

附件 9

《土壤和沉积物 有机氯农药的测定 气相色谱法》
(征求意见稿)
编制说明

《土壤和沉积物 有机氯农药的测定 气相色谱法》

标准编制组

二〇一六年四月

项目名称：土壤和沉积物 有机氯农药的测定 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 有机氯农药的环境危害.....	1
2.2 相关环保标准和环保工作的需要.....	3
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.....	5
4 标准制修订的基本原则和技术路线.....	5
4.1 标准制修订的基本原则.....	5
4.2 标准制修订的技术路线.....	6
5 方法研究报告.....	8
5.1 方法研究的目的.....	8
5.2 方法原理.....	8
5.3 试剂和材料.....	8
5.4 仪器和设备.....	8
5.5 样品.....	9
5.6 分析步骤.....	10
5.7 方法的检出限和定量下限.....	16
5.8 方法的精密度和准确度.....	18
5.9 方法的适应性.....	21
5.10 结果计算.....	25
6.方法验证.....	26
6.1 方法验证方案.....	26
6.2 方法验证过程.....	28
6.3 方法验证数据的取舍.....	28
7.与开题报告的差异说明.....	28
8.征求意见情况.....	28
9.标准的实施建议.....	28
10.参考文献.....	28
附件一.....	30

《土壤和沉积物 有机氯农药测定 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、多氯联苯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 and 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 有机氯农药的环境危害

2.1.1 有机氯农药的基本理化性质

有机氯农药主要有两大类：一类是氯苯类，包括六六六、滴滴涕等；另一类是氯化脂环类，包括狄氏剂、毒杀芬、氯丹、七氯等。有机氯农药也可分为以苯为原料和以环戊二烯为原料的两大类。以苯为原料的包括六六六、滴滴涕和六氯苯以及六六六的高丙体制品林丹、滴滴涕的类似物甲氧滴滴涕、乙滴滴涕，也包括从滴滴涕结构衍生而来的杀螨剂，如三氯杀螨砒、三氯杀螨醇、杀螨酯等。另外还包括一些杀菌剂，如五氯硝基苯、百菌清、稻丰宁等。以环戊二烯为原料的有机氯农药包括作为杀虫剂的氯丹、七氯、艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、硫丹、碳氯特灵等。此外，以松节油为原料的蒽烯类杀虫剂、毒杀芬和以萘烯为原料的冰片基氯也属于有机氯农药。

有机氯农药蒸气压低，挥发性小，使用后消失缓慢；脂溶性强，水中溶解度大多低于 1 μ m；氯苯架构稳定，不易为体内酶降解，在生物体内消失缓慢；土壤微生物作用的产物，也像亲体一样存在着残留毒性，如 DDT 经还原生成 DDD，经脱氯化氢后生成 DDE；有些有机氯农药，如 DDT 能悬浮于水面，可随水分子一起蒸发。

2.1.2 有机氯农药的环境危害

环境中存在的有机氯农药对人类及其它生物都造成了严重的威胁，这主要是因为有机氯农药在环境不容易降解，通过生物的富集作用，然后再通过食物链进入人体或生物体内造成积累而发生作用。由于有机氯农药具有很高的脂溶性，在生物体内不易被代谢降解而排出体外，因此很容易在生物体内富集，特别是在水生生物(如鱼类)体内的富集倍数就更高。当人类再食用后便在体内积累从而对人类的健康产生危害。有机氯农药的危害主要包括：

(1) 慢性毒作用。连续接触、吸入或食用较小量(低于急性中毒剂量)的农药，农药在人体组织内逐步蓄积，将引起慢性中毒。中毒者主要表现为食欲不振、上腹部和肋下疼痛、头晕、头痛、乏力、失眠、噩梦等。

(2) 影响酶类。许多有机氯杀虫剂可以诱导肝细胞微粒体氧化酶类，从而改变体内某些生化过程。此外对其他一些酶类也有一定影响，如对多种三磷酸腺苷具有抑制作用。

(3) 影响内分泌系统。有机氯杀虫剂具有雌性激素的作用，可以干扰人体内分泌系统的功能。

(4) 影响生殖机能。有机氯杀虫剂对鸟类生殖机能的影响主要表现在使鸟类产蛋数目减少，蛋壳变薄和胚胎不易发育，明显影响鸟类的繁殖。此外，有机氯杀虫剂对哺乳动物的生殖能力也有一定影响。

此外，大多数有机氯农药具备持久性有机物的特性，属于持久性有机污染物。具备以下特点：(1) 持久性，在水中半衰期大于 2 个月，土壤中的半衰期大于 6 个月等。(2) 生物累积性，水生物积累因子大于 5000，或 logKow 大于 5 等。(3) 远距离传输，可通过空气、水或迁徙物种而有较大的远距离传播能力，或者破坏环境特性证明具有远距离传播潜力。

2001 年《关于持久性有机污染物的斯德哥尔摩公约》首批受控 POPs 清单包括 12 种化学物质——艾氏剂、氯丹、狄氏剂、异狄氏剂、七氯、灭蚁灵、毒杀芬、六氯苯、DDT、PCB、多氯二苯并二噁英、多氯二苯并呋喃，前 9 种为有机氯农药；2009 年第二批清单

新增 9 种— γ -六六六、 α -六六六、 β -六六六、开蓬、六溴联苯、商用五溴二苯醚、商用八溴二苯醚、全氟辛烷磺酸、五氯苯，前 4 种为有机氯农药；2011 年第三批清单新增 1 种—硫丹，属于有机氯农药。到目前为止，共计 14 种有机氯农药。

2.2 相关环保标准和环保工作的需要

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

我国对环境中有机氯农药的控制主要集中在水和土壤中滴滴涕和六六六的控制，其他种类的有机氯农药基本未涉及，相关的标准包括《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2006）、《地表水环境质量标准》（GB3838-2002）、《地下水质量标准》（GB/T14848-93）、《海水水质标准》（GB3097-1997）和《土壤环境质量标准》（GB 15618-1995）。目前国内土壤中环境质量标准与污染物排放（控制）标准对污染物项目监测要求，具体情况见表 1。

表 1 环境质量标准/污染物排放标准

环境介质	环境质量标准/污染物排放标准	污染物浓度限值
土壤	土壤环境质量标准 GB 15618-1995	六六六：≤0.05mg/kg(一级)~≤1.0mg/kg(三级)
		滴滴涕：≤0.05mg/kg(一级)~≤1.0mg/kg(三级)
	食用农产品产地环境质量评价标准 HJ332-2006	六六六：≤0.10mg/kg
		滴滴涕：≤0.10mg/kg
固体废物	危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别 GB5085.3-2007	六六六：≤0.5mg/L
		滴滴涕：≤0.1mg/L
沉积物	海洋沉积物质量标准 GB 18668-2002	六六六总量：≤0.20、0.05、0.10 mg/kg
		滴滴涕总量：≤0.50、1.00、1.50 mg/kg

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有机氯农药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、沉积物有机氯农药测定方面，美国有 EPA8270C 方法、EPA8080、EPA8081 等方法；国际标准化组织有 ISO10382:2002（E）等方法（见表2）。

表2 国外有机氯农药测定的标准方法

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	---
气相色谱法测定有机氯农药	EPA8081	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	手工或机械摇振法、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, $(C_4H_9)_4NH_2SO_4$)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

EPA8270C 是用气相色谱/质谱测定固体、半固体和水中包括有机氯农药在内的半挥发性有机物。样品提取可以针对不同介质使用不同方法。目标化合物多达 255 种,有机氯农药有 34 种。

(b) EPA8080 气相色谱法测定有机氯农药和多氯联苯

EPA8080A 方法用填充柱气相色谱-ECD 检测器或电解电导检测器(HECD),同时测定有机氯农药和多氯联苯,涉及的有机氯农药 19 种。由于酞酸酯类在 ECD 上也有较大的响应,所以在用 ECD 检测器时,避免酞酸酯类的干扰是本方法面临的主要问题。若样品中同时存在多组分化合物如毒杀芬和滴滴涕,则用该方法定量非常困难,需要采用一些特别的措施来保证定量的准确。EPA8081 方法使用毛细管柱/GC-ECD 测定土壤中及液体样品中提取的有机氯农药,与 EPA8080 填充柱比较,该方法分辨率好,灵敏度较高,分析速度也快。EPA8081B 允许使用单柱或双柱分析的有机氯农药有 28 种。

(c) EPA8081 有机氯农药的气相色谱测定法

EPA8081方法使用毛细管柱—GC-ECD方法测定土壤及液体样品中提取的有机氯农药,与EPA8080填充柱方法比较,该方法分辨率好,灵敏度较高,分析速度也快。EPA8081B[12]方法允许使用单柱或双柱分析28种目标化合物。提取方式可采用液液萃取、自动液液萃取等多种适合的方法。

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、沉积物中有机氯农药测定方面,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摇振法、索氏提取法,也包括越来越多的采用耗时少、溶剂耗量小、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 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有机氯农药，研究选择适用于土壤和沉积物的多种净化方法，如不同性质的固相小柱净化、沉积物脱硫净化法等，用气相色谱法测定 α 相六六六、 β 六六六、 γ 六六六、 δ 六六六、艾氏剂、 α 六硫丹、 β 丹硫丹、 α 丹氯丹、 γ 丹氯丹、环氧七氯 B、环氧七氯 A、六氯苯、狄氏剂、异狄氏剂、2, 4 六氯苯、狄、4, 4 六氯苯、狄、4, 4 六氯苯、狄、4, 4 六氯苯、狄、2, 4 六氯苯、狄、2, 4 六氯苯、狄、反-九氯、顺-九氯、灭蚁灵的监测方法标准。

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

我国农药类的标准分析方法以 GC 法为主，如：GB7492-87 中规定了水质用石油醚萃取进行前处理，GC-ECD法测定六六六和滴滴涕等有机氯农药；GB/T14550-1993规定了 GC-ECD 测定土壤中八种有机氯农药的方法。方法适用范围有限，样品前处理技术仅介绍了索氏提取方法和硫酸净化方法。

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有机氯农药的有《土壤环境质量标准》（GB 15618-1995）中规定一级控制标准 0.05mg/kg、二级控制标准 0.50 mg/kg、三级控制标准 1.0 mg/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 μ g/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有机氯农药进行定性、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

由于有机氯农药属于持久性有机物，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，对土壤沉积物中有机氯农药进行提取。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、超声萃取等提取方法。

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。因此本标准在有机氯农药净化方法上做了详细的方法性研究，对弗罗里硅土固相小柱、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有机氯农药的测定，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有机氯农药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

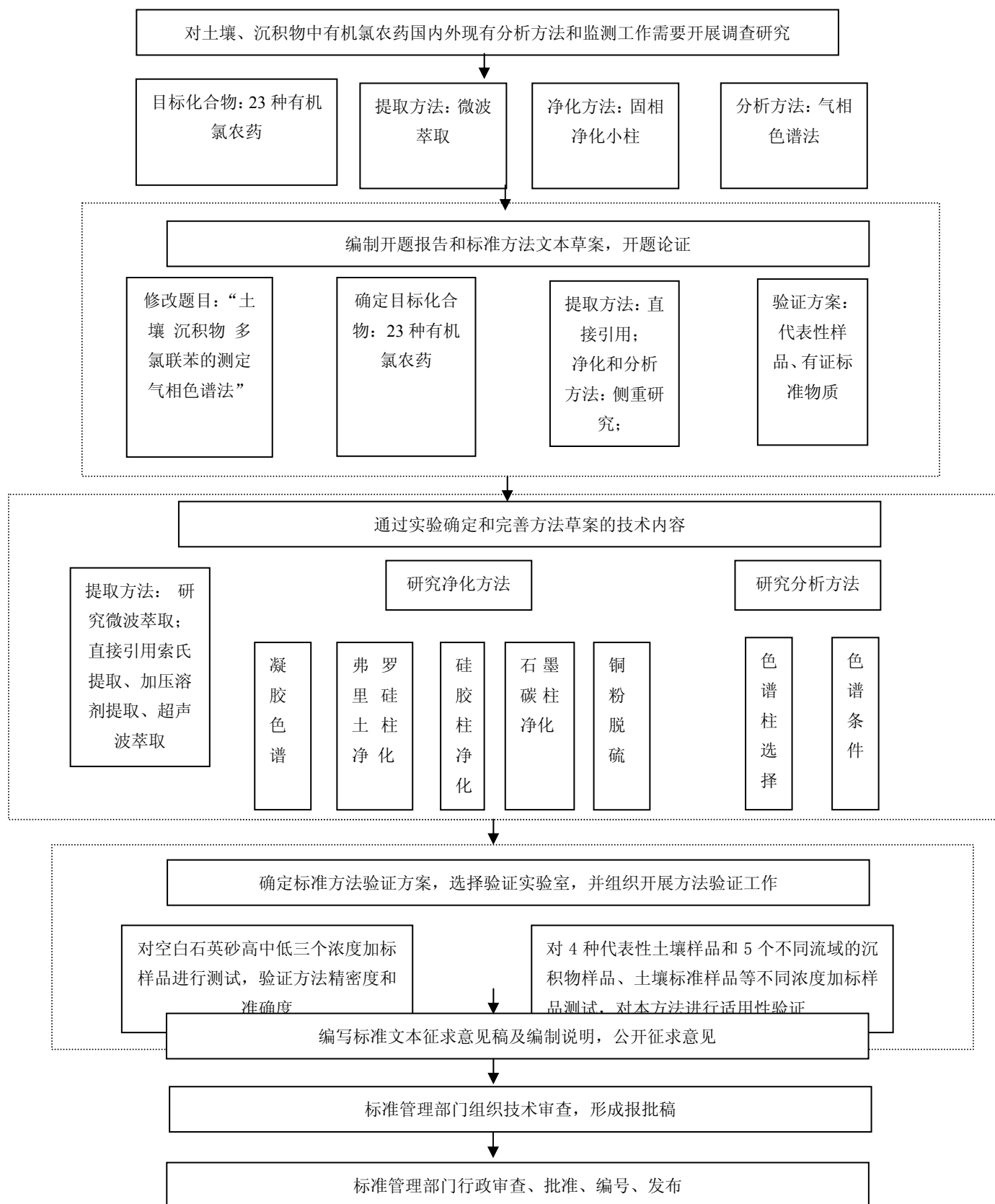


图 1 制订本方法标准的技术路线图

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 23 种有机氯农药的分析测定。其他有机氯农药经过方法验证，各项性能指标符合要求，也可采用本方法测定。

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、沉积物中的有机氯农药采用适合的萃取方法（微波萃取、超声波萃取等）提取土壤或沉积物中的有机氯农药，根据干扰情况选择适当的净化方法（铜粉脱硫、固相净化小柱、凝胶色谱）去除干扰物，浓缩定容后用气相色谱检测。根据保留时间定性。外标法定量。

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。

有机氯农药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有机氯农药的提取。

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 种有机氯农药在石英砂基体上的样品进行前处理，由表 3 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 83.1%~104%，超声波萃取回收率在 75.6%~89.3%，索氏萃取回收率在 75.9%~95.9%，加压流体萃取回收率在 84.5%~102%，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 3 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	α -六六六	98	75.6	79.6	97.6
2	六氯苯	90.4	80.2	82.3	95.6
3	γ -六六六	96.4	79.5	82.2	102
4	β -六六六	93.9	81.2	86.8	97.5
5	δ -六六六	98.4	86.3	86.3	98.6
6	硫丹 I	90.7	80.6	76.3	92.3
7	艾氏剂	100	80.4	95.6	99.6
8	硫丹 II	89.7	79.5	80.2	87.5
9	环氧七氯 B	83.1	83.4	79.6	90.6
10	环氧七氯 A	85.4	84.5	75.9	91.2

11	2,4' -DDE	104	89.3	81.2	96.3
12	α -氯丹	94.7	76.9	85.3	92.3
13	γ -氯丹	95	82.2	83.6	100
14	反-九氯	87.8	85.6	89.6	90.5
15	4,4' -DDE	94.1	86.3	84.5	96.2
16	2,4' -DDD	98.8	87.2	85.2	92.3
17	狄氏剂	90.7	86.9	86.9	84.5
18	异狄氏剂	95.5	84.1	80.6	86.3
19	2,4' -DDT	97.6	75.6	85.6	92.3
20	4,4' -DDD	95.1	81.2	90.6	95.4
21	顺-九氯	103	85.6	84.6	99.6
22	4,4' -DDT	104	81.6	85.6	101
23	灭蚁灵	86	75.6	82.6	90.6

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 4-1 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 23 种有机氯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 4-1。由表 4-2 可见，有机氯农药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 82.4%~104%。

