	4.22	4.42	4.17	4.32	5.0	86.3
	6	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.18	4.11	4.41	4.45	4.31	4.02	4.25	5.0	84.9
PCB52	1	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.50	4.45	4.22	4.44	4.26	4.45	4.39	5.0	87.7
	2	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.38	4.16	4.10	4.23	4.47	4.13	4.25	5.0	84.9
	3	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.30	4.36	4.03	4.49	4.47	4.25	4.32	5.0	86.4
	4	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.32	4.47	4.37	4.41	4.49	4.29	4.39	5.0	87.9
	5	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.50	4.50	4.50	4.34	4.39	4.30	4.42	5.0	88.4
	6	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.35	4.18	4.40	4.12	4.41	4.27	4.29	5.0	85.7
PCB101	1	35.1	35.1	36.0	36.1	34.4	34.6	35.2	-	-
		41.3	40.5	38.7	39.9	38.5	41.3	40.0	5.0	96.5
	2	38.2	40.0	36.4	35.2	38.6	39.0	37.9	-	-
		42.5	43.8	44.5	44.9	39.4	42.4	42.9	5.0	99.9
	3	38.8	34.4	37.9	38.1	36.2	34.3	36.6	-	-
		38.5	41.4	42.5	40.5	41.8	42.1	41.1	5.0	90.4
	4	34.3	36.4	37.1	39.9	38.3	37.4	37.2	-	-
		42.5	38.6	40.1	41.5	46.9	42.6	42.0	5.0	96.1
	5	38.8	35.2	38.9	39.9	36.1	39.7	38.1	-	-
		44.1	44.0	42.9	43.2	44.9	41.9	43.5	5.0	108
	6	35.8	34.2	36.8	34.7	38.3	39.1	36.5	-	-
		40.5	41.3	43.1	43.3	42.0	40.6	41.8	5.0	106
PCB81	1	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.96	4.77	4.40	4.66	4.59	4.42	4.63	5.0	92.7

	2	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.65	5.36	4.86	4.50	4.71	4.43	4.75	5.0	95.0
	3	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.65	4.42	4.60	4.69	5.27	5.43	4.84	5.0	96.9
	4	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.20	4.89	4.82	4.89	4.42	5.45	4.94	5.0	98.9
	5	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.80	4.40	4.69	5.01	4.54	4.53	4.66	5.0	93.2
	6	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.20	4.51	5.13	5.07	4.54	5.14	4.93	5.0	98.6
PCB77	1	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.17	5.41	4.63	4.46	4.74	4.69	4.85	5.0	97.0
	2	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.50	5.06	4.44	4.84	4.49	5.02	4.72	5.0	94.5
	3	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.06	4.63	4.59	4.40	5.03	4.45	4.69	5.0	93.9
	4	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.78	4.43	4.64	4.40	4.54	4.42	4.53	5.0	90.7
	5	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.89	4.79	4.47	5.06	5.02	5.32	4.93	5.0	98.5
	6	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.27	4.78	5.19	5.23	5.27	4.89	5.10	5.0	102
PCB123	1	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.49	5.07	5.05	5.04	4.80	5.33	4.96	5.0	99.2
	2	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.98	5.14	4.78	4.98	4.51	4.95	4.89	5.0	97.8
	3	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.34	5.17	5.19	4.99	5.48	5.19	5.23	5.0	105
	4	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.18	5.30	4.41	4.41	4.69	5.02	4.84	5.0	96.7
	5	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.50	5.32	5.32	5.49	4.81	4.96	5.23	5.0	105
	6	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.82	4.41	5.38	5.22	4.49	4.46	4.80	5.0	95.9
PCB118	1	8.96	8.87	9.00	9.00	8.84	9.91	9.10	-	-
		13.7	13.1	14.3	14.0	14.6	13.2	13.8	5.0	94.2
	2	8.75	9.76	9.16	9.18	9.29	9.05	9.20	-	-
		14.1	14.4	14.7	13.6	13.9	13.8	14.1	5.0	97.9
	3	8.98	8.93	8.80	8.73	8.98	9.00	8.91	-	-
		13.7	13.6	14.0	13.5	13.3	14.2	13.7	5.0	96.0
	4	8.86	8.82	9.78	9.33	9.48	9.59	9.31	-	-
		15.0	14.3	14.2	14.9	13.7	14.9	14.5	5.0	104
	5	9.36	10.02	9.59	9.82	9.04	9.12	9.49	-	-
		14.6	13.3	13.2	14.2	14.5	13.6	13.9	5.0	87.9
	6	8.94	8.70	8.75	8.90	8.77	8.76	8.81	-	-
		14.0	14.7	14.8	13.7	13.5	14.6	14.2	5.0	108
PCB114	1	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.45	5.18	5.23	4.54	5.39	4.62	4.90	5.0	98.1
	2	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.50	5.26	5.39	5.36	5.07	5.25	5.31	5.0	106
	3	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.50	4.52	4.40	4.85	4.45	4.47	4.70	5.0	94.0
	4	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.00	5.44	5.14	4.46	4.43	4.48	4.82	5.0	96.5
	5	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.16	4.49	5.38	5.22	4.50	4.72	4.91	5.0	98.2
	6	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.50	5.02	5.14	5.24	5.45	4.92	5.21	5.0	104
PCB153	1	136	131	130	131	137	133	133	-	-
		134	137	137	138	136	139	137	5.0	81.1
	2	140	143	140	143	140	133	140	-	-
		137	147	147	144	145	147	144	5.0	89.0
	3	138	135	138	135	133	143	137	-	-
		140	145	138	145	144	135	141	5.0	81.9