表 4-1 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	α -六六六	82.3	97.1
2	六氯苯	79.6	89.6
3	γ -六六六	81.3	95.5
4	β -六六六	80.6	93.1
5	δ -六六六	76.3	97.5
6	硫丹 I	65.3	89.9
7	艾氏剂	85.3	99.3
8	硫丹 II	70.2	88.9
9	环氧七氯 B	64.3	82.4
10	环氧七氯 A	72.3	84.6
11	2,4' -DDE	86.3	103.1
12	α -氯丹	76.3	93.9
13	γ -氯丹	80.3	94.2
14	反-九氯	82.3	87.0

15	4,4' -DDE	85.2	93.3
16	2,4' -DDD	79.6	97.9
17	狄氏剂	77.2	89.9
18	异狄氏剂	85.2	94.6
19	2,4' -DDT	84.3	96.7
20	4,4' -DDD	84.3	94.3
21	顺-九氯	89.3	102
22	4,4' -DDT	87.4	103
23	灭蚁灵	62.5	85.2

表 4-2 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	α -六六六	1.0	5.2	89.1	1.2	0.6	97.1
2	六氯苯	0.7	10.2	76.1	2.3	0.3	89.6
3	γ -六六六	0.5	12.3	81.2	1.1	0.4	95.5
4	β -六六六	0.5	9.6	80.8	1.6	0.6	93.1
5	δ -六六六	5.1	5.2	86.1	0.3	0.8	97.5
6	硫丹 I	1.7	4.2	82.3	1.1	0.6	89.9
7	艾氏剂	2.3	5.6	89.3	1.6	0.5	99.3
8	硫丹 II	0.0	10.1	76.6	1.5	0.7	88.9
9	环氧七氯 B	1.6	9.5	69.1	1.3	0.9	82.4
10	环氧七氯 A	0.2	4.5	77.3	2.1	0.5	84.6
11	2,4'-DDE	0.1	6.3	94.9	1.2	0.6	103.1
12	α -氯丹	0.0	2.6	89.6	1.4	0.3	93.9
13	γ -氯丹	0.3	5.1	86.4	1.8	0.6	94.2
14	反-九氯	0.0	10.3	75.1	1.1	0.5	87.0
15	4,4'-DDE	0.3	11.2	80.6	0.9	0.3	93.3
16	2,4'-DDD	0.3	9.6	85.8	1.3	0.9	97.9
17	狄氏剂	0.0	4.5	83.6	1.4	0.4	89.9
18	异狄氏剂	0.0	4.3	88.1	1.6	0.6	94.6
19	2,4'-DDT	0.0	2.6	92.5	1.3	0.3	96.7
20	4,4'-DDD	0.0	12.3	80.0	1.5	0.5	94.3
21	顺-九氯	12.2	25.3	62.8	1.2	0.5	102
22	4,4'-DDT	0.0	12.6	88.3	1.6	0.5	103
23	灭蚁灵	0.0	10.3	72.9	1.2	0.8	85.2

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。

1.0mL浓度为 100 μ g/L 23 种有机氯目标化合物在氟罗里柱硅胶柱（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 5。由表 5 可见，有机氯农药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 83.2%~105%。

表 5 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	α -六六六	6.7	9.2	70.9	3.2	0.2	90.2
2	六氯苯	7.0	8.2	65.5	2.3	0.2	83.2
3	γ -六六六	0.2	6.5	97.7	2.3	0.3	107
4	β -六六六	0.0	10.2	83.0	0.9	0.5	94.6
5	δ -六六六	1.6	12.3	89.8	2.5	0.8	107
6	硫丹 I	1.7	14.2	60.7	5.4	1.2	83.2
7	艾氏剂	0.7	6.9	88.3	2.3	1.2	99.4
8	硫丹 II	0.0	5.3	76.9	1.7	1.3	85.2
9	环氧七氯 B	0.0	10.6	91.5	2.3	0.6	105
10	环氧七氯 A	0.0	12.4	78.3	2.6	0.4	93.7
11	2,4'-DDE	0.0	20.3	70.4	2.7	0.9	94.3
12	α -氯丹	1.0	2.5	78.5	2.1	1.3	85.4
13	γ -氯丹	0.0	1.3	91.8	1.5	1.2	95.8
14	反-九氯	0.0	5.6	88.8	1.3	1.1	96.8
15	4,4'-DDE	1.2	4.3	97.2	2.3	1	106
16	2,4'-DDD	0.0	5.4	88.5	1.7	0.6	96.2
17	狄氏剂	0.0	12.3	79.7	2.0	0.7	94.7
18	异狄氏剂	0.0	10.6	91.4	1.2	0.8	104
19	2,4'-DDT	0.0	8.9	95.4	1.1	0.6	106
20	4,4'-DDD	0.0	5.6	92.9	0.6	0.5	99.6
21	顺-九氯	0.0	15.4	91.7	0.7	0.2	108
22	4,4'-DDT	5.9	6.2	86.3	0.9	0.3	99.6
23	灭蚁灵	0.0	7.6	76.6	1.0	0.6	85.8

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 23 种有机氯农药在石墨碳柱（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，10mL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 6 和表 7。

由表 6 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 10mL 时，有机氯农药化合物达到一定的回收率 20.5%~78.1%。

由表 7 可见，用甲苯溶液进行洗脱，在洗脱液体积达 10mL 时，替代物及所有多氯联苯目标化合物已达到完全的回收，除六氯苯外，回收率在 80.3%~103%。。

表 6 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	α -六六六	0.3	1.6	57.3	1.2	0.0	60.4
2	六氯苯	0.0	2.6	17.9	0.0	0.0	20.5
3	γ -六六六	0.3	1.2	57.7	1.2	0.0	60.4
4	β -六六六	0.0	2.6	62.8	0.6	0.2	66.2
5	δ -六六六	0.0	2.5	50.5	0.7	0.0	53.7

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	
6	硫丹 I	0.0	2.1	55.9	1.2	0.5	59.7
7	艾氏剂	2.2	2.0	66.3	1.3	0.1	71.9
8	硫丹 II	0.3	1.9	72.3	1.1	0.2	75.8
9	环氧七氯 B	0.0	2.3	72.9	1.2	0.2	76.6
10	环氧七氯 A	0.2	2.1	72.5	1.2	0.5	76.5
11	2,4'-DDE	0.5	1.6	66.0	0.9	1.2	70.2
12	α -氯丹	0.3	1.3	71.8	0.7	1.3	75.4
13	γ -氯丹	0.0	2.1	71.3	0.6	0.6	74.6
14	反-九氯	0.6	2.3	73.0	1.4	0.8	78.1
15	4,4'-DDE	0.5	2.1	71.8	1.3	0.7	76.4
16	2,4'-DDD	0.2	1.1	67.5	1.2	0.6	70.6
17	狄氏剂	0.6	1.8	73.5	1.6	0.3	77.8
18	异狄氏剂	1.2	1.6	56.9	0.7	0.4	60.8
19	2,4'-DDT	0.0	1.5	73.3	1.3	0.7	76.8
20	4,4'-DDD	0.3	2.1	57.4	1.2	0.6	61.6
21	顺-九氯	0.4	2.3	48.4	0.8	0.0	51.9
22	4,4'-DDT	0.5	2.4	68.7	1.6	0.6	73.8
23	灭蚁灵	0.6	2.7	70.2	1.4	0.7	75.6

表 7 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	α -六六六	3.3	40.9	44.3	0.1	0.2	88.8
2	六氯苯	0.0	40.2	5.3	0.0	0.0	45.5
3	γ -六六六	0.0	56.5	30.2	3.2	0.3	90.2
4	β -六六六	0.0	81.3	0.0	0.0	0.0	81.3
5	δ -六六六	1.5	80.3	5.3	0.0	0.0	87.1
6	硫丹 I	1.0	84.3	5.8	0.0	0.0	91.1
7	艾氏剂	4.7	67.8	12.9	1.2	1.2	87.8
8	硫丹 II	6.1	65.9	6.8	1.1	1.3	81.2
9	环氧七氯 B	1.4	84.6	0.6	0.0	0.0	86.6
10	环氧七氯 A	1.5	76.2	7.7	0.5	0.3	86.2
11	2,4'-DDE	4.0	79.3	2.3	2.3	1.2	89.1
12	α -氯丹	4.9	77.2	3.9	1.0	0.2	87.2
13	γ -氯丹	4.1	68.3	14.3	1.6	0.0	88.3
14	反-九氯	4.4	77.2	4.7	0.6	0.5	87.4
15	4,4'-DDE	6.5	66.4	12.1	0.4	1.0	86.4
16	2,4'-DDD	3.7	79.2	4.5	1.2	0.6	89.2
17	狄氏剂	3.8	76.6	14.9	0.9	0.4	96.6
18	异狄氏剂	5.8	79.2	3.3	2.2	1.2	91.7
19	2,4'-DDT	8.7	68.4	17.1	3.2	0.2	97.6
20	4,4'-DDD	3.9	76.6	16.7	2.5	0.3	100.0
21	顺-九氯	2.7	70.3	3.8	2.1	1.4	80.3
22	4,4'-DDT	5.2	60.4	16.4	2.4	1.6	86.0
23	灭蚁灵	7.4	91.3	1.2	1.9	1.2	103

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。加入 5ml 硫酸溶液（1+1），洗涤一次基本无色，中和后取出有机相，再用正己烷洗涤硫酸相分离出有机相合并，用无水硫酸钠溶液中和，并过无水硫酸钠脱水后浓缩至 1ml，分析结果显示，环氧七氯 B、2,4'-DDD、狄氏剂、异狄氏剂和 4,4'-DDT、灭蚁灵净化浓缩回收率低于 50%，其它目标有机氯农药的净化浓缩回收率 52.7%~89.6%。结果见表 8。终考虑到该净化方法不能满足全部目标物的需求，文本中不再给出硫酸净化方法。

表 8 硫酸（1:1）酸洗净化有机氯的回收率

序号	化合物	1: 1 硫酸净化回收率(%)
1	α -六六六	89.4
2	六氯苯	88.2
3	γ -六六六	86.2
4	β -六六六	87.3
5	δ -六六六	54.8
6	硫丹 I	52.7
7	艾氏剂	86.7
8	硫丹 II	65.8
9	环氧七氯 B	31.2
10	环氧七氯 A	89.6
11	2,4'-DDE	79.2
12	α -氯丹	86.6
13	γ -氯丹	87.6
14	反-九氯	88.6
15	4,4'-DDE	84.5
16	2,4'-DDD	0.0
17	狄氏剂	0.0
18	异狄氏剂	42.2
19	2,4'-DDT	60.8
20	4,4'-DDD	84.2
21	顺-九氯	65.3
22	4,4'-DDT	21.9
23	灭蚁灵	46.8

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有机氯农药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。

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。

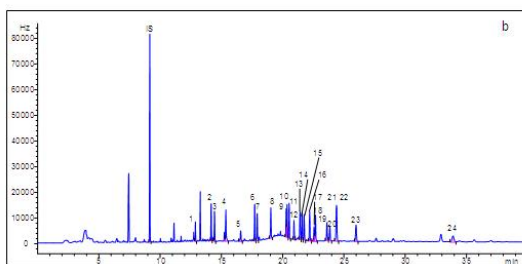


图 2 有效活性铜粉净化海底沉积物样品 A 色谱图

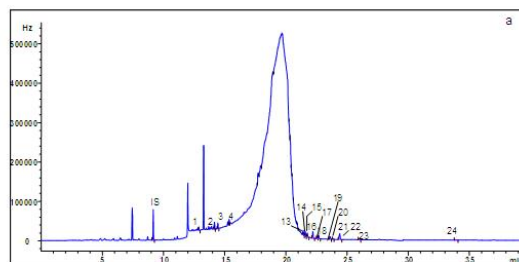


图 3 铜粉与空气接触失活后净化样品 A 的色谱图

5.6.2 气相色谱柱的选择

有机氯农药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 23 种有机氯农药进行测定，经色谱分离条件优化后，23 种有机氯在三种色谱柱上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 23 种有机氯农药进行分离分析。

样品分析前，为确保定性准确性，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。

5.6.3 标准曲线绘制

将有机氯农药使用液进一步稀释，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 μg/L），结果见表 9。由表 9 可见，23 种有机氯农药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 9 23 种有机氯的标准曲线

分析组分	标准曲线	相关系数
α -六六六	$y=581x-1782$	$\gamma=0.9998$
六氯苯	$y=442x+70.0$	$\gamma=0.9999$
γ -六六六	$y=516x-2501$	$\gamma=0.9993$
β -六六六	$y=159x-35.2$	$\gamma=0.9997$
δ -六六六	$y=529x-2335$	$\gamma=0.9994$
硫丹 I	$y=505x-3329$	$\gamma=0.9993$
艾氏剂	$y=479x-1871$	$\gamma=0.9995$
硫丹 II	$y=353x-5184$	$\gamma=0.9992$
环氧七氯 B	$y=413x-6029$	$\gamma=0.9992$
环氧七氯 A	$y=444x-1314$	$\gamma=0.9997$
2,4'-DDE	$y=244x-288.0$	$\gamma=0.9999$
α -氯丹	$y=425x-648.0$	$\gamma=0.9998$
γ -氯丹	$y=404x-322.0$	$\gamma=0.9999$
反-九氯	$y=393x-176.0$	$\gamma=0.9999$
4,4'-DDE	$y=414x-712.0$	$\gamma=0.9999$

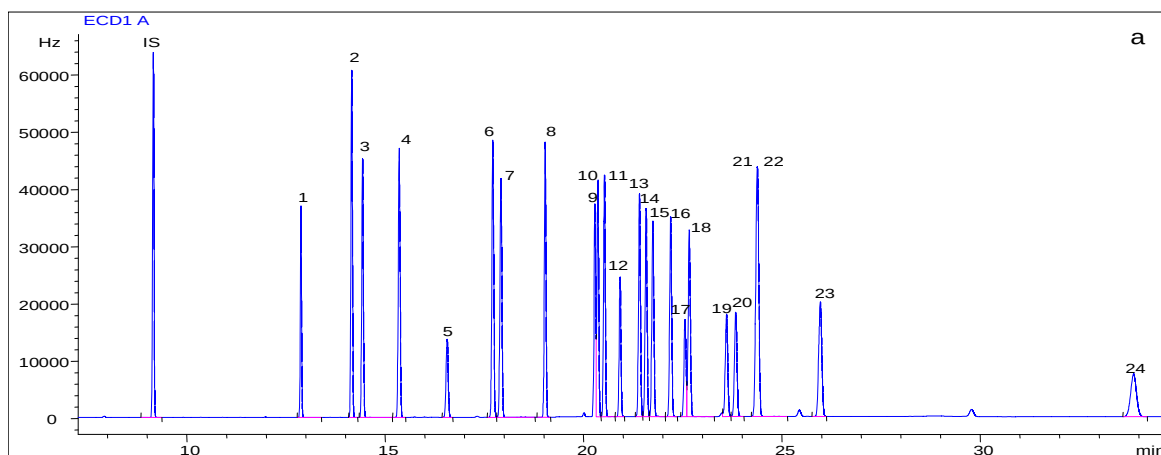
2,4'-DDD	$y=201x-178.0$	$\gamma=0.9999$
狄氏剂	$y=424x-1445$	$\gamma=0.9995$
异狄氏剂	$y=145x+147.0$	$\gamma=0.9995$
2,4'-DDT	$y=258x-1485$	$\gamma=0.9993$
4,4'-DDD	$y=686x-590.0$	$\gamma=0.9995$
顺-九氯	$y=702x-630.0$	$\gamma=0.9996$
4,4'-DDT	$y=345x-1996$	$\gamma=0.9994$
灭蚁灵	$y=257x+668.0$	$\gamma=0.9998$

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℃；进样方式：不分流进样至 0.75min 后打开分流，分流出口流量为 60ml/min；柱流量：2.0ml/min（恒流）；柱温升温程序：100℃，以 15℃/min 升温至 220℃，保持 5min，以 15℃/min 升温至 260℃，保持 20min。

5.6.4.2 气相色谱图



2. α-六六六; 3. 六氯苯; 4. γ-六六六; 5. β-六六六; 6. δ-六六六; 7. 硫丹 I; 8. 艾氏剂; 9. 硫丹 II; 10. 环氧七氯 B; 11. 环氧七氯 A; 12. 2,4'-DDE; 13. γ-氯丹; 14. α-氯丹; 15. 反-九氯; 16. 4'-DDE; 17. 2,4'-DDD; 18. 狄氏剂; 19. 异狄氏剂; 20. 2,4'-DDT; 21. 4,4'-DDD; 22. 顺-九氯; 23. 4,4'-DDT; 24. 灭蚁灵

图 4 23 种有机氯农药气相色谱图

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 0.2μg/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 56.5% 的有机氯加标浓度满足在 3~5 倍计算出的方法检出限范围内，100% 的有机氯加标浓度满足在 1~10 倍计算出的方法检出限范围内。因此 18 种有机氯农药的检出限为 0.02~0.13μg/kg，定量下限为 0.10~0.51μg/kg。

表 10 添加浓度(0.2μg/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	检出限 MDL
α-六六六	0.23	0.23	0.22	0.23	0.23	0.25	0.21	0.012	0.04
六氯苯	0.11	0.13	0.16	0.12	0.12	0.22	0.18	0.040	0.13
γ-六六六	0.21	0.22	0.18	0.16	0.16	0.18	0.19	0.023	0.07
β-六六六	0.21	0.22	0.23	0.25	0.19	0.21	0.18	0.024	0.07
δ-六六六	0.22	0.21	0.21	0.22	0.22	0.22	0.20	0.008	0.02
硫丹 I	0.23	0.21	0.21	0.21	0.24	0.22	0.21	0.012	0.04
艾氏剂	0.20	0.18	0.18	0.19	0.21	0.19	0.17	0.013	0.04
硫丹 II	0.19	0.21	0.22	0.22	0.23	0.18	0.23	0.020	0.06
环氧七氯 B	0.23	0.22	0.21	0.23	0.26	0.22	0.21	0.017	0.05
环氧七氯 A	0.18	0.19	0.20	0.18	0.20	0.23	0.17	0.020	0.06
2,4'-DDE	0.21	0.21	0.20	0.21	0.22	0.20	0.19	0.010	0.03
α-氯丹	0.20	0.18	0.19	0.20	0.21	0.19	0.17	0.013	0.04
γ-氯丹	0.22	0.21	0.17	0.21	0.22	0.22	0.19	0.019	0.06
反-九氯	0.21	0.20	0.18	0.19	0.20	0.18	0.18	0.012	0.04
4,4'-DDE	0.21	0.22	0.20	0.20	0.21	0.20	0.19	0.010	0.03
2,4'-DDD	0.20	0.20	0.19	0.19	0.21	0.16	0.18	0.016	0.05
狄氏剂	0.16	0.18	0.19	0.17	0.21	0.18	0.12	0.028	0.09
异狄氏剂	0.23	0.21	0.21	0.21	0.23	0.23	0.20	0.013	0.04
2,4'-DDT	0.20	0.18	0.20	0.22	0.21	0.22	0.17	0.019	0.06
4,4'-DDD	0.22	0.21	0.21	0.22	0.22	0.22	0.20	0.008	0.02
顺-九氯	0.23	0.21	0.21	0.21	0.24	0.22	0.21	0.012	0.04
4,4'-DDT	0.20	0.18	0.18	0.19	0.21	0.19	0.17	0.013	0.04
灭蚁灵	0.18	0.23	0.16	0.21	0.22	0.22	0.24	0.029	0.09

表 11 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	α-六六六	0.04	0.15
2	六氯苯	0.13	0.51
3	γ-六六六	0.07	0.29
4	β-六六六	0.07	0.30
5	δ-六六六	0.02	0.10
6	硫丹 I	0.04	0.15
7	艾氏剂	0.04	0.17
8	硫丹 II	0.06	0.25
9	环氧七氯 B	0.05	0.22
10	环氧七氯 A	0.06	0.25
11	2,4'-DDE	0.03	0.12
12	α-氯丹	0.04	0.17
13	γ-氯丹	0.06	0.24
14	反-九氯	0.04	0.15
15	4,4'-DDE	0.03	0.12
16	2,4'-DDD	0.05	0.21
17	狄氏剂	0.09	0.35
18	异狄氏剂	0.04	0.16
19	2,4'-DDT	0.06	0.24
20	4,4'-DDD	0.02	0.10

21	顺-九氯	0.04	0.15
22	4,4'-DDT	0.04	0.17
23	灭蚁灵	0.09	0.36

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 2.0 $\mu\text{g/kg}$ 、20.0 $\mu\text{g/kg}$ 、80.0 $\mu\text{g/kg}$ 三个浓度进行了精密度测试（见表 12、表 13 和表 14），从表中可以看出，不同浓度的有机氯农药，测试的相对标准偏差为 1.0%~12.9%，说明方法的精密度良好。

表 12 添加浓度(2.0 $\mu\text{g/kg}$)—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	相对标准偏差 RSD(%)
α -六六六	1.52	1.75	1.76	1.82	1.91	1.82	2.11	0.18	9.8
六氯苯	1.64	1.69	1.82	2.15	1.79	1.62	1.73	0.18	10.1
γ -六六六	2.03	1.82	2.05	2.27	2.15	2.18	1.73	0.20	9.6
β -六六六	1.79	2.14	2.17	2.26	2.20	2.21	2.04	0.16	7.5
δ -六六六	2.37	2.16	2.08	2.07	2.43	2.22	2.06	0.15	6.8
硫丹 I	1.56	1.85	1.81	1.94	2.15	1.95	1.62	0.20	11.0
艾氏剂	1.95	1.83	1.49	1.77	1.96	1.81	2.07	0.19	10.1
硫丹 II	1.76	2.25	2.17	1.99	2.19	1.98	1.54	0.26	12.9
环氧七氯 B	1.64	1.67	1.49	1.56	1.66	2.03	1.45	0.19	11.6
环氧七氯 A	2.05	1.97	1.53	1.96	2.10	2.12	1.81	0.21	10.7
2,4'-DDE	1.83	1.80	2.12	1.79	1.86	1.84	1.63	0.15	7.9
α -氯丹	2.30	2.07	2.12	2.12	1.73	2.28	1.98	0.19	9.3
γ -氯丹	2.03	1.82	2.05	2.27	2.15	2.18	1.73	0.20	9.6
反-九氯	2.25	2.49	2.17	2.26	2.20	2.21	2.04	0.14	6.1
4,4'-DDE	2.37	2.16	2.08	2.07	2.43	2.22	2.06	0.15	6.8
2,4'-DDD	2.00	1.85	1.81	1.94	2.15	1.95	1.72	0.14	7.3
狄氏剂	1.63	1.96	2.05	1.76	2.11	2.21	2.16	0.22	10.9
异狄氏剂	1.56	1.64	1.46	1.56	1.98	2.03	1.79	0.22	12.9
2,4'-DDT	2.12	1.95	1.65	1.79	1.85	1.95	2.13	0.17	9.0
4,4'-DDD	2.00	2.06	2.13	1.85	1.79	1.92	1.99	0.12	6.0
顺-九氯	2.30	2.07	2.12	2.12	2.31	2.28	1.98	0.13	5.9
4,4'-DDT	2.03	1.82	2.05	2.27	2.15	2.18	1.73	0.20	9.6
灭蚁灵	2.25	1.63	2.17	2.26	2.20	2.21	2.04	0.22	10.6

表 13 添加浓度(20.0 $\mu\text{g/kg}$)—空白基体测定精密单位：（ $\mu\text{g/kg}$ ）

化合物名称	1	2	3	4	5	6	7	标准偏差	相对标准偏差 RSD(%)
α -六六六	17.9	16.5	19.2	19.1	16.9	19.2	17.9	1.12	6.2
六氯苯	18.2	17.6	17.3	18.9	16.9	18.2	18.6	0.72	4.0
γ -六六六	20.4	20.5	21.7	21.2	20.5	20.6	18.3	1.06	5.2
β -六六六	16.9	17.2	16.9	16.3	17.5	16.5	19.6	1.10	6.4
δ -六六六	18.1	19.7	19.6	19.4	18.6	18.2	17.8	0.78	4.2
硫丹 I	18.2	18.9	16.2	19.2	18.2	18.4	17.7	0.98	5.4
艾氏剂	18.2	18.9	19.0	19.2	18.2	16.2	18.1	1.01	5.5
硫丹 II	17.9	17.5	17.1	17.3	17.8	18.4	14.8	1.16	6.7
环氧七氯 B	17.5	17.8	18.1	17.6	17.9	18.2	16.2	0.67	3.8
环氧七氯 A	17.5	18.0	19.1	18.9	18.3	18.5	16.5	0.89	4.9

2,4'-DDE	17.6	18.0	16.3	18.3	18.4	17.9	17.7	0.70	3.9
α -氯丹	16.9	18.0	19.5	19.4	18.4	19.3	17.3	1.05	5.7
γ -氯丹	18.4	19.1	18.7	20.0	18.4	19.3	18.3	0.62	3.3
反-九氯	17.9	17.5	17.1	17.3	17.8	18.4	14.8	1.16	6.7
4,4'-DDE	17.5	17.8	18.1	17.6	17.9	18.2	16.2	0.67	3.8
2,4'-DDD	17.5	18.0	19.1	18.9	18.3	18.5	16.5	0.89	4.9
狄氏剂	16.9	18.0	19.1	18.3	18.4	17.9	17.7	0.68	3.8
异狄氏剂	16.9	18.0	19.5	19.4	18.4	19.3	17.3	1.05	5.7
2,4'-DDT	19.2	18.9	19.6	18.3	17.9	17.6	18.5	0.71	3.8
4,4'-DDD	20.1	18.6	19.1	17.8	20.1	19.5	18.6	0.85	4.5
顺-九氯	18.9	19.3	19.5	18	20.4	20.2	20.4	0.89	4.6
4,4'-DDT	20.2	20.5	18.7	18	20.9	17.5	18.9	1.31	6.8
灭蚊灵	19.5	17.9	19.9	18	20	16.9	18.1	1.19	6.4

表 14 添加浓度(80.0 μ g/kg)—空白基体测定精密度 (单位: μ g/kg)

化合物名称	1	2	3	4	5	6	7	标准偏差	相对标准偏差 RSD(%)
α -六六六	79.5	78.3	78.5	78.9	79.6	77.5	78.2	0.75	1.0
六氯苯	76.5	77.5	76.9	75.9	76.6	75.2	79.2	1.28	1.7
γ -六六六	75.9	72.6	78.5	79.7	79.2	75.7	78.2	2.52	3.3
β -六六六	79.7	77.2	80.2	79.9	75.9	75.8	78.2	1.88	2.4
δ -六六六	79.9	74.9	79.2	79.9	79.7	76.9	76.7	1.99	2.6
硫丹 I	79.9	76.7	74.6	76.3	79.9	82.8	76.7	2.83	3.6
艾氏剂	74.1	76.7	75.2	79.8	79.9	81.4	79.8	2.78	3.6
硫丹 II	70.8	79.8	76.9	75.6	74.1	80.2	75.5	3.26	4.3
环氧七氯 B	79.6	75.5	79.5	75.0	79.8	81.3	79.1	2.36	3.0
环氧七氯 A	75.0	79.1	79.2	72.1	77.6	81.4	77.2	3.06	4.0
2,4'-DDE	72.1	77.2	80.1	74.0	75.0	76.4	73.9	2.63	3.5
α -氯丹	74.0	73.9	82.2	79.6	72.1	78.8	78.7	3.71	4.8
γ -氯丹	79.6	78.7	79.9	77.1	74.0	79.7	81.7	2.48	3.2
反-九氯	77.1	81.7	74.6	74.0	79.6	78.9	83.8	3.59	4.6
4,4'-DDE	74.0	83.8	82.1	78.5	77.1	78.9	75.2	3.52	4.5
2,4'-DDD	78.5	75.2	81.2	71.2	74.0	75.2	73.8	3.30	4.4
狄氏剂	71.2	73.8	76.9	77.1	78.5	75.7	77.5	2.52	3.3
异狄氏剂	70.0	77.5	78.4	74.0	71.2	75.8	75.2	3.10	4.2
2,4'-DDT	75.9	75.2	79.6	78.5	70.0	76.9	80.9	3.58	4.7
4,4'-DDD	75.9	80.9	80.2	79.5	75.9	82.8	80.9	2.62	3.3
顺-九氯	77.2	70.8	75.7	75.5	71.1	74.3	75.2	2.42	3.3
4,4'-DDT	74.9	76.1	75.8	79.1	71.2	78.2	76.9	2.57	3.4
灭蚊灵	72.4	76.9	75.7	77.5	74.8	79.9	81.2	3.00	3.9

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 2.0 μ g/kg、20.0 μ g/kg、80.0 μ g/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 15、表 16 和表 17。从表中看出, 平均加标回收率在 82.1%~112%之间, 从 2.0 μ g/kg~80.0 μ g/kg 浓度范围内的准确度没有显著性差异。

表 15 空白样品低浓度加标回收率

添加浓度：2.0µg/kg

化合物名称	1	2	3	4	5	6	7	平均值
α -六六六	76.0	87.5	88.0	91.0	95.5	91.0	105.5	90.6
六氯苯	82.0	84.5	91.0	107.5	89.5	81.0	86.5	88.9
γ -六六六	101.5	91.0	102.5	113.5	107.5	109.0	86.5	102
β -六六六	89.5	107.0	108.5	113.0	110.0	110.5	102.0	106
δ -六六六	118.5	108.0	104.0	103.5	121.5	111.0	103.0	110
硫丹 I	78.0	92.5	90.5	97.0	107.5	97.5	81.0	92.0
艾氏剂	97.5	91.5	74.5	88.5	98.0	90.5	103.5	92.0
硫丹 II	88.0	112.5	108.5	99.5	109.5	99.0	77.0	99.1
环氧七氯 B	82.0	83.5	74.5	78.0	83.0	101.5	72.5	82.1
环氧七氯 A	102.5	98.5	76.5	98.0	105.0	106.0	90.5	96.7
2,4'-DDE	91.5	90.0	106.0	89.5	93.0	92.0	81.5	91.9
α -氯丹	115.0	103.5	106.0	106.0	86.5	114.0	99.0	104
γ -氯丹	101.5	91.0	102.5	113.5	107.5	109.0	86.5	102
反-九氯	112.5	124.5	108.5	113.0	110.0	110.5	102.0	112
4,4'-DDE	118.5	108.0	104.0	103.5	121.5	111.0	103.0	110
2,4'-DDD	100.0	92.5	90.5	97.0	107.5	97.5	86.0	95.9
狄氏剂	81.5	98.0	102.5	88.0	105.5	110.5	108.0	99.1
异狄氏剂	78.0	82.0	73.0	78.0	99.0	101.5	89.5	85.9
2,4'-DDT	106.0	97.5	82.5	89.5	92.5	97.5	106.5	96.0
4,4'-DDD	100.0	103.0	106.5	92.5	89.5	96.0	99.5	98.1
顺-九氯	115.0	103.5	106.0	106.0	115.5	114.0	99.0	108
4,4'-DDT	101.5	91.0	102.5	113.5	107.5	109.0	86.5	102
灭蚁灵	112.5	81.5	108.5	113.0	110.0	110.5	102.0	105

表 16 空白样品中浓度加标回收率

添加浓度：20.0µg/kg

化合物名称	1	2	3	4	5	6	7	平均值
α -六六六	89.5	82.5	96.0	95.5	84.5	96.0	89.5	90.5
六氯苯	91.0	88.0	86.5	94.5	84.5	91.0	93.0	89.8
γ -六六六	102.0	102.5	108.5	106.0	102.5	103.0	91.5	102
β -六六六	84.5	86.0	84.5	81.5	87.5	82.5	98.0	86.4
δ -六六六	90.5	98.5	98.0	97.0	93.0	91.0	89.0	93.9
硫丹 I	91.0	94.5	81.0	96.0	91.0	92.0	88.5	90.6
艾氏剂	91.0	94.5	95.0	96.0	91.0	81.0	90.5	91.3
硫丹 II	89.5	87.5	85.5	86.5	89.0	92.0	74.0	86.3
环氧七氯 B	87.5	89.0	90.5	88.0	89.5	91.0	81.0	88.1
环氧七氯 A	87.5	90.0	95.5	94.5	91.5	92.5	82.5	90.6
2,4'-DDE	88.0	90.0	81.5	91.5	92.0	89.5	88.5	88.7
α -氯丹	84.5	90.0	97.5	97.0	92.0	96.5	86.5	92.0
γ -氯丹	92.0	95.5	93.5	100.0	92.0	96.5	91.5	94.4
反-九氯	89.5	87.5	85.5	86.5	89.0	92.0	74.0	86.3
4,4'-DDE	87.5	89.0	90.5	88.0	89.5	91.0	81.0	88.1
2,4'-DDD	87.5	90.0	95.5	94.5	91.5	92.5	82.5	90.6
狄氏剂	84.5	90.0	95.5	91.5	92.0	89.5	88.5	90.2
异狄氏剂	84.5	90.0	97.5	97.0	92.0	96.5	86.5	92.0
2,4'-DDT	96.0	94.5	98.0	91.5	89.5	88.0	92.5	92.9

4,4'-DDD	100.5	93.0	95.5	89.0	100.5	97.5	93.0	95.6
顺-九氯	94.5	96.5	97.5	90.0	102.0	101.0	102.0	97.6
4,4'-DDT	101.0	102.5	93.5	90.0	104.5	87.5	94.5	96.2
灭蚁灵	97.5	89.5	99.5	90.0	100.0	84.5	90.5	93.1