	4	135	134	134	133	137	138	135	-	
		140	139	139	136	142	141	139	5.0	89.9
	5	140	142	134	137	141	139	139	-	
		135	144	143	144	147	145	143	5.0	80.1
	6	132	141	143	135	138	138	138	-	
		146	141	139	145	142	140	142	5.0	87.4
PCB105	1	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.92	4.57	5.35	5.14	4.44	5.11	4.92	5.0	98.5
	2	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.04	4.46	4.49	4.90	4.64	5.01	4.76	5.0	95.1
	3	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.86	4.47	4.88	5.25	4.70	4.96	4.85	5.0	97.1
	4	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.63	4.68	4.62	5.19	5.06	5.28	4.91	5.0	98.2
	5	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.48	4.42	5.18	5.48	5.40	4.83	5.13	5.0	103
	6	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.49	5.50	4.82	5.40	5.02	5.10	5.22	5.0	104
PCB138	1	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.30	4.81	4.75	5.16	4.89	4.95	4.98	5.0	99.5
	2	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.48	4.52	5.41	4.55	4.90	5.45	5.05	5.0	101
	3	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.50	4.69	5.47	4.75	5.01	5.31	5.12	5.0	102
	4	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.18	5.21	4.50	4.87	4.90	5.40	5.01	5.0	100
	5	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.96	5.44	5.18	5.46	4.43	4.80	5.04	5.0	101
	6	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.39	4.62	5.15	4.49	5.02	5.13	4.97	5.0	99.3
PCB126	1	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.29	5.38	5.33	4.56	4.60	5.49	5.11	5.0	102
	2	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.49	5.12	5.31	5.09	4.83	5.04	4.98	5.0	99.6
	3	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.16	4.86	5.42	4.53	5.28	5.42	5.11	5.0	102
	4	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.85	5.15	5.19	4.94	4.68	4.54	4.89	5.0	97.8
	5	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.68	4.94	5.25	4.85	5.48	4.66	4.98	5.0	99.5
	6	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.22	4.76	4.96	4.72	4.40	5.00	4.84	5.0	96.9
PCB167	1	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.22	4.85	5.48	4.86	4.97	4.91	5.05	5.0	101
	2	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.95	4.59	4.74	5.50	4.84	5.49	5.02	5.0	100
	3	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.08	5.18	5.33	4.78	5.42	4.41	5.03	5.0	101
	4	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.43	4.93	5.00	5.32	4.60	4.99	5.04	5.0	101
	5	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.99	5.41	5.29	4.99	4.77	4.62	5.01	5.0	100
	6	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.08	4.80	5.13	4.90	5.44	4.60	4.99	5.0	99.9
PCB156	1	6.8	7.4	6.5	6.8	7.5	7.1	6.99	-	-
		11.5	11.8	12.0	12.5	11.9	11.8	11.9	5.0	98.1
	2	6.5	6.9	6.7	7.2	7.0	7.0	6.90	-	-
		12.2	12.5	11.0	12.3	11.1	11.2	11.7	5.0	96.2
	3	7.5	7.0	7.2	7.4	7.3	7.4	7.31	-	-
		12.4	11.9	11.9	12.0	11.8	12.5	12.1	5.0	95.8
	4	7.0	6.9	6.7	6.5	6.7	7.0	6.80	-	-
		11.4	11.7	12.1	11.5	11.3	11.1	11.5	5.0	94.1
	5	7.5	7.3	7.4	6.7	6.5	7.3	7.11	-	-
		12.3	11.5	11.6	12.2	11.2	11.4	11.7	5.0	91.7

	6	7.4	7.5	7.3	7.4	7.4	6.9	7.30	-	-
		12.5	12.4	12.3	11.7	12.4	11.9	12.2	5.0	97.9
PCB157	1	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.26	5.18	4.43	4.91	5.15	5.26	5.03	5.0	101
	2	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.48	5.29	5.22	5.36	4.95	4.56	4.98	5.0	99.5
	3	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.93	5.23	5.36	5.05	4.97	4.56	5.02	5.0	100
	4	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.46	4.97	4.81	4.72	5.10	5.30	4.89	5.0	97.8
	5	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.09	5.23	5.02	5.18	5.14	4.66	5.05	5.0	101
	6	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		4.51	5.34	5.01	4.87	5.44	4.62	4.97	5.0	99.3
PCB180	1	122	122	128	129	127	121	125	-	-
		127	128	130	133	131	130	130	5.0	98.4
	2	120	120	119	119	118	118	119	-	-
		124	123	125	123	126	123	124	5.0	100
	3	127	119	124	129	127	119	124	-	-
		131	126	130	131	130	126	129	5.0	97.9
	4	127	130	125	127	128	125	127	-	-
		132	132	134	132	133	123	131	5.0	83.8
	5	124	120	129	129	128	125	126	-	-
		129	124	135	132	132	129	130	5.0	85.4
	6	130	128	126	128	128	127	128	-	-
		135	133	134	132	131	131	133	5.0	98.4
PCB169	1	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.51	5.01	5.73	5.94	5.02	5.84	5.51	5	110
	2	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.14	5.95	5.21	5.38	5.14	5.18	5.33	5	107
	3	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.79	5.42	5.75	5.88	5.03	5.44	5.55	5	111
	4	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.99	5.53	5.61	5.33	5.77	5.58	5.63	5	113
	5	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.75	5.21	5.21	5.22	5.50	5.68	5.43	5	109
	6	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.79	5.83	5.67	5.16	5.94	5.98	5.73	5	115
PCB189	1	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.25	5.20	5.92	5.26	5.49	5.05	5.36	5	107
	2	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.32	5.76	5.87	5.63	5.59	5.63	5.64	5	113
	3	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		6.00	5.63	5.91	5.95	5.50	5.59	5.76	5	115
	4	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		6.00	5.99	5.81	5.93	5.95	5.99	5.95	5	119
	5	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.30	5.11	5.97	5.64	5.81	5.61	5.57	5	111
	6	0	0	0	0	0	0	0	-	-
		5.98	5.77	5.43	5.91	5.21	6.00	5.72	5	114

注：每家实验室六次测定值有两行，上面一行为原样品测定值，下面一行为加标后样品测定值。

表 1-16 土壤中多氯联苯有证标准样品原始测试数据

单位：mg/kg

		PCB 101	PCB 118	PCB 153	PCB 156	PCB 180
样品测定	1	35.2	9.24	133	6.65	123

浓度	2	35.5	9.19	133	6.65	123
	3	36.6	9.18	133	6.78	122
	4	36.0	9.20	133	6.80	123
	5	35.5	9.17	132	6.62	123
	6	35.1	9.16	133	7.32	125
样品测定浓度平均值		36	9.2	133	6.8	123
标准浓度值		37	9.4	137	7	124
控制浓度下限		34	9.1	130	6.5	122
控制浓度上限		40	10.3	144	12	130