表 17 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
α-六六六	99.4	97.9	98.1	98.6	99.5	96.9	97.8	98.3
六氯苯	95.6	96.9	96.1	94.9	95.8	94.0	99.0	96.0
γ-六六六	94.9	90.8	98.1	99.6	99.0	94.6	97.8	96.4
β-六六六	99.6	96.5	100.3	99.9	94.9	94.8	97.8	97.7
δ-六六六	99.9	93.6	99.0	99.9	99.6	96.1	95.9	97.7
硫丹 I	99.9	95.9	93.3	95.4	99.9	103.5	95.9	97.7
艾氏剂	92.6	95.9	94.0	99.8	99.9	101.8	99.8	97.7
硫丹 II	88.5	99.8	96.1	94.5	92.6	100.3	94.4	95.2
环氧七氯 B	99.5	94.4	99.4	93.8	99.8	101.6	98.9	98.2
环氧七氯 A	93.8	98.9	99.0	90.1	97.0	101.8	96.5	96.7
2,4'-DDE	90.1	96.5	100.1	92.5	93.8	95.5	92.4	94.4
α-氯丹	92.5	92.4	102.8	99.5	90.1	98.5	98.4	96.3
γ-氯丹	99.5	98.4	99.9	96.4	92.5	99.6	102.1	98.3
反-九氯	96.4	102.1	93.3	92.5	99.5	98.6	104.8	98.2
4,4'-DDE	92.5	104.8	102.6	98.1	96.4	98.6	94.0	98.1
2,4'-DDD	98.1	94.0	101.5	89.0	92.5	94.0	92.3	94.5
狄氏剂	89.0	92.3	96.1	96.4	98.1	94.6	96.9	94.8
异狄氏剂	87.5	96.9	98.0	92.5	89.0	94.8	94.0	93.2
2,4'-DDT	94.9	94.0	99.5	98.1	87.5	96.1	101.1	95.9
4,4'-DDD	94.9	101.1	100.3	99.4	94.9	103.5	101.1	99.3
顺-九氯	96.5	88.5	94.6	94.4	88.9	92.9	94.0	92.8
4,4'-DDT	93.6	95.1	94.8	98.9	89.0	97.8	96.1	95.0
灭蚁灵	90.5	96.1	94.6	96.9	93.5	99.9	101.5	96.1

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 18。

表 18 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	粘土成分为 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 19～表 22。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 2.0μg/kg～80.0μg/kg 平均加标回收率在 73.2%～106%，精密度在 2.9%～10.2%之间；砂土加标 2.0μg/kg～80.0μg/kg 平均加标回收率在 61.2%～106%，精密度在 0.5%～9.0%之间；砂质壤土加标 2.0μg/kg～80.0μg/kg 平均加标回收率在 56.8%～107%，精

密度在 1.9%~13.6%之间；粘壤土加标 2.0μg/kg~80.0μg/kg 平均加标回收率在 48.3%~116%，精密度在 0.7%~13.3%之间。

从分析结果可见，四种不同性质土壤基体加标 2.0μg/kg~80.0μg/kg 平均加标回收率在 48.3%~116%，变异系数在 0.5%~13.3%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 19 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	相对标准偏差 (%)	回收率	相对标准偏差 (%)	回收率	相对标准偏差 (%)
α-六六六	73.6	5.1	80.5	4.6	88.6	2.3
六氯苯	73.2	4.7	79.6	3.2	90.5	3.1
γ-六六六	85.2	4.1	89.6	5.1	95.3	2.6
β-六六六	84.7	5.6	88.4	4.3	93.6	2.2
δ-六六六	86.1	3.1	89.2	5.2	96.5	2.5
硫丹 I	84.3	5.2	87.9	4.1	95.6	1.6
艾氏剂	85.4	3.1	92.8	5.3	96.3	1.9
硫丹 II	86.7	6.4	90.4	3.6	84.5	2.5
环氧七氯 B	87.4	6.7	99.5	2.9	95.3	3.2
环氧七氯 A	88.4	6.3	92.9	4.2	95.6	3.6
2,4'-DDE	88.9	5.3	89.6	4.8	94.5	4.2
α-氯丹	92.5	7.2	96.3	5.3	96.3	2.3
γ-氯丹	93.2	6.3	95.6	5.2	98.7	2.9
反-九氯	94.1	10.2	97.8	5.1	97.5	3.4
4,4'-DDE	91.8	8.5	95.6	5.6	105	2.6
2,4'-DDD	93.3	7.5	94.5	4.9	106	3.4
狄氏剂	83.6	7.9	96.3	6.2	99.8	3.6
异狄氏剂	96.5	8.2	99.5	4.3	104	2.6
2,4'-DDT	87.6	7.5	92.3	3.4	97.6	2.9
4,4'-DDD	88.5	6.3	95.4	3.8	103	3.1
顺-九氯	87.6	7.5	96.3	3.9	101	3.5
4,4'-DDT	90.2	7.7	95.4	4.2	106	2.6
灭蚁灵	91.5	8.1	94.3	4.3	99.6	3.1

表 20 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	相对标准偏差 (%)	回收率	相对标准偏差 (%)	回收率	相对标准偏差 (%)
α-六六六	61.2	8.1	77.1	5.4	78.6	3.2
六氯苯	72.3	6.7	73.6	6.5	80.5	1.6
γ-六六六	75.2	5.1	90.7	2.5	85.3	3.5
β-六六六	84.7	5.6	89.1	5.3	83.6	2.9
δ-六六六	66.8	7.7	89.3	6.3	94.5	0.6
硫丹 I	67.2	8.3	89.8	3.4	93.6	5.3
艾氏剂	73.7	7.0	90.5	3.9	95.2	6.3
硫丹 II	75.4	8.2	89.1	3.8	94.6	3.4
环氧七氯 B	77.3	7.3	91.2	3.5	89.6	3.9
环氧七氯 A	77.0	8.1	90.5	4.0	94.6	3.8
2,4'-DDE	76.7	8.2	91.9	5.1	97.6	3.5
α-氯丹	76.5	8.3	89.6	4.3	96.3	4.0

γ-氯丹	78.8	7.9	91.6	3.9	98.2	5.1
反-九氯	77.2	8.1	91.4	3.8	96.6	4.3
4,4'-DDE	79.6	8.1	91.4	3.6	98.6	3.9
2,4'-DDD	77.9	7.9	92.7	3.8	101	3.8
狄氏剂	80.9	8.3	87.1	3.0	98.7	3.6
异狄氏剂	80.4	8.7	91.5	4.0	106	2.6
2,4'-DDT	81.4	8.7	96.3	3.4	98.6	3.1
4,4'-DDD	81.7	9.0	96.5	3.8	101	0.5
顺-九氯	77.3	8.5	89.2	4.2	100	3.6
4,4'-DDT	68.8	7.7	94.2	5.2	99.6	2.2
灭蚁灵	81.6	8.1	96.3	6.3	97.9	4.9

表 21 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	相对标准偏差 (%)	回收率	相对标准偏差 (%)	回收率	相对标准偏差 (%)
α-六六六	59.6	10.2	75.0	3.6	85.3	2.9
六氯苯	75.6	9.6	71.5	5.6	86.3	4.3
γ-六六六	74.2	10.3	88.6	6.9	84.3	3.2
β-六六六	74.7	9.5	87.0	7.8	93.6	2.6
δ-六六六	66.8	8.7	87.2	6.9	85.6	2.6
硫丹 I	56.8	7.6	87.7	8.5	90.2	5.0
艾氏剂	69.3	9.6	88.4	9.3	82.5	6.0
硫丹 II	58.6	10.2	87.0	8.7	82.6	3.1
环氧七氯 B	66.3	12.1	89.1	9.6	104	3.6
环氧七氯 A	66.3	13.6	88.4	5.6	93.1	3.5
2,4'-DDE	68.6	8.5	89.8	3.6	86.7	3.2
α-氯丹	74.7	6.9	87.5	4.4	95.6	3.7
γ-氯丹	74.6	4.6	89.5	5.9	96.2	4.8
反-九氯	73.3	9.5	89.3	6.7	103	4.0
4,4'-DDE	72.0	5.7	89.3	3.1	85.5	3.6
2,4'-DDD	72.9	6.9	90.6	11.2	104	3.5
狄氏剂	72.9	5.9	85.0	7.9	107	3.3
异狄氏剂	73.3	10.6	89.4	2.6	93.0	2.3
2,4'-DDT	72.2	11.5	94.2	4.0	97.5	2.8
4,4'-DDD	71.7	9.7	94.4	7.9	97.6	4.6
顺-九氯	72.1	10.5	87.1	2.8	105	3.3
4,4'-DDT	69.2	10.3	92.1	3.5	89.8	3.9
灭蚁灵	66.6	13.6	94.2	1.9	99.6	4.6

表 22 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	相对标准偏差 (%)	回收率	相对标准偏差 (%)	回收率	相对标准偏差 (%)
α-六六六	50.6	8.1	77.0	4.3	90.9	1.5
六氯苯	63.6	7.5	73.5	6.7	92.1	3.3
γ-六六六	62.4	8.2	90.6	8.2	89.7	1.9
β-六六六	62.8	7.4	89.0	9.3	100.6	1.1
δ-六六六	56.4	6.6	89.2	8.2	91.3	1.0
硫丹 I	48.3	5.5	89.7	10.1	96.6	4.4
艾氏剂	58.4	7.5	90.4	11.1	87.6	5.7
硫丹 II	49.7	8.1	89.0	10.4	87.7	1.8

环氧七氯 B	56.0	10	91.1	11.4	113	2.5
环氧七氯 A	56.0	11.5	90.4	6.7	100.0	2.3
2,4'-DDE	57.9	6.4	91.8	4.3	92.5	1.9
α -氯丹	62.8	4.8	89.5	5.2	103.0	2.6
γ -氯丹	62.8	2.5	91.5	7.0	103.7	4.1
反-九氯	61.7	7.4	91.3	8.0	112	3.0
4,4'-DDE	60.6	3.6	91.3	3.7	91.1	2.5
2,4'-DDD	61.4	4.8	92.6	13.4	113	2.3
狄氏剂	61.4	3.8	87.0	9.4	116	2.0
异狄氏剂	61.7	8.5	91.4	3.1	99.9	0.7
2,4'-DDT	60.8	9.4	96.2	4.8	105.2	1.4
4,4'-DDD	60.4	7.6	96.4	9.4	105.3	3.8
顺-九氯	60.7	8.4	89.1	3.3	114	2.0
4,4'-DDT	58.4	8.2	94.1	4.2	96.2	2.8
灭蚊灵	56.2	11.5	96.2	2.3	107.6	3.8

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 20.0 $\mu\text{g/kg}$ 浓度的加标实验，进行适用性检验。结果见表 23。

在表 23 的测定结果中，5 个不同流域的沉积物样品中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 52%~119%。由此可见，本方法对不同流域沉积物样品适用性均良好。

表 23 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	
	加标回收率	相对标准偏差 (%)	加标回收率	相对标准偏差 (%)	加标回收率	相对标准偏差 (%)	加标回收率	相对标准偏差 (%)	加标回收率	相对标准偏差 (%)
α -六六六	61	1.2	69	2	71	2	62	48.6	69	5.5
六氯苯	65	3.6	80	0.3	67	5.8	88	3.2	72	5.2
γ -六六六	77	4.3	85	2.8	81	1.8	91	8.4	81	6.8
β -六六六	88	2.8	94	2.1	96	2.9	102	3.5	108	2.7
δ -六六六	77	2.1	87	1.4	77	2.7	93	7.7	99	3.6
硫丹 I	70	2.4	81	0.6	77	4.5	73	28.4	86	8.8
艾氏剂	72	1.4	58	17.4	73	24.4	79	5.4	52	13.4
硫丹 II	83	2.5	95	3.5	79	0.6	96	9.3	119	11.7
环氧七氯 B	80	0.7	99	2.5	77	1.5	120	13.7	110	5.1
环氧七氯 A	82	0.8	97	1.5	75	1.8	118	17.8	109	5.9
2,4'-DDE	85	3.1	100	4.8	97	3.9	103	3.9	98	14.3
α -氯丹	80	1.2	84	2.8	74	1	90	1.9	96	1.5
γ -氯丹	80	0.9	87	2.5	82	0.7	100	2.6	86	1.3
反-九氯	79	1.7	85	0.3	74	3.3	90	4	87	3.7
4,4'-DDE	89	3.8	99	2.8	87	5.2	89	2.3	98	4.5
2,4'-DDD	86	5.4	101	8.8	86	1.5	114	5	97	2.6
狄氏剂	81	3.7	90	1.5	79	3.3	89	0.9	92	2.3
异狄氏剂	80	1.3	86	6.1	69	2	79	2.1	89	5.6
2,4'-DDT	80	3.1	91	5.6	104	22.9	59	17.3	101	12.7

4,4'-DDD	88	2.1	87	4.5	74	3.3	82	2.2	91	1.1
顺-九氯	92	1.9	89	5.1	82	3.1	79	4.2	93	3.4
4,4'-DDT	95	4.4	92	19.9	97	2.2	56	14.4	96	2.4
灭蚁灵	86	6.9	76	7.9	58	2.1	63	8.9	94	5.3

5.9.3 标准样品的方法适用性检验

称取 6 份含 OCPs 的有证标样土壤各 5 g，按样品处理方法进行处理和测定，测得各组分浓度全部在证书值浓度范围之内，证明该方法可以用以检测 OCPs 的残留，具有推广可行性。结果如表 24 所示。

表 24 有证标样检测结果

单位：μg/kg

化合物名称	样品测定浓度	标准浓度范围
α-六六六	299	152~851
γ-六六六	777	386~1913
β-六六六	505	115~1101
δ-六六六	692	246~1519
七氯	1369	741~3283
艾氏剂	997	581~2508
环氧七氯 B	378	197~806
γ-氯丹	275	142~593
α-氯丹	313	159~684
4, 4' -DDE	921	419~1717
狄氏剂	539	222~1052
异狄氏剂	676	324~1194
4, 4' -DDD	369	361~1607
4, 4' -DDT	489	148~998

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 (μg/kg)，按照公式 (1) 进行计算。

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

式中： ω_1 ——样品中的目标物含量，μg/kg；

ρ ——由校准曲线计算所得多氯联苯的质量浓度，μg/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 (μg/kg)，按照公式 (2) 进行计算。

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

式中： ω_2 ——样品中的目标物含量，μg/kg；

ρ_{IS} ——由校准曲线计算所得多氯联苯的质量浓度，μg/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 25~表 27。

表25 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26 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27 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：分别测定有机氯农药浓度分别为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 $MDL = S \times 3.143$ 。

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 家实验室测定有机氯农药浓度为 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。选取土壤有机氯有证标准样品进行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

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 Cleanup 净化硫

附件一

方法验证报告

方法名称：土壤 沉积物 有机氯农药的测定 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 12 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 有机氯农药的测定 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