2 方法验证数据汇总

2.1 方法检出限、测定下限（补充）、精密度数据汇总

表 2-1 为对 6 家实验室方法验证结果中检出限、测定下限及精密度的统计分析，其结果如下：

表 2-1 检出限、测定下限和精密度测试数据汇总表

化合物名称	检出限 ($\mu\text{g/kg}$)	测定下限 ($\mu\text{g/kg}$)	精密度统计结果				
			加标水平 ($\mu\text{g/kg}$)	总均值 ($\mu\text{g/kg}$)	实验室间 相对标准 偏差 (%)	重复性限 r ($\mu\text{g/kg}$)	再现性限 R ($\mu\text{g/kg}$)
PCB28	0.04	0.16	2.0	1.8	5.9	0.39	0.46
			20.0	18.1	1.9	2.64	2.69
			80.0	74.9	1.0	4.85	4.88
PCB52	0.05	0.19	2.0	2.0	6.9	0.36	0.51
			20.0	18.1	5.7	2.22	3.25
			80.0	76.9	1.7	6.23	6.28
PCB101	0.04	0.17	2.0	1.8	6.4	0.29	0.29
			20.0	16.8	4.9	1.94	2.68
			80.0	78.0	1.0	4.90	5.15
PCB81	0.05	0.21	2.0	1.7	14.5	0.38	0.39
			20.0	17.3	3.5	2.18	2.95
			80.0	77.4	1.8	5.66	5.85
PCB77	0.05	0.19	2.0	2.0	8.2	0.40	0.58
			20.0	18.6	1.7	2.04	2.20
			80.0	77.5	1.8	4.28	7.01
PCB123	0.04	0.17	2.0	2.0	6.6	0.38	0.51
			20.0	18.2	2.3	2.42	2.47
			80.0	77.3	2.7	5.55	6.40
PCB118	0.04	0.17	2.0	1.9	8.3	0.33	0.54
			20.0	18.1	4.3	2.22	2.62
			80.0	76.2	1.3	4.36	5.61
PCB114	0.06	0.23	2.0	2.0	2.3	0.35	0.78
			20.0	18.6	3.8	2.75	3.39
			80.0	76.9	1.2	3.74	3.98
PCB153	0.07	0.28	2.0	1.8	2.3	0.32	0.43
			20.0	18.2	4.9	2.27	3.55
			80.0	79.5	1.1	4.31	5.31
PCB105	0.04	0.16	2.0	2.1	7.2	0.36	0.53
			20.0	17.9	4.7	1.83	2.88
			80.0	77.5	1.7	8.65	8.77
PCB138	0.04	0.14	2.0	1.9	2.5	0.44	0.46
			20.0	18.0	1.4	2.16	2.21

			80.0	78.1	2.0	8.10	8.62
PCB126	0.04	0.15	2.0	2.0	2.6	0.35	0.35
			20.0	18.3	3.6	2.35	2.80
			80.0	77.7	1.9	6.66	7.42
PCB167	0.04	0.16	2.0	1.8	3.0	0.37	0.38
			20.0	18.6	3.9	2.20	2.86
			80.0	77.4	1.3	7.38	7.47
PCB156	0.04	0.16	2.0	1.9	8.9	0.36	0.38
			20.0	19.3	5.8	2.00	3.56
			80.0	77.6	2.5	7.92	9.06
PCB157	0.04	0.16	2.0	2.0	6.0	0.39	0.49
			20.0	15.5	8.5	2.11	4.12
			80.0	76.6	3.6	5.97	9.45
PCB180	0.04	0.16	2.0	2.0	5.9	0.26	0.40
			20.0	18.6	1.9	2.04	2.09
			80.0	79.2	2.1	5.93	7.18
PCB169	0.04	0.17	2.0	1.9	9.3	0.38	0.60
			20.0	18.7	1.3	1.98	2.04
			80.0	79.9	1.2	5.53	5.74
PCB189	0.03	0.13	2.0	2.0	6.6	0.42	0.53
			20.0	18.4	4.2	2.05	2.91
			80.0	79.2	1.0	4.79	4.89

结论：目标化合物的方法检出限为 0.03μg/kg~0.07μg/kg，测定下限为 0.13-0.28μg/kg。
2.0μg/kg、20.0μg/kg、80.0μg/kg实验室间相关标准偏差分别为：：2.3 %~14.5%、1.3 %~8.5%、
0.7 %~2.8%；方法具有较好的重复性和再现性，实验室间重复性限分别为为：0.24μg/kg~
0.44μg/kg、1.83μg/kg~2.75μg/kg、3.74μg/kg~8.65μg/kg；再现性限分别为为：0.29μg/kg~
0.78μg/kg、2.04μg/kg~4.12μg/kg、3.98μg/kg~9.45μg/kg。

2.2 方法准确度数据汇总

表 2-2 为对 6 家实验室方法验证结果中的三种实际样品加标回收率进行统计分析，其结果如下。

表 2-3 实际样品加标准准确度测试数据汇总表

化合物名称	样品类型	加标水平 (μg/kg)	$\overline{P\%}$	S_p	$\overline{p\%} \pm 2S_p$
PCB28	空白石英砂	2.0	87.6	5.2	87.6±10.4
		20.0	90.7	1.8	90.7±3.5
		80.0	93.6	0.9	93.6±1.8
	砂质土壤	20.0	67.9	3.2	67.9±6.5
	太湖沉积物	20.0	63.2	2.7	63.2±5.4
	土壤标准样品	5000	85.8	1.7	85.8±3.3
PCB52	空白石英砂	2.0	101	7.0	101±13.9
		20.0	90.6	5.2	90.6±10.4
		80.0	96.1	1.6	96.1±3.2
	砂质土壤	20.0	77.7	3.9	77.7±7.8
	太湖沉积物	20.0	72.0	3.4	72.0±6.9
	土壤标准样品	5000	86.8	1.4	86.8±2.8
PCB101	空白石英砂	2.0	87.8	5.7	87.8±11.3
		20.0	84.2	4.1	84.2±8.2
		80.0	97.5	0.9	97.5±1.9
	砂质土壤	20.0	81.2	2.1	81.2±4.2
	太湖沉积物	20.0	115.9	6.9	116±13.8
	土壤标准样品	5000	94.2	2.5	99.5±4.9

PCB81	空白石英砂	2.0	86.9	7.6	86.9±15.2
		20.0	86.3	3.1	86.3±6.1
		80.0	96.7	1.8	96.7±3.5
	砂质土壤	20.0	86.8	3.5	86.8±7.0
	太湖沉积物	20.0	78.8	4.7	78.8±9.4
	土壤标准样品	5000	95.9	2.7	95.9±5.9
PCB77	空白石英砂	2.0	97.5	8.0	97.5±16.1
		20.0	93.0	1.6	93.0±3.2
		80.0	96.9	1.8	96.9±1.8
	砂质土壤	20.0	88.7	3.5	88.7±7.0
	太湖沉积物	20.0	104.7	5.4	105±10.7
	土壤标准样品	5000	96.1	3.9	96.1±7.9
PCB123	空白石英砂	2.0	98.6	6.5	98.6±13.0
		20.0	91.0	2.1	91.0±4.3
		80.0	96.6	2.6	96.6±5.2
	砂质土壤	20.0	89.2	2.7	89.2±5.5
	太湖沉积物	20.0	77.2	2.9	77.2±5.8
	土壤标准样品	5000	99.9	4.1	99.9±8.2
PCB118	空白石英砂	2.0	96.8	8.0	96.8±16.0
		20.0	90.3	3.9	90.3±7.8
		80.0	95.2	1.2	95.2±2.4
	砂质土壤	20.0	90.9	2.4	90.9±4.8
	太湖沉积物	20.0	92.9	4.6	92.9±9.3
	土壤标准样品	5000	97.0	5.9	97.0±11.8
PCB114	空白石英砂	2.0	101	2.4	101±4.7
		20.0	93.0	3.5	93.0±7.1
		80.0	96.1	1.1	96.1±2.2
	砂质土壤	20.0	89.5	3.7	89.5±7.3
	太湖沉积物	20.0	90.5	5.4	90.5±10.8
	土壤标准样品	5000	99.5	4.6	99.5±9.2
PCB153	空白石英砂	2.0	91.9	2.1	91.9±4.1
		20.0	91.0	4.5	91.0±9.0
		80.0	99.3	1.1	99.3±2.2
	砂质土壤	20.0	90.3	2.8	90.3±5.6
	太湖沉积物	20.0	84.0	3.8	84.0±7.6
	土壤标准样品	5000	102	6.2	102±12.5
PCB105	空白石英砂	2.0	105	7.6	105±15.2
		20.0	89.3	4.2	89.3±8.4
		80.0	96.9	1.7	96.9±3.3
	砂质土壤	20.0	90.1	2.6	90.1±5.2
	太湖沉积物	20.0	81.3	1.7	81.3±3.5
	土壤标准样品	5000	99.3	3.5	99.3±6.9
PCB138	空白石英砂	2.0	92.5	2.3	92.5±4.6
		20.0	90.1	1.2	90.1±2.5
		80.0	97.7	2.0	97.7±4.0
	砂质土壤	20.0	86.5	2.9	86.5±5.7
	太湖沉积物	20.0	91.7	4.1	91.7±8.2
	土壤标准样品	5000	101	1.0	101±2.1
PCB126	空白石英砂	2.0	102	2.7	102±5.3
		20.0	91.3	3.3	91.3±6.6
		80.0	97.2	1.9	97.2±3.8
	砂质土壤	20.0	83.5	2.6	83.5±5.2
	太湖沉积物	20.0	91.8	2.2	91.8±4.3
	土壤标准样品	5000	99.6	2.1	99.6±4.2
PCB167	空白石英砂	2.0	92.3	2.8	92.3±5.5
		20.0	92.8	3.6	92.8±7.2
		80.0	96.8	1.3	96.8±2.5
	砂质土壤	20.0	86.4	2.8	86.4±5.5
	太湖沉积物	20.0	88.0	4.4	88.0±8.8
	土壤标准样品	5000	101	0.6	101±1.1