仪器名称	规格型号	仪器编号	性能状况	验证单位
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 有机氯农药测定 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					
α-六六六	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	0.20	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	0.20	0.17	0.22	0.18	0.18	0.21	0.19	0.020	3.143	0.06	0.25
六氯苯	1	0.23	0.21	0.21	0.21	0.23	0.23	0.20	0.22	0.013	3.143	0.04	0.16
	2	0.18	0.16	0.20	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	0.20	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	0.20	0.19	0.023	3.143	0.07	0.29
	6	0.18	0.22	0.18	0.17	0.21	0.18	0.20	0.19	0.019	3.143	0.06	0.23
γ-六六六	1	0.20	0.18	0.20	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	0.20	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	0.20	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	0.20	0.20	0.20	0.011	3.143	0.03	0.14
β -六六六	1	0.22	0.21	0.21	0.22	0.22	0.22	0.20	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	0.20	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
δ -六六六	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	0.20	0.23	0.19	0.21	0.22	0.20	0.22	0.21	0.014	3.143	0.04	0.18
	3	0.18	0.23	0.21	0.21	0.20	0.23	0.22	0.21	0.018	3.143	0.06	0.22
	4	0.22	0.20	0.19	0.21	0.21	0.22	0.21	0.21	0.011	3.143	0.03	0.13
	5	0.19	0.20	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
硫丹 I	1	0.20	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
艾氏剂	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	0.20	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
硫丹 II	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	0.013	3.143	0.04	0.17
	3	0.19	0.19	0.21	0.22	0.21	0.19	0.22	0.20	0.014	3.143	0.04	0.18
	4	0.23	0.20	0.21	0.21	0.19	0.21	0.20	0.21	0.013	3.143	0.04	0.16
	5	0.22	0.23	0.22	0.21	0.21	0.21	0.21	0.22	0.008	3.143	0.02	0.10
	6	0.18	0.20	0.19	0.16	0.19	0.20	0.18	0.19	0.014	3.143	0.04	0.18
环氧七氯 B	1	0.18	0.19	0.20	0.18	0.20	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	0.008	3.143	0.02	0.10
	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	0.012	3.143	0.04	0.15
	5	0.19	0.18	0.16	0.18	0.17	0.20	0.18	0.18	0.013	3.143	0.04	0.16
	6	0.21	0.19	0.18	0.20	0.17	0.21	0.18	0.19	0.016	3.143	0.05	0.20
环氧七氯 A	1	0.21	0.21	0.20	0.21	0.22	0.20	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	0.12
	3	0.19	0.17	0.19	0.17	0.18	0.18	0.19	0.18	0.009	3.143	0.03	0.11
	4	0.20	0.17	0.19	0.20	0.16	0.19	0.21	0.19	0.018	3.143	0.06	0.22
	5	0.17	0.19	0.18	0.20	0.16	0.17	0.18	0.18	0.013	3.143	0.04	0.17
	6	0.18	0.19	0.21	0.17	0.17	0.18	0.16	0.18	0.016	3.143	0.05	0.21
2,4'-DD E	1	0.21	0.21	0.20	0.21	0.22	0.20	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	0.12
	3	0.19	0.17	0.19	0.17	0.18	0.18	0.19	0.18	0.009	3.143	0.03	0.11
	4	0.20	0.17	0.19	0.20	0.16	0.19	0.21	0.19	0.018	3.143	0.06	0.22
	5	0.17	0.19	0.18	0.20	0.16	0.17	0.18	0.18	0.013	3.143	0.04	0.17
	6	0.18	0.19	0.21	0.17	0.17	0.18	0.16	0.18	0.016	3.143	0.05	0.21
α -氯丹	1	0.20	0.18	0.19	0.20	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	0.011	3.143	0.03	0.13

	3	0.21	0.18	0.18	0.20	0.19	0.17	0.18	0.19	0.014	3.143	0.04	0.17
	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	0.013	3.143	0.04	0.16
	6	0.21	0.19	0.21	0.22	0.21	0.18	0.22	0.21	0.015	3.143	0.05	0.19
γ-氯丹	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	0.21	0.011	3.143	0.03	0.14
	3	0.22	0.19	0.20	0.22	0.21	0.22	0.20	0.21	0.012	3.143	0.04	0.15
	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	0.015	3.143	0.05	0.19
反-九氯	1	0.21	0.20	0.18	0.19	0.20	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	0.009	3.143	0.03	0.11
	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	0.011	3.143	0.03	0.13
	5	0.19	0.17	0.19	0.16	0.17	0.17	0.21	0.18	0.017	3.143	0.05	0.22
	6	0.19	0.17	0.17	0.19	0.16	0.18	0.18	0.18	0.011	3.143	0.03	0.14
4,4'-DD E	1	0.20	0.20	0.20	0.20	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	0.011	3.143	0.03	0.14
	3	0.17	0.19	0.19	0.17	0.18	0.17	0.18	0.18	0.009	3.143	0.03	0.11
	4	0.19	0.21	0.16	0.18	0.17	0.18	0.20	0.18	0.017	3.143	0.05	0.22
	5	0.17	0.18	0.18	0.17	0.21	0.17	0.19	0.18	0.015	3.143	0.05	0.18
	6	0.21	0.20	0.19	0.20	0.17	0.20	0.18	0.19	0.014	3.143	0.04	0.17
2,4'-DD D	1	0.22	0.22	0.20	0.22	0.24	0.23	0.20	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	0.011	3.143	0.04	0.14
	3	0.20	0.19	0.21	0.22	0.19	0.21	0.21	0.20	0.011	3.143	0.04	0.14
	4	0.22	0.19	0.18	0.20	0.23	0.19	0.19	0.20	0.018	3.143	0.06	0.23
	5	0.17	0.18	0.20	0.19	0.18	0.17	0.16	0.18	0.013	3.143	0.04	0.17
	6	0.21	0.19	0.22	0.22	0.20	0.22	0.22	0.21	0.012	3.143	0.04	0.15
狄氏剂	1	0.21	0.20	0.20	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	0.014	3.143	0.04	0.18
	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	0.011	3.143	0.03	0.14
	6	0.18	0.18	0.18	0.19	0.19	0.20	0.18	0.19	0.008	3.143	0.02	0.10
异狄氏 剂	1	0.19	0.22	0.18	0.21	0.23	0.17	0.22	0.20	0.023	3.143	0.07	0.29
	2	0.17	0.18	0.17	0.16	0.19	0.21	0.22	0.19	0.022	3.143	0.07	0.28
	3	0.23	0.22	0.21	0.22	0.24	0.23	0.19	0.22	0.016	3.143	0.05	0.21
	4	0.19	0.21	0.22	0.22	0.23	0.18	0.23	0.21	0.020	3.143	0.06	0.25
	5	0.19	0.18	0.21	0.23	0.21	0.22	0.24	0.21	0.021	3.143	0.07	0.27
	6	0.20	0.21	0.22	0.19	0.21	0.18	0.23	0.21	0.017	3.143	0.05	0.22
2,4'-DD T	1	0.19	0.21	0.17	0.16	0.23	0.22	0.17	0.19	0.028	3.143	0.09	0.35
	2	0.22	0.24	0.21	0.19	0.24	0.21	0.21	0.22	0.018	3.143	0.06	0.23
	3	0.17	0.19	0.21	0.22	0.23	0.24	0.25	0.22	0.028	3.143	0.09	0.35
	4	0.23	0.22	0.21	0.23	0.26	0.22	0.21	0.23	0.017	3.143	0.05	0.22
	5	0.21	0.24	0.20	0.23	0.22	0.22	0.21	0.22	0.013	3.143	0.04	0.17
	6	0.18	0.22	0.18	0.17	0.21	0.18	0.20	0.19	0.019	3.143	0.06	0.23
4,4'-DD D	1	0.20	0.18	0.20	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	0.20	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	0.20	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	0.20	0.20	0.20	0.011	3.143	0.03	0.14
顺-九氯	1	0.22	0.21	0.21	0.22	0.22	0.22	0.20	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	0.20	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	0.20	0.20	0.19	0.19	0.21	0.21	0.18	0.20	0.011	3.143	0.03	0.14
	6	0.22	0.21	0.24	0.22	0.21	0.19	0.21	0.21	0.015	3.143	0.05	0.19
4,4'-DD T	1	0.21	0.19	0.20	0.18	0.17	0.19	0.21	0.19	0.015	3.143	0.05	0.19
	2	0.18	0.17	0.19	0.19	0.18	0.21	0.22	0.19	0.018	3.143	0.06	0.22
	3	0.19	0.17	0.16	0.21	0.17	0.17	0.19	0.18	0.017	3.143	0.05	0.22
	4	0.17	0.19	0.16	0.17	0.19	0.18	0.16	0.17	0.013	3.143	0.04	0.16
	5	0.21	0.18	0.17	0.19	0.17	0.21	0.18	0.19	0.017	3.143	0.05	0.21
	6	0.17	0.19	0.16	0.18	0.16	0.18	0.17	0.17	0.011	3.143	0.03	0.14
灭蚁灵	1	0.17	0.20	0.17	0.22	0.18	0.18	0.21	0.19	0.020	3.143	0.06	0.25
	2	0.23	0.21	0.21	0.21	0.23	0.23	0.20	0.22	0.013	3.143	0.04	0.16
	3	0.18	0.16	0.20	0.17	0.19	0.21	0.17	0.18	0.018	3.143	0.06	0.23
	4	0.18	0.16	0.19	0.21	0.18	0.19	0.17	0.18	0.016	3.143	0.05	0.20
	5	0.20	0.19	0.21	0.18	0.19	0.17	0.18	0.19	0.013	3.143	0.04	0.17
	6	0.21	0.16	0.17	0.22	0.21	0.18	0.20	0.19	0.023	3.143	0.07	0.29

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 有机氯农药的测定 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 2.08%-10.1%。

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			
α-六六六	1	1.82	1.92	1.75	1.69	1.90	1.81	1.82	0.09	4.8
	2	2.08	2.35	2.03	2.21	2.17	1.93	2.13	0.15	6.9
	3	2.37	2.04	2.26	2.18	2.20	2.05	2.18	0.13	5.8
	4	1.93	2.14	2.23	2.09	1.88	2.18	2.08	0.14	6.8
	5	1.83	1.80	1.70	1.79	1.86	1.84	1.80	0.06	3.1
	6	1.51	1.63	1.48	1.71	1.52	1.39	1.54	0.11	7.4
六氯苯	1	1.86	1.68	2.04	1.96	1.82	1.74	1.85	0.13	7.3
	2	1.93	2.05	1.77	1.62	1.94	1.70	1.84	0.16	9.0
	3	1.81	1.95	1.75	1.63	1.74	1.66	1.76	0.11	6.5
	4	1.79	1.68	1.70	1.89	1.66	1.81	1.76	0.09	5.1
	5	2.30	2.07	2.12	2.12	2.31	2.28	2.20	0.11	4.9
	6	1.50	1.74	1.49	1.66	1.45	1.48	1.55	0.12	7.6
γ-六六六	1	1.42	1.49	1.57	1.64	1.72	1.43	1.55	0.12	7.8
	2	1.73	1.67	1.55	1.49	1.55	1.42	1.57	0.11	7.3
	3	2.03	1.82	2.05	2.27	2.15	2.18	2.08	0.16	7.5
	4	2.03	2.11	2.06	1.92	2.10	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
β-六六六	1	1.70	1.76	1.82	1.81	1.94	1.86	1.82	0.08	4.5
	2	1.65	1.73	1.97	1.65	1.86	1.70	1.76	0.13	7.3
	3	2.25	2.14	2.17	2.26	2.20	2.21	2.21	0.05	2.1
	4	2.14	1.81	2.08	1.92	1.86	1.82	1.94	0.14	7.2
	5	2.06	1.94	2.22	2.07	2.11	1.84	2.04	0.13	6.5
	6	1.92	2.04	1.68	1.84	2.07	1.82	1.90	0.15	7.7
δ-六六六	1	1.75	1.64	1.86	2.09	2.13	1.88	1.89	0.19	10.0
	2	1.80	1.86	1.96	1.72	1.80	2.04	1.86	0.12	6.3
	3	2.37	2.16	2.08	2.07	2.43	2.22	2.22	0.15	6.7
	4	1.84	1.72	1.95	2.11	1.87	1.73	1.87	0.15	7.8
	5	1.70	1.86	1.73	1.82	1.93	2.08	1.85	0.14	7.5
	6	1.91	1.80	1.64	1.85	1.71	1.97	1.81	0.12	6.8
硫丹I	1	2.04	1.93	1.85	2.06	2.21	1.82	1.99	0.15	7.4
	2	2.13	1.86	1.73	2.14	2.07	2.12	2.01	0.17	8.6

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	1.95	1.83	1.80	1.77	1.96	1.81	1.85	0.08	4.4
	4	1.82	1.69	1.71	1.92	1.82	1.97	1.82	0.11	6.1
	5	1.83	1.62	1.77	1.73	1.95	1.81	1.79	0.11	6.2
	6	1.87	1.79	2.01	1.74	2.08	1.82	1.89	0.13	7.0
	1	1.91	2.03	1.83	1.73	1.85	1.93	1.88	0.10	5.4
	2	1.69	1.90	1.74	1.82	1.77	1.89	1.80	0.08	4.6
艾氏剂	3	2.28	2.25	2.17	2.37	2.59	2.18	2.31	0.16	6.8
	4	2.37	2.04	2.26	2.18	2.20	2.05	2.18	0.13	5.8
	5	1.93	2.14	2.23	2.09	1.88	2.18	2.08	0.14	6.8
	6	2.03	2.11	2.06	1.92	2.10	2.04	2.04	0.07	3.3
	1	2.31	2.17	2.05	2.14	2.08	2.14	2.15	0.09	4.2
	2	1.98	1.86	1.63	1.88	2.03	1.75	1.86	0.15	7.9
硫丹 II	3	1.78	1.94	2.01	1.79	2.01	1.79	1.89	0.11	6.0
	4	1.64	1.95	1.71	1.89	2.12	1.69	1.83	0.19	10.1
	5	1.45	1.55	1.65	1.75	1.79	1.85	1.67	0.15	9.1
	6	1.65	1.75	1.69	1.85	1.81	1.96	1.79	0.11	6.3
	1	2.14	2.19	2.19	2.21	1.92	2.07	2.12	0.11	5.2
	2	2.03	2.17	2.05	1.96	2.19	2.06	2.08	0.09	4.2
.环氧七氯 B	3	2.18	2.05	2.10	2.03	2.21	2.04	2.10	0.08	3.7
	4	1.76	1.83	1.84	1.92	1.86	1.98	1.87	0.08	4.1
	5	1.92	1.74	1.80	2.01	1.76	1.96	1.87	0.11	6.1
	6	2.23	2.21	2.06	2.27	2.39	2.28	2.24	0.11	4.8
	1	1.73	1.84	2.08	1.79	1.88	1.69	1.84	0.14	7.6
	2	1.66	1.94	1.75	1.92	1.82	1.71	1.80	0.11	6.3
环氧七氯 A	3	2.10	1.75	1.89	1.94	2.03	1.64	1.89	0.17	9.1
	4	1.88	1.90	1.62	1.75	1.80	1.74	1.78	0.10	5.8
	5	1.74	1.90	1.63	1.74	1.72	2.07	1.80	0.16	8.8
	6	2.15	2.04	1.99	2.29	2.25	2.19	2.15	0.12	5.5
	1	2.07	1.76	2.13	1.85	1.76	2.04	1.94	0.16	8.5
	2	1.92	2.08	1.83	1.67	1.86	1.97	1.89	0.14	7.3
2,4'-DDE	3	1.82	1.75	2.08	1.92	2.15	1.86	1.93	0.16	8.0
	4	2.13	1.72	1.80	1.77	2.02	1.71	1.86	0.17	9.4
	5	2.28	2.16	2.31	1.94	2.05	2.16	2.15	0.14	6.5
	6	1.64	1.67	1.49	1.56	1.66	1.56	1.60	0.07	4.5
	1	1.67	1.75	1.62	1.77	1.60	1.84	1.71	0.09	5.5
	2	1.95	1.65	1.59	1.70	1.74	1.89	1.75	0.14	8.0
α-氯丹	3	1.93	1.58	1.79	1.65	1.75	2.02	1.79	0.17	9.3
	4	1.84	1.73	1.62	1.76	1.61	1.98	1.76	0.14	8.0
	5	1.97	1.65	2.18	1.84	1.79	2.06	1.92	0.19	10.1
	6	2.05	1.97	1.93	1.96	2.10	2.12	2.02	0.08	3.9
	1	2.06	2.12	1.73	1.84	1.91	1.76	1.90	0.16	8.3
	2	1.82	1.92	1.75	1.69	1.90	1.81	1.82	0.09	4.8
γ-氯丹	3	2.08	2.35	2.03	2.21	2.17	1.93	2.13	0.15	6.9
	4	2.37	2.04	2.26	2.18	2.20	2.05	2.18	0.13	5.8
	5	1.93	2.14	2.23	2.09	1.88	2.18	2.08	0.14	6.8
	6	1.83	1.80	1.70	1.79	1.86	1.84	1.80	0.06	3.1
	1	1.51	1.63	1.48	1.71	1.52	1.39	1.54	0.11	7.4
	2	1.86	1.68	2.04	1.96	1.82	1.74	1.85	0.13	7.3
反-九氯	3	1.93	2.05	1.77	1.62	1.94	1.70	1.84	0.16	9.0
	4	1.81	1.95	1.75	1.63	1.74	1.66	1.76	0.11	6.5
	5	1.79	1.68	1.70	1.89	1.66	1.81	1.76	0.09	5.1
	6	2.30	2.07	2.12	2.12	2.31	2.28	2.20	0.11	4.9
	1	1.50	1.74	1.49	1.66	1.45	1.48	1.55	0.12	7.6
	2	1.99	2.20	2.29	2.15	1.94	2.24	2.14	0.14	6.6
4,4'-DDE	3	1.89	1.86	1.76	1.85	1.92	1.90	1.86	0.06	3.0
	4	1.57	1.69	1.54	1.77	1.58	1.45	1.60	0.11	7.1
	5	1.92	1.74	2.10	2.02	1.88	1.80	1.91	0.13	7.0
	6	1.99	2.11	1.83	1.68	2.00	1.76	1.90	0.16	8.7
	1	1.87	2.01	1.81	1.69	1.80	1.72	1.82	0.11	6.3