PCB156	空白石英砂	2.0	95.7	8.5	95.7±17.1
		20.0	96.4	5.6	96.4±11.1
		80.0	97.0	2.4	97.0±4.8
	砂质土壤	20.0	87.1	3.0	87.1±6.0
	太湖沉积物	20.0	107.2	5.1	107±10.1
	土壤标准样品	5000	97.5	2.3	97.5±4.6
PCB157	空白石英砂	2.0	99.5	6.0	99.5±12.0
		20.0	77.5	6.6	77.5±13.1
		80.0	95.7	3.5	95.7±7.0
	砂质土壤	20.0	86.5	3.3	86.5±6.6
	太湖沉积物	20.0	95.0	3.7	95.0±7.4
	土壤标准样品	5000	99.8	1.2	99.8±2.4
PCB180	空白石英砂	2.0	99.9	5.9	99.9±11.7
		20.0	93.2	1.7	93.2±3.5
		80.0	99.0	2.1	99.0±4.2
	砂质土壤	20.0	81.2	4.5	81.2±8.9
	太湖沉积物	20.0	90.0	1.9	90.0±3.7
	土壤标准样品	5000	102	4.0	102±8.1
PCB169	空白石英砂	2.0	94.6	8.8	94.6±17.5
		20.0	93.4	1.2	93.4±2.4
		80.0	99.9	1.2	99.9±2.5
	砂质土壤	20.0	78.4	3.3	78.4±6.6
	太湖沉积物	20.0	91.6	2.0	91.6±4.0
	土壤标准样品	5000	111	2.9	111±5.7
PCB189	空白石英砂	2.0	99.3	6.6	99.3±13.1
		20.0	91.9	3.9	91.9±7.7
		80.0	99.0	1.0	99.0±2.5
	砂质土壤	20.0	89.0	2.7	89.0±5.3
	太湖沉积物	20.0	87.8	3.7	87.8±7.5
	土壤标准样品	5000	113	4.0	113±8.0

结论：对空白石英砂 2.0 μg/kg、20.0 μg/kg、80.0 μg/kg加标样品测试，加标回收率范围 86.9%±15.2%~105%±15.2%、77.5%±13.1%~96.0%±11.0%、93.6%±1.8%~99.9%±2.5%；砂质土壤 20.0 μg/kg加标样品测试，加标回收率范围 67.9%±6.5%~90.9%±4.8%；对土壤标准样品 5.0mg/kg加标样品测试，加标回收率范围 85.8%±3.3%~113%±8.0%，太湖沉积物 20.0 μg/kg浓度加标样品测试，回收率范围 63.2%±5.4%~116%±13.8%。

3 方法验证结论

（1）本课题组在进行方法验证报告数据统计时，所有数据全部采用，未进行取舍。

（2）6 家实验室验证结果表明，目标化合物的方法检出限为 0.03μg/kg~0.07μg/kg，测定下限为 0.13-0.28μg/kg。2.0μg/kg、20.0μg/kg、80.0μg/kg 实验室间相关标准偏差分别为：2.3 %~14.5%、1.3 %~8.5%、0.7 %~2.8%；方法具有较好的重复性和再现性，实验室间重复性限分别为为：0.24μg/kg~0.44μg/kg、1.83μg/kg~2.75μg/kg、3.74μg/kg~8.65μg/kg；再现性限分别为为：0.29μg/kg~0.78μg/kg、2.04μg/kg~4.12μg/kg、3.98μg/kg~9.45μg/kg。

对不同浓度试样进行准确度测定，其加标回收率最终值为63.2%±5.4%~116%±13.8%。

（3）从方法验证结果可以看出，本方法所涉及的目标化合物中检出限最大值为 0.07μg/kg，而目前国家环境质量标准中涉及土壤沉积物中多氯联苯的有“展览会用地土壤环境质量评价标准”（HJ350-2007）中规定 A 级控制标准为 0.2mg/kg，B 级为 1mg/kg。所以本方法检出限满足其环保标准的要求，方法各项特性指标能达到预期要求。