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			
	2	1.85	1.74	1.76	1.95	1.72	1.87	1.82	0.09	4.9
	3	2.36	2.13	2.18	2.18	2.37	2.34	2.26	0.11	4.8
	4	1.56	1.80	1.55	1.72	1.51	1.54	1.61	0.12	7.3
	5	2.05	2.26	2.35	2.21	2.00	2.30	2.20	0.14	6.4
	6	1.95	1.92	1.82	1.91	1.98	1.96	1.92	0.06	3.0
狄氏剂	1	1.63	1.75	1.60	1.83	1.64	1.51	1.66	0.11	6.8
	2	1.98	1.80	2.16	2.08	1.94	1.86	1.97	0.13	6.8
	3	2.05	2.17	1.89	1.74	2.06	1.82	1.96	0.16	8.4
	4	1.93	2.07	1.87	1.75	1.86	1.78	1.88	0.11	6.1
	5	1.91	1.80	1.82	2.01	1.78	1.93	1.88	0.09	4.8
	6	2.42	2.19	2.24	2.24	2.43	2.40	2.32	0.11	4.7
异狄氏剂	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	1.60	1.84	1.71	0.09	5.5
	3	1.95	1.65	1.59	1.70	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
2,4'-DDT	1	2.05	1.97	1.93	1.96	2.10	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	1.90	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	2.20	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
4,4'-DDD	1	1.83	1.80	1.70	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	1.70	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	1.70	1.89	1.66	1.81	1.76	0.09	5.1
顺-九氯	1	2.30	2.07	2.12	2.12	2.31	2.28	2.20	0.11	4.9
	2	1.50	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
	4	1.73	1.67	1.55	1.49	1.55	1.42	1.57	0.11	7.3
	5	1.65	1.68	1.50	1.57	1.67	1.57	1.61	0.07	4.5
	6	1.68	1.76	1.63	1.78	1.61	1.85	1.72	0.09	5.5
4,4'-DDT	1	1.96	1.66	1.60	1.71	1.75	1.90	1.76	0.14	8.0
	2	1.94	1.59	1.80	1.66	1.76	2.03	1.80	0.17	9.3
	3	1.85	1.74	1.63	1.77	1.62	1.99	1.77	0.14	8.0
	4	1.98	1.66	2.19	1.85	1.80	2.07	1.93	0.19	10.1
	5	2.06	1.98	1.94	1.97	2.11	2.13	2.03	0.08	3.9
	6	2.07	2.13	1.74	1.85	1.92	1.77	1.91	0.16	8.3
灭蚁灵	1	1.83	1.93	1.76	1.70	1.91	1.82	1.83	0.09	4.8
	2	2.09	2.36	2.04	2.22	2.18	1.94	2.14	0.15	6.9
	3	2.38	2.05	2.27	2.19	2.21	2.06	2.20	0.13	5.8
	4	1.94	2.15	2.24	2.10	1.89	2.19	2.09	0.14	6.8
	5	1.84	1.81	1.71	1.80	1.87	1.85	1.81	0.06	3.1
	6	1.52	1.64	1.49	1.72	1.53	1.40	1.55	0.11	7.4

表 1-6 为 6 家实验室对《土壤 沉积物 有机氯农药的测定 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 1.53%-7.74%。

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			
α-六六六	1	19.3	18.4	18.6	20.1	18.8	18.2	18.9	0.70	3.70
	2	18.6	19.2	18.2	17.6	20.2	18.7	18.8	0.89	4.74
	3	18.3	18.7	19.6	18.3	17.3	19.0	18.5	0.78	4.19
	4	17.8	18.6	19.4	18.7	18.4	19.0	18.7	0.54	2.91
	5	18.0	17.6	17.2	17.4	17.9	18.5	17.8	0.47	2.64
	6	18.1	17.6	19.3	17.3	18.2	18.3	18.1	0.69	3.81
六氯苯	1	19.0	17.5	17.3	18.6	19.3	20.2	18.7	1.11	5.93
	2	19.1	17.5	19.3	18.3	17.3	20.4	18.7	1.18	6.34
	3	20.0	17.5	17.7	17.3	18.2	18.0	18.1	0.98	5.41
	4	20.1	17.4	18.3	17.3	17.7	17.7	18.1	1.05	5.81
	5	17.6	17.9	18.2	17.7	18.0	18.3	18.0	0.27	1.53
	6	18.6	16.3	18.0	18.3	17.7	18.3	17.9	0.83	4.63
γ-六六六	1	19.3	18.3	18.6	17.3	19.2	19.7	18.7	0.87	4.62
	2	18.6	18.4	18.5	17.7	17.3	20.6	18.5	1.14	6.17
	3	17.3	16.3	16.5	15.6	16.8	17.0	16.6	0.60	3.62
	4	20.2	19.9	20.3	17.9	19.9	19.9	19.7	0.89	4.54
	5	18.0	17.6	17.2	17.4	17.9	18.5	17.8	0.47	2.64
	6	18.1	17.6	19.3	17.3	18.2	18.3	18.1	0.69	3.81
β-六六六	1	19.0	17.5	17.3	18.6	19.3	20.2	18.7	1.11	5.93
	2	20.2	19.9	20.3	17.9	19.9	19.9	19.7	0.89	4.54
	3	17.6	18.1	19.2	19.0	18.4	18.6	18.5	0.59	3.19
	4	17.6	16.9	15.7	17.4	16.7	18.0	17.1	0.81	4.77
	5	16.6	17.8	16.2	18.6	16.8	15.0	16.8	1.26	7.47
	6	16.2	17.4	15.5	17.0	17.3	15.3	16.5	0.92	5.60
δ-六六六	1	18.0	15.6	16.8	15.9	16.6	14.3	16.2	1.25	7.74
	2	16.1	17.6	15.5	16.9	15.8	17.5	16.6	0.90	5.41
	3	17.7	18.1	19.2	18.4	18.5	18.0	18.3	0.52	2.84
	4	17.4	16.9	18.7	17.7	18.3	16.5	17.6	0.83	4.73
	5	16.6	17.4	15.5	17.2	17.0	16.2	16.7	0.71	4.27
	6	16.9	18.6	17.4	16.3	17.1	16.5	17.1	0.82	4.81
硫丹I	1	15.8	16.8	17.4	16.7	17.8	16.6	16.9	0.69	4.12
	2	18.3	16.5	17.9	16.4	17.7	19.2	17.7	1.08	6.10
	3	17.0	18.1	19.6	19.5	18.5	19.4	18.7	1.03	5.48
	4	17.7	19.2	18.7	18.5	17.9	19.5	18.6	0.71	3.80
	5	18.2	17.6	17.9	18.9	16.6	16.5	17.6	0.93	5.29
	6	18.7	17.5	18.3	19.2	17.6	18.1	18.2	0.65	3.57
艾氏剂	1	17.7	18.6	17.7	18.3	19.1	17.6	18.2	0.61	3.34
	2	18.1	19.3	17.5	18.9	17.7	18.3	18.3	0.69	3.79
	3	19.4	18.2	17.7	18.2	17.1	18.5	18.2	0.78	4.26
	4	18.2	18.7	19.6	20.2	18.8	19.2	19.1	0.71	3.73
	5	18.1	20.4	19.3	18.8	19.5	18.2	19.1	0.87	4.57
	6	17.4	18.7	19.0	19.8	17.7	18.9	18.6	0.89	4.79
硫丹II	1	17.9	18.3	18.0	17.4	17.2	18.9	18.0	0.62	3.44
	2	18.4	16.8	18.8	18.0	17.0	18.3	17.9	0.81	4.52
	3	18.9	17.2	16.5	16.4	17.6	18.7	17.6	1.07	6.10
	4	18.7	19.4	20.2	20.9	19.9	20.0	19.9	0.75	3.76
	5	18.2	18.7	17.8	18.4	16.6	17.5	17.9	0.76	4.22
	6	17.7	18.5	19.6	17.1	18.3	17.1	18.1	0.96	5.32
环氧七氯 B	1	19.0	17.5	19.2	18.9	18.2	18.5	18.6	0.63	3.40
	2	18.3	19.5	20.2	18.5	19.8	18.1	19.1	0.88	4.61
	3	18.7	18.0	19.7	18.8	17.7	18.2	18.5	0.72	3.86
	4	20.5	20.6	21.8	21.3	20.6	20.7	20.9	0.52	2.49
	5	17.4	18.4	18.5	17.7	18.0	19.0	18.2	0.58	3.21
	6	18.8	17.1	16.4	16.3	17.5	18.6	17.5	1.07	6.12
环氧七氯 A	1	18.6	19.3	20.1	20.8	19.8	19.9	19.8	0.74	3.77
	2	18.1	18.6	17.7	18.3	16.5	17.4	17.8	0.75	4.24
	3	17.6	18.4	19.5	17.0	18.2	17.0	18.0	0.96	5.34
	4	18.9	17.4	19.1	18.8	18.1	18.4	18.5	0.63	3.41
	5	18.2	19.4	20.1	18.4	19.7	18.0	19.0	0.88	4.63
	6	18.6	17.9	19.6	18.7	17.6	18.1	18.4	0.71	3.88
2,4'-DDE	1	20.4	20.5	21.7	21.2	20.5	20.6	20.8	0.52	2.49
	2	17.3	18.3	18.4	17.6	17.9	18.9	18.1	0.58	3.22

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	18.9	17.2	17.6	19.6	18.2	18.3	18.3	0.87	4.74
	4	17.7	18.5	17.6	18.9	20.1	19.1	18.7	0.94	5.03
	5	21.3	20.4	19.6	19.3	20.4	20.4	20.2	0.71	3.49
	6	19.4	18.6	19.8	20.3	19.7	19.6	19.6	0.56	2.87
α-氯丹	1	14.0	14.2	15.2	15.3	14.9	15.1	14.8	0.55	3.72
	2	14.8	15.8	14.4	16.2	15.7	15.1	15.3	0.68	4.44
	3	16.2	15.8	14.9	14.2	15.0	14.6	15.1	0.75	4.96
	4	15.6	14.9	15.1	13.8	15.4	14.6	14.9	0.64	4.33
	5	14.0	15.9	13.6	14.7	16.2	13.9	14.7	1.10	7.46
	6	18.5	19.1	17.6	18.0	18.4	17.2	18.1	0.68	3.75
γ-氯丹	1	18.1	19.7	19.6	19.4	18.6	18.2	18.9	0.72	3.80
	2	19.3	18.5	19.5	20.1	18.6	19.1	19.2	0.59	3.10
	3	18.6	17.5	18.9	19.4	17.8	18.8	18.5	0.72	3.87
	4	19.0	18.4	17.6	18.1	17.2	19.3	18.3	0.80	4.40
	5	17.5	18.3	18.7	19.6	18.7	17.6	18.4	0.78	4.27
	6	19.4	18.3	18.1	17.5	19.4	18.6	18.6	0.75	4.04
反-九氯	1	18.2	18.9	19.0	19.2	18.2	18.4	18.7	0.44	2.34
	2	20.4	18.7	18.2	19.2	18.6	19.7	19.1	0.81	4.23
	3	18.8	19.4	18.2	19.6	18.5	17.4	18.7	0.81	4.34
	4	18.5	17.6	18.9	19.0	17.6	18.8	18.4	0.64	3.49
	5	19.2	18.3	17.6	18.9	19.3	18.2	18.6	0.66	3.56
	6	18.7	17.4	18.0	19.1	19.4	19.4	18.7	0.81	4.36
4,4'-DDE	1	18.2	18.9	19.0	19.2	18.2	18.4	18.7	0.44	2.34
	2	16.6	17.2	16.0	15.7	18.2	17.3	16.8	0.92	5.48
	3	19.3	18.4	18.6	20.1	18.8	18.2	18.9	0.70	3.70
	4	18.6	19.2	18.2	17.6	20.2	18.7	18.8	0.89	4.74
	5	18.3	18.7	19.6	18.3	17.3	19.0	18.5	0.78	4.19
	6	17.8	18.6	19.4	18.7	18.4	19.0	18.7	0.54	2.91
2,4'-DDD	1	18.0	17.6	17.2	17.4	17.9	18.5	17.8	0.47	2.64
	2	18.1	17.6	19.3	17.3	18.2	18.3	18.1	0.69	3.81
	3	19.0	17.5	17.3	18.6	19.3	20.2	18.7	1.11	5.93
	4	19.1	17.5	19.3	18.3	17.3	20.4	18.7	1.18	6.34
	5	20.0	17.5	17.7	17.3	18.2	18.0	18.1	0.98	5.41
	6	20.1	17.4	18.3	17.3	17.7	17.7	18.1	1.05	5.81
狄氏剂	1	17.6	17.9	18.2	17.7	18.0	18.3	18.0	0.27	1.53
	2	18.6	16.3	18.0	18.3	17.7	18.3	17.9	0.83	4.63
	3	19.3	18.3	18.6	17.3	19.2	19.7	18.7	0.87	4.62
	4	18.6	18.4	18.5	17.7	17.3	20.6	18.5	1.14	6.17
	5	17.3	16.3	16.5	15.6	16.8	17.0	16.6	0.60	3.62
	6	20.2	19.9	20.3	17.9	19.9	19.9	19.7	0.89	4.54
异狄氏剂	1	17.6	18.1	19.2	19.0	18.4	18.6	18.5	0.59	3.19
	2	17.6	16.9	15.7	17.4	16.7	18.0	17.1	0.81	4.77
	3	16.6	17.8	16.2	18.6	16.8	15.0	16.8	1.26	7.47
	4	16.2	17.4	15.5	17.0	17.3	15.3	16.5	0.92	5.60
	5	18.0	15.6	16.8	15.9	16.6	14.3	16.2	1.25	7.74
	6	16.1	17.6	15.5	16.9	15.8	17.5	16.6	0.90	5.41
2,4'-DDT	1	17.7	18.1	19.2	18.4	18.5	18.0	18.3	0.52	2.84
	2	17.4	16.9	18.7	17.7	18.3	16.5	17.6	0.83	4.73
	3	16.6	17.4	15.5	17.2	17.0	16.2	16.7	0.71	4.27
	4	16.9	18.6	17.4	16.3	17.1	16.5	17.1	0.82	4.81
	5	15.8	16.8	17.4	16.7	17.8	16.6	16.9	0.69	4.12
	6	18.3	16.5	17.9	16.4	17.7	19.2	17.7	1.08	6.10
4,4'-DDD	1	17.0	18.1	19.6	19.5	18.5	19.4	18.7	1.03	5.48
	2	17.9	17.5	17.1	17.3	17.8	18.4	17.7	0.47	2.65
	3	18.0	17.5	19.2	17.2	18.1	18.2	18.0	0.69	3.82
	4	18.9	17.4	17.2	18.5	19.2	20.1	18.6	1.10	5.95
	5	19.0	17.4	19.2	18.2	17.2	20.3	18.6	1.18	6.36
	6	19.9	17.4	17.6	17.2	18.1	17.9	18.0	0.98	5.43
顺-九氯	1	20.0	17.3	18.2	17.2	17.6	17.6	18.0	1.05	5.83

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			
	2	17.5	17.8	18.1	17.6	17.9	18.2	17.9	0.27	1.53
	3	18.5	16.2	17.9	18.2	17.6	18.2	17.8	0.83	4.65
	4	19.2	18.2	18.5	17.2	19.1	19.6	18.6	0.86	4.64
	5	18.5	18.3	18.4	17.6	17.2	20.5	18.4	1.14	6.19
	6	17.2	16.2	16.4	15.5	16.7	16.9	16.5	0.60	3.63
	1	20.1	19.8	20.2	17.8	19.8	19.8	19.6	0.89	4.55
4,4'-DDT	2	17.5	18.0	19.1	18.9	18.3	18.5	18.4	0.59	3.20
	3	17.5	16.8	15.6	17.3	16.6	17.9	17.0	0.81	4.79
	4	17.7	18.9	17.9	18.3	18.7	17.4	18.2	0.59	3.23
	5	18.5	17.7	16.6	18.3	18.5	16.6	17.7	0.90	5.10
	6	18.9	19.8	20.3	20.1	19.3	19.3	19.6	0.54	2.75
	1	17.7	18.4	16.9	17.6	18.3	16.7	17.6	0.70	3.98
灭蚁灵	2	16.9	17.4	18.0	16.6	19.0	17.1	17.5	0.88	5.02
	3	18.3	17.5	17.7	18.1	17.4	18.0	17.8	0.36	2.00
	4	17.2	18.7	17.5	17.0	18.8	18.3	17.9	0.79	4.38
	5	16.9	17.9	16.7	17.6	16.9	17.8	17.3	0.53	3.04
	6	17.3	17.3	19.6	18.7	17.9	18.1	18.2	0.89	4.89

表 1-7 为 6 家实验室对《土壤和沉积物 有机氯农药的测定 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 0.47%-5.74%。

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			
α-六六六	1	82.0	82.8	82.8	81.3	82.8	82.6	82.4	0.62	0.75
	2	82.7	78.2	79.4	77.2	77.6	78.2	78.9	1.98	2.51
	3	82.0	79.3	77.9	79.4	80.3	79.6	79.7	1.33	1.67
	4	78.6	77.6	79.4	80.6	81.2	83.2	80.1	1.98	2.47
	5	80.0	81.7	82.3	78.9	77.6	77.6	79.7	1.98	2.48
	6	78.6	78.4	79.3	78.9	78.4	79.3	78.8	0.37	0.47
六氯苯	1	82.4	83.0	82.0	79.8	79.3	79.9	81.0	1.59	1.96
	2	78.6	81.4	82.3	79.4	81.5	81.0	80.7	1.39	1.72
	3	80.0	82.9	80.6	81.3	78.6	82.3	80.9	1.55	1.91
	4	82.7	82.3	81.3	82.2	81.5	81.0	81.8	0.67	0.82
	5	81.3	80.6	81.2	82.7	83.6	82.6	82.0	1.15	1.40
	6	79.6	80.3	79.4	80.5	82.3	77.5	79.9	1.55	1.94
γ-六六六	1	82.4	83.0	82.0	79.8	79.3	79.9	81.0	1.59	1.96
	2	77.6	78.2	77.9	78.2	79.5	80.4	78.6	1.04	1.32
	3	82.0	79.6	77.2	81.3	79.3	82.7	80.3	2.02	2.51
	4	83.3	83.4	83.0	83.4	81.7	82.4	82.8	0.69	0.83
	5	81.7	80.3	82.7	77.6	81.4	79.3	80.5	1.82	2.27
	6	73.9	75.9	78.8	72.2	75.4	76.0	75.4	2.22	2.95
β-六六六	1	74.2	75.2	76.2	74.2	77.3	76.2	75.6	1.24	1.64
	2	71.6	78.5	72.3	71.2	74.3	73.6	73.6	2.68	3.64
	3	74.2	76.6	75.9	74.3	72.3	74.5	74.6	1.50	2.01
	4	75.2	74.2	73.6	76.6	75.9	73.6	74.9	1.25	1.67
	5	75.9	75.6	74.2	76.2	74.9	75.2	75.3	0.73	0.96
	6	78.9	79.7	79.7	78.2	79.7	79.5	79.3	0.61	0.78
δ-六六六	1	79.6	75.2	76.3	74.2	74.6	75.2	75.9	1.97	2.60
	2	78.9	76.2	74.9	76.3	77.2	76.5	76.7	1.32	1.73
	3	75.6	74.6	76.3	77.5	78.1	80.1	77.0	1.96	2.55
	4	76.9	78.6	79.2	75.9	74.6	74.6	76.6	1.97	2.57
	5	75.6	75.4	76.2	75.9	75.4	76.2	75.8	0.37	0.49

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			
	6	79.3	79.9	78.9	76.7	76.2	76.8	78.0	1.58	2.03
硫丹I	1	75.6	78.3	79.2	76.3	78.4	77.9	77.6	1.38	1.77
	2	76.9	79.8	77.5	78.2	75.6	79.2	77.9	1.54	1.98
	3	79.6	79.2	78.2	79.1	78.4	77.9	78.7	0.66	0.84
	4	78.2	77.5	78.1	79.6	80.5	79.5	78.9	1.14	1.45
	5	76.5	77.2	76.3	77.4	79.2	74.5	76.9	1.54	2.01
	6	79.3	79.9	78.9	76.7	76.2	76.8	78.0	1.58	2.03
艾氏剂	1	74.6	75.2	74.9	75.2	76.4	77.3	75.6	1.03	1.37
	2	78.9	76.5	74.2	78.2	76.2	79.6	77.3	2.01	2.60
	3	80.2	80.3	79.9	80.3	78.6	79.3	79.8	0.69	0.86
	4	78.6	77.2	79.6	74.6	78.3	76.2	77.4	1.81	2.34
	5	80.7	81.3	80.3	80.0	81.6	79.4	80.5	0.83	1.03
	6	79.4	77.5	79.7	78.9	78.2	79.4	78.8	0.81	1.02
硫丹 II	1	80.5	80.7	81.3	83.3	77.6	78.9	80.4	1.94	2.41
	2	85.6	78.0	80.0	80.3	78.6	77.4	80.0	2.95	3.69
	3	81.7	82.6	77.6	82.2	79.3	78.9	80.4	2.03	2.52
	4	79.4	80.5	81.3	79.6	80.6	82.3	80.6	1.09	1.35
	5	78.6	79.3	79.5	78.9	80.7	80.0	79.5	0.73	0.92
	6	77.9	78.2	77.8	78.2	79.3	78.7	78.4	0.53	0.68
环氧七氯 B	1	82.0	82.7	78.0	79.4	80.0	83.0	80.8	2.00	2.48
	2	82.0	75.1	85.9	76.9	84.7	85.9	81.8	4.69	5.74
	3	83.3	83.3	83.0	82.0	82.3	83.6	82.9	0.64	0.77
	4	83.7	78.6	82.3	82.4	77.6	82.7	81.2	2.45	3.02
	5	83.3	83.2	83.0	85.4	83.5	82.6	83.5	0.99	1.18
	6	82.5	83.4	83.3	82.5	81.7	82.6	82.6	0.63	0.76
环氧七氯 A	1	83.4	83.5	83.5	83.0	83.9	82.7	83.3	0.43	0.51
	2	76.7	77.0	84.5	81.8	88.2	83.5	82.0	4.46	5.44
	3	78.9	83.4	80.0	76.9	78.6	77.2	79.2	2.34	2.96
	4	77.2	82.7	77.5	76.6	79.7	83.6	79.6	2.96	3.73
	5	83.3	78.2	79.4	84.3	82.3	79.3	81.1	2.49	3.06
	6	82.9	77.6	79.4	83.2	77.2	75.9	79.4	3.04	3.83
2,4'-DDE	1	83.2	85.3	82.3	80.0	77.2	84.8	82.1	3.06	3.73
	2	79.2	82.7	87.5	84.8	78.9	78.9	82.0	3.61	4.41
	3	84.3	84.7	83.0	83.6	80.0	77.5	82.2	2.82	3.43
	4	78.6	77.9	80.7	82.0	78.9	85.3	80.6	2.74	3.40
	5	80.0	80.5	81.9	75.6	79.7	77.2	79.1	2.28	2.89
	6	77.6	87.3	86.3	82.5	84.3	82.4	83.4	3.45	4.14
α-氯丹	1	78.1	79.3	78.2	82.3	83.2	77.9	79.8	2.30	2.88
	2	77.6	78.9	72.6	82.2	74.2	72.3	76.3	3.93	5.16
	3	80.2	80.3	79.9	75.6	80.2	76.3	78.8	2.18	2.77
	4	81.2	78.6	79.5	81.4	82.3	79.3	80.4	1.45	1.80
	5	72.4	71.2	75.7	77.5	74.8	70.9	73.8	2.66	3.61
	6	75.4	71.6	72.3	79.6	75.6	74.2	74.8	2.86	3.82
γ-氯丹	1	76.3	74.5	76.3	74.6	76.9	72.3	75.2	1.71	2.27
	2	77.4	79.6	74.2	71.6	75.6	74.5	75.5	2.77	3.67
	3	80.5	80.2	80.6	79.9	78.6	80.3	80.0	0.74	0.92
	4	79.6	81.2	80.2	79.9	79.6	80.2	80.1	0.59	0.74
	5	72.7	70.0	77.3	75.2	79.0	82.0	76.0	4.34	5.71
	6	80.2	79.6	74.2	78.6	81.2	80.2	79.0	2.50	3.17
反-九氯	1	80.2	79.9	80.3	81.2	79.6	79.7	80.2	0.58	0.73
	2	78.2	78.9	79.2	80.1	79.2	80.2	79.3	0.75	0.95
	3	80.2	81.6	79.8	80.3	79.6	81.2	80.5	0.79	0.98
	4	79.3	79.9	80.8	81.2	80.6	80.1	80.3	0.69	0.85
	5	78.3	75.9	81.5	80.9	80.7	73.6	78.5	3.18	4.05
	6	80.2	78.9	76.9	80.1	81.2	80.2	79.6	1.50	1.89
4,4'-DDE	1	79.9	80.2	81.6	82.4	79.9	79.4	80.6	1.17	1.45
	2	80.2	81.5	80.6	79.2	74.9	79.8	79.4	2.32	2.92
	3	81.4	83.6	79.6	81.4	79.8	81.5	81.2	1.45	1.78
	4	80.5	82.6	81.6	78.5	79.2	80.2	80.4	1.51	1.88

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			
2,4'-DDD	5	78.6	75.9	81.4	80.9	80.5	73.2	78.4	3.26	4.15
	6	79.2	78.2	77.6	77.4	78.2	78.3	78.2	0.63	0.81
	1	80.2	79.5	77.9	79.2	79.2	79.2	79.2	0.75	0.94
	2	81.2	81.3	80.4	79.4	79.9	78.4	80.1	1.11	1.39
	3	80.2	81.6	79.4	78.8	79.2	79.7	79.8	0.99	1.24
	4	82.3	79.4	76.8	78.9	79.4	81.2	79.7	1.91	2.40
狄氏剂	5	79.4	80.5	81.6	82.4	78.6	82.6	80.8	1.62	2.00
	6	82.4	83.3	84.3	79.4	82.6	77.6	81.6	2.54	3.12
	1	83.3	82.7	82.9	77.6	78.3	82.9	81.3	2.57	3.16
	2	82.8	77.6	78.4	82.7	77.2	85.2	80.7	3.31	4.11
	3	78.7	81.6	79.5	76.8	76.2	74.2	77.8	2.61	3.35
	4	83.3	79.4	87.3	78.4	79.4	77.9	80.9	3.64	4.50
异狄氏剂	5	82.6	77.6	80.9	83.6	80.0	77.2	80.3	2.56	3.19
	6	80.7	82.0	75.6	85.3	77.2	75.3	79.4	3.96	4.99
	1	83.3	83.4	83.0	78.6	83.3	79.4	81.8	2.20	2.69
	2	84.3	81.7	82.6	84.5	85.4	82.4	83.5	1.46	1.75
	3	75.4	74.2	78.7	80.6	77.8	73.9	76.8	2.68	3.49
	4	78.4	74.6	75.3	82.7	78.6	77.2	77.8	2.88	3.70
2,4'-DDT	5	79.4	77.5	79.4	77.6	80.0	75.3	78.2	1.72	2.20
	6	80.5	82.7	77.2	74.6	78.6	77.5	78.5	2.79	3.55
	1	83.6	83.3	83.7	83.0	81.7	83.4	83.1	0.74	0.89
	2	82.7	84.3	83.3	83.0	82.7	83.3	83.2	0.60	0.72
	3	75.7	73.0	80.4	78.2	82.1	85.1	79.1	4.37	5.53
	4	83.3	82.7	77.2	81.7	84.3	83.3	82.1	2.52	3.07
4,4'-DDD	5	83.3	83.0	83.4	84.3	82.7	82.8	83.2	0.59	0.70
	6	81.3	82.0	82.3	83.2	82.3	83.3	82.4	0.76	0.92
	1	83.3	84.7	82.9	83.4	82.7	84.3	83.5	0.79	0.95
	2	82.4	83.0	83.9	84.3	83.7	83.2	83.4	0.69	0.83
	3	81.4	78.9	84.6	84.0	83.8	76.6	81.6	3.20	3.92
	4	83.3	82.0	80.0	83.2	84.3	83.3	82.7	1.51	1.83
顺-九氯	5	83.0	83.3	84.7	85.5	83.0	82.5	83.6	1.18	1.41
	6	83.3	84.6	83.7	82.3	77.9	82.9	82.4	2.34	2.83
	1	84.5	86.7	82.7	84.5	82.9	84.6	84.3	1.46	1.73
	2	80.5	80.2	80.6	79.9	78.6	80.3	80.0	0.74	0.92
	3	79.6	81.2	80.2	79.9	79.6	80.2	80.1	0.59	0.74
	4	72.7	70.0	77.3	75.2	79.0	82.0	76.0	4.34	5.71
4,4'-DDT	5	80.2	79.6	74.2	78.6	81.2	80.2	79.0	2.50	3.17
	6	80.2	79.9	80.3	81.2	79.6	79.7	80.2	0.58	0.73
	1	78.2	78.9	79.2	80.1	79.2	80.2	79.3	0.75	0.95
	2	80.2	81.6	79.8	80.3	79.6	81.2	80.5	0.79	0.98
	3	79.3	79.9	80.8	81.2	80.6	80.1	80.3	0.69	0.85
	4	78.3	75.9	81.5	80.9	80.7	73.6	78.5	3.18	4.05
灭蚁灵	5	80.2	78.9	76.9	80.1	81.2	80.2	79.6	1.50	1.89
	6	79.9	80.2	81.6	82.4	79.9	79.4	80.6	1.17	1.45
	1	80.2	81.5	80.6	79.2	74.9	79.8	79.4	2.32	2.92
	2	81.4	83.6	79.6	81.4	79.8	81.5	81.2	1.45	1.78
	3	80.5	82.6	81.6	78.5	79.2	80.2	80.4	1.51	1.88
	4	78.6	75.9	81.4	80.9	80.5	73.2	78.4	3.26	4.15
	5	79.2	78.2	77.6	77.4	78.2	78.3	78.2	0.63	0.81
	6	80.2	79.5	77.9	79.2	79.2	79.2	79.2	0.75	0.94

表 1-8、1-9 为 6 家实验室对《土壤 沉积物 有机氯农药的测定 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 3.72%~12.8%、太湖沉积物样品实验室间相对标准偏差为 2.90%~9.88%。

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			
α-六六六	1	15.6	18.0	18.6	17.2	16.0	15.1	16.7	1.41	8.43
	2	14.4	16.4	17.6	14.0	17.0	15.3	15.8	1.46	9.28
	3	17.3	16.3	15.0	17.8	15.9	14.5	16.1	1.27	7.89
	4	15.1	17.3	16.0	17.9	16.4	16.6	16.5	0.98	5.95
	5	14.3	16.2	14.6	15.0	17.6	15.3	15.5	1.23	7.96
	6	13.8	16.9	17.5	15.9	17.1	15.1	16.0	1.40	8.71
六氯苯	1	16.3	17.9	18.8	17.2	16.1	18.6	17.5	1.15	6.56
	2	18.5	16.4	17.3	19.1	16.2	18.6	17.7	1.23	6.97
	3	20.1	16.4	18.5	19.3	17.8	18.8	18.5	1.28	6.93
	4	18.5	17.4	16.9	16.4	18.5	16.7	17.4	0.92	5.30
	5	17.4	16.1	18.4	17.8	16.3	16.7	17.1	0.90	5.27
	6	15.6	16.2	17.1	16.1	14.7	16.7	16.1	0.83	5.18
γ-六六六	1	16.7	18.8	15.1	16.6	16.1	17.4	16.8	1.24	7.41
	2	17.5	15.9	19.1	15.4	19.5	18.5	17.7	1.71	9.70
	3	17.1	18.3	18.0	15.9	17.3	16.5	17.2	0.91	5.29
	4	18.6	17.3	19.4	18.5	18.2	17.2	18.2	0.85	4.67
	5	17.1	18.2	17.9	16.0	17.3	16.6	17.2	0.81	4.73
	6	18.5	17.3	19.2	18.4	18.1	17.2	18.1	0.76	4.21
β-六六六	1	19.3	17.4	18.5	19.6	18.7	19.3	18.8	0.80	4.26
	2	17.2	18.8	18.4	19.1	17.5	16.6	17.9	0.98	5.48
	3	18.4	19.0	17.5	18.9	20.3	17.3	18.6	1.10	5.94
	4	18.7	16.5	18.4	19.2	17.8	18.6	18.2	0.95	5.21
	5	17.3	15.8	19.6	15.2	16.8	18.3	17.2	1.62	9.43
	6	18.1	17.7	16.5	18.4	17.0	21.2	18.2	1.65	9.09
δ-六六六	1	18.3	16.6	18.2	16.9	18.5	17.5	17.7	0.79	4.48
	2	18.5	17.2	16.5	15.3	17.9	18.6	17.3	1.28	7.36
	3	17.5	16.8	18.5	16.2	18.9	16.7	17.4	1.07	6.15
	4	18.8	17.6	19.1	16.5	18.5	17.7	18.0	0.96	5.31
	5	17.0	19.5	20.4	17.1	16.8	19.3	18.4	1.56	8.52
	6	18.5	19.7	20.6	17.5	16.1	18.6	18.5	1.59	8.59
硫丹I	1	19.1	18.5	17.0	18.3	16.5	18.4	18.0	1.00	5.54
	2	20.4	19.7	16.2	18.8	19.5	18.3	18.8	1.47	7.84
	3	17.3	16.4	18.7	17.3	18.3	17.9	17.7	0.82	4.67
	4	18.5	19.0	16.7	18.5	21.2	17.1	18.5	1.60	8.63
	5	16.8	19.4	20.5	18.2	19.6	18.4	18.8	1.30	6.89
	6	18.3	16.1	17.3	20.5	17.3	15.8	17.6	1.71	9.72
艾氏剂	1	18.4	20.1	16.9	19.5	16.3	19.7	18.5	1.58	8.52
	2	17.7	16.8	17.4	15.8	16.7	18.3	17.1	0.88	5.11
	3	16.3	17.1	18.5	17.2	18.4	17.4	17.5	0.84	4.79
	4	16.3	17.1	18.5	17.2	18.4	17.4	17.5	0.84	4.79
	5	15.7	18.2	16.6	17.2	16.4	18.6	17.1	1.11	6.49
	6	16.8	14.7	18.3	17.6	16.3	17.5	16.9	1.27	7.51
硫丹II	1	18.2	16.0	17.9	19.3	19.4	17.2	18.0	1.29	7.18
	2	17.7	14.6	18.5	15.6	17.1	15.5	16.5	1.50	9.08
	3	19.8	15.7	16.2	18.8	18.4	17.3	17.7	1.58	8.94
	4	15.8	18.7	18.4	16.5	17.5	17.8	17.5	1.11	6.39
	5	18.3	19.6	17.4	16.7	18.2	18.8	18.2	1.02	5.62
	6	15.8	18.3	16.0	17.6	18.9	15.7	17.1	1.40	8.20
环氧七氯 B	1	18.7	16.6	17.1	15.4	18.2	18.9	17.5	1.36	7.79
	2	17.5	16.8	20.4	16.3	17.4	18.6	17.8	1.48	8.28
	3	15.6	18.9	18.5	16.4	17.5	17.9	17.5	1.24	7.12
	4	18.4	19.9	17.4	16.6	18.3	19.0	18.3	1.14	6.24
	5	15.6	18.4	15.9	17.6	19.1	15.5	17.0	1.56	9.16
	6	18.9	16.5	17.1	15.2	18.3	19.1	17.5	1.52	8.68
环氧七氯 A	1	17.5	16.7	20.8	16.2	17.4	18.8	17.9	1.65	9.20
	2	16.2	19.8	17.2	16.1	19.8	16.3	17.5	1.76	10.03
	3	16.0	17.2	15.3	16.9	16.6	16.2	16.4	0.68	4.18
	4	17.6	15.1	15.0	18.5	16.5	17.2	16.7	1.43	8.56

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			
	5	18.8	15.5	19.3	15.7	18.5	16.2	17.3	1.70	9.82
	6	14.0	16.5	17.2	15.3	19.8	18.9	16.9	2.17	12.80
2,4'-DDE	1	16.3	19.0	16.0	16.3	17.6	15.9	16.8	1.23	7.29
	2	18.9	19.5	20.8	18.8	17.8	16.4	18.7	1.49	7.98
	3	17.5	16.1	18.2	19.1	16.3	17.0	17.4	1.15	6.64
	4	15.0	19.8	17.4	18.2	17.0	20.0	17.9	1.88	10.50
	5	14.4	18.4	16.3	19.2	15.3	15.1	16.5	1.94	11.82
	6	15.0	18.2	14.4	16.4	17.3	15.7	16.2	1.43	8.84
α-氯丹	1	15.5	14.5	16.2	14.7	17.2	16.0	15.7	0.99	6.31
	2	14.5	14.7	14.6	17.1	15.2	14.1	15.0	1.06	7.08
	3	17.2	14.6	15.2	16.7	15.2	14.2	15.5	1.19	7.69
	4	16.3	19.5	17.2	16.2	19.5	16.4	17.5	1.58	9.00
	5	16.1	17.2	15.5	16.9	16.7	16.3	16.5	0.61	3.72
	6	17.6	15.3	15.2	18.4	16.6	17.2	16.7	1.28	7.65
γ-氯丹	1	18.6	15.7	19.1	15.9	18.4	16.3	17.3	1.53	8.81
	2	14.3	16.6	17.2	15.5	19.5	18.7	17.0	1.94	11.45
	3	16.4	18.8	16.1	16.4	17.6	16.0	16.9	1.10	6.51
	4	18.7	19.3	20.4	18.6	17.7	16.5	18.5	1.34	7.21
	5	17.5	16.2	18.1	18.9	16.4	17.0	17.4	1.03	5.95
	6	15.2	19.5	17.4	18.1	17.0	19.7	17.8	1.68	9.44
反-九氯	1	14.7	18.3	16.4	19.0	15.5	15.3	16.5	1.74	10.54
	2	15.2	18.1	14.7	16.5	17.3	15.9	16.3	1.28	7.87
	3	15.7	14.8	16.3	15.0	17.2	16.1	15.9	0.89	5.60
	4	14.8	15.0	14.9	17.1	15.4	14.4	15.3	0.95	6.25
	5	17.2	14.9	15.4	16.8	15.4	14.5	15.7	1.07	6.81
	6	15.3	16.8	14.4	15.6	16.0	15.1	15.5	0.82	5.27
4,4'-DDE	1	16.3	18.4	16.6	17.5	15.0	17.7	16.9	1.21	7.15
	2	17.2	14.3	15.1	16.9	15.6	15.8	15.8	1.09	6.90
	3	16.4	14.4	15.2	14.7	15.2	14.9	15.1	0.69	4.57
	4	15.3	17.6	14.2	15.7	16.0	14.4	15.5	1.24	7.95
	5	16.7	14.0	15.6	14.7	14.6	15.3	15.2	0.94	6.23
	6	18.2	16.7	17.3	19.3	18.2	16.5	17.7	1.06	6.01
2,4'-DDD	1	18.7	16.9	16.6	18.7	17.3	19.4	17.9	1.15	6.39
	2	17.2	16.3	18.0	17.5	16.1	17.0	17.0	0.72	4.23
	3	18.7	17.6	19.0	18.7	17.4	19.5	18.5	0.82	4.43
	4	18.4	16.5	17.1	16.2	17.7	18.9	17.5	1.06	6.09
	5	14.2	13.2	15.2	14.6	12.4	15.4	14.2	1.18	8.30
	6	11.6	13.0	12.3	14.5	13.2	11.7	12.7	1.09	8.54
狄氏剂	1	13.0	12.3	13.6	12.1	13.4	14.6	13.2	0.94	7.16
	2	11.4	13.1	11.2	13.5	11.6	11.8	12.1	0.96	7.93
	3	12.7	14.3	12.8	13.1	12.2	13.6	13.1	0.74	5.66
	4	13.0	14.0	13.1	15.5	13.0	13.7	13.7	0.99	7.23
	5	15.0	14.5	13.2	14.6	12.8	13.7	14.0	0.86	6.13
	6	14.5	16.3	15.1	13.8	12.7	16.6	14.9	1.48	9.97
异狄氏剂	1	15.1	16.5	17.4	16.1	14.9	16.2	16.0	0.95	5.92
	2	13.2	14.5	16.3	13.5	16.6	16.9	15.2	1.64	10.81
	3	14.1	16.2	17.5	14.2	16.1	15.3	15.6	1.32	8.50
	4	16.1	16.6	15.2	17.8	16.0	17.0	16.4	0.89	5.42
	5	15.6	18.0	18.6	17.2	16.0	15.1	16.7	1.41	8.43
	6	14.4	16.4	17.6	14.0	17.0	15.3	15.8	1.46	9.28
2,4'-DDT	1	17.3	16.3	15.0	17.8	15.9	14.5	16.1	1.27	7.89
	2	15.1	17.3	16.0	17.9	16.4	16.6	16.5	0.98	5.95
	3	14.3	16.2	14.6	15.0	17.6	15.3	15.5	1.23	7.96
	4	13.8	16.9	17.5	15.9	17.1	15.1	16.0	1.40	8.71
	5	16.3	17.9	18.8	17.2	16.1	18.6	17.5	1.15	6.56
	6	18.5	16.4	17.3	19.1	16.2	18.6	17.7	1.23	6.97
4,4'-DDD	1	20.1	16.4	18.5	19.3	17.8	18.8	18.5	1.28	6.93
	2	18.5	17.4	16.9	16.4	18.5	16.7	17.4	0.92	5.30
	3	14.5	13.6	15.4	14.9	12.9	15.6	14.5	1.05	7.27

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	12.2	13.4	12.8	14.8	13.6	12.3	13.2	0.97	7.38
	5	13.4	12.8	14.0	12.6	13.8	14.9	13.6	0.84	6.22
	6	12.0	13.5	11.8	13.9	12.2	12.4	12.6	0.86	6.80
顺-九氯	1	13.2	14.6	13.3	13.5	12.7	14.0	13.6	0.67	4.91
	2	13.4	14.3	13.5	15.7	13.4	14.1	14.1	0.89	6.31
	3	15.2	14.8	13.6	14.9	13.3	14.1	14.3	0.77	5.36
	4	14.8	16.4	15.3	14.2	13.2	16.7	15.1	1.33	8.79
	5	15.3	16.6	17.4	16.2	15.1	16.3	16.2	0.85	5.26
	6	13.6	14.8	16.4	13.9	16.7	16.9	15.4	1.47	9.55
4,4'-DDT	1	14.4	16.3	17.5	14.5	16.2	15.5	15.7	1.18	7.53
	2	16.2	16.7	15.4	17.7	16.1	17.0	16.5	0.80	4.83
	3	15.8	17.9	18.5	17.2	16.1	15.3	16.8	1.26	7.53
	4	14.7	16.5	17.6	14.3	17.0	15.5	15.9	1.31	8.24
	5	17.3	16.4	15.2	17.7	16.0	14.8	16.2	1.14	7.02
	6	15.3	17.3	16.1	17.8	16.5	16.7	16.6	0.88	5.31
灭蚁灵	1	14.6	16.3	14.9	15.2	17.6	15.5	15.7	1.11	7.05
	2	14.2	16.9	17.5	16.0	17.1	15.3	16.2	1.25	7.74
	3	16.4	17.8	18.6	17.2	16.2	18.5	17.5	1.03	5.89
	4	18.9	16.9	16.5	18.9	17.3	19.7	18.0	1.28	7.10
	5	17.2	16.2	18.1	17.5	16.0	17.0	17.0	0.80	4.73
	6	18.9	17.6	19.2	18.9	17.4	19.8	18.6	0.91	4.90

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			
α-六六六	1	17.3	16.0	18.9	17.7	19.2	17.8	17.8	1.16	6.51
	2	17.6	18.8	20.0	17.3	16.0	18.3	18.0	1.38	7.64
	3	17.1	16.3	17.5	16.8	18.6	16.8	17.2	0.80	4.66
	4	18.0	19.2	17.1	18.7	16.5	15.8	17.6	1.32	7.51
	5	16.7	18.5	18.0	15.7	17.2	18.6	17.5	1.14	6.51
	6	17.8	18.9	16.2	15.4	16.1	17.7	17.0	1.33	7.80
六氯苯	1	16.3	18.7	17.9	16.6	18.0	16.4	17.3	1.01	5.86
	2	17.1	17.8	18.6	16.7	18.3	18.0	17.8	0.73	4.09
	3	17.8	20.1	17.0	18.3	18.2	16.6	18.0	1.23	6.85
	4	17.5	16.8	18.4	18.5	20.8	18.0	18.3	1.37	7.45
	5	16.8	18.4	19.1	15.7	16.8	17.7	17.4	1.24	7.10
	6	18.3	18.8	19.9	16.8	16.3	18.5	18.1	1.34	7.38
γ-六六六	1	17.2	18.6	20.2	17.0	18.1	16.3	17.9	1.40	7.80
	2	16.1	16.8	17.9	15.8	15.4	18.3	16.7	1.18	7.04
	3	18.1	16.8	18.7	15.9	16.5	17.7	17.3	1.06	6.15
	4	19.2	20.1	17.9	16.2	17.8	16.6	18.0	1.50	8.32
	5	17.9	16.0	16.6	15.7	17.2	18.4	17.0	1.07	6.29
	6	16.8	17.0	19.9	17.8	18.6	15.7	17.6	1.48	8.42
β-六六六	1	22.4	24.7	25.6	23.8	22.7	24.1	23.9	1.21	5.05
	2	18.5	16.4	17.7	16.2	17.4	16.6	17.1	0.89	5.19
	3	16.4	15.2	17.9	14.4	17.2	16.1	16.2	1.28	7.90
	4	15.6	17.1	14.3	15.0	14.8	14.6	15.2	1.01	6.65
	5	14.6	15.7	15.2	15.4	14.3	14.1	14.9	0.64	4.32
	6	15.4	14.4	16.0	14.7	13.9	14.1	14.8	0.81	5.47
δ-六六六	1	15.8	16.3	17.1	16.2	15.0	17.4	16.3	0.87	5.35
	2	18.7	19.6	22.4	21.7	23.5	23.8	21.6	2.07	9.59
	3	22.8	24.3	20.6	23.3	22.1	20.9	22.3	1.42	6.37
	4	19.7	21.6	20.5	23.5	22.4	21.1	21.5	1.36	6.32
	5	18.4	20.8	21.0	19.3	18.7	22.7	20.2	1.65	8.17
	6	18.7	16.5	19.4	20.2	21.7	19.9	19.4	1.74	8.95
硫丹I	1	21.2	22.5	18.8	19.5	21.6	20.2	20.6	1.38	6.71

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			
	2	14.6	16.2	15.5	14.8	15.0	17.1	15.5	0.96	6.17
	3	15.1	14.5	16.3	14.4	15.7	15.0	15.2	0.73	4.78
	4	16.8	18.6	17.3	14.9	15.4	16.2	16.5	1.34	8.11
	5	15.0	14.3	14.7	16.8	14.0	17.1	15.3	1.31	8.58
	6	14.3	14.8	16.0	15.4	15.5	14.4	15.1	0.67	4.48
艾氏剂	1	13.5	14.1	14.6	16.5	14.7	16.4	15.0	1.23	8.19
	2	18.3	17.8	15.4	16.1	18.2	19.1	17.5	1.42	8.15
	3	13.6	15.6	13.1	13.8	13.5	13.3	13.8	0.91	6.59
	4	13.0	12.2	11.4	12.7	12.2	11.1	12.1	0.74	6.08
	5	12.2	11.0	12.6	11.7	13.2	11.4	12.0	0.81	6.78
	6	12.2	11.1	12.9	11.3	12.0	10.8	11.7	0.79	6.77
硫丹 II	1	11.4	12.9	12.0	12.8	12.8	11.2	12.2	0.76	6.27
	2	12.8	12.3	13.8	11.5	13.3	14.2	13.0	1.00	7.70
	3	15.3	13.8	16.0	14.4	13.3	14.5	14.5	0.99	6.77
	4	13.7	15.8	16.0	16.9	13.3	14.0	14.9	1.48	9.88
	5	15.3	13.9	15.9	13.6	13.0	14.7	14.4	1.10	7.64
	6	12.1	12.3	12.9	15.1	14.2	13.3	13.3	1.16	8.70
环氧七氯 B	1	13.3	14.1	13.1	12.2	12.4	13.0	13.0	0.68	5.25
	2	13.8	16.6	14.4	14.7	14.2	15.0	14.8	0.98	6.66
	3	20.3	21.4	19.2	22.1	22.2	18.7	20.7	1.50	7.24
	4	20.4	18.7	19.5	17.7	18.5	17.1	18.7	1.19	6.40
	5	18.6	19.4	17.5	19.6	18.3	19.4	18.8	0.82	4.35
	6	17.8	16.5	19.4	18.2	19.7	18.3	18.3	1.15	6.30
环氧七氯 A	1	18.1	19.3	20.5	17.8	16.5	18.8	18.5	1.37	7.40
	2	17.6	16.8	18.0	17.3	19.1	17.3	17.7	0.80	4.52
	3	18.5	19.7	17.6	19.2	17.0	16.3	18.1	1.31	7.27
	4	17.2	19.0	18.5	16.2	17.7	19.1	18.0	1.13	6.31
	5	18.3	19.4	16.7	15.9	16.6	18.2	17.5	1.32	7.55
	6	16.8	19.2	18.4	17.1	18.5	16.9	17.8	1.01	5.67
2,4'-DDE	1	17.6	18.3	19.1	17.2	18.8	18.5	18.3	0.72	3.96
	2	18.3	20.6	17.5	18.8	18.7	17.1	18.5	1.23	6.64
	3	18.0	17.3	18.9	19.0	21.3	18.5	18.8	1.36	7.23
	4	17.3	18.9	19.6	16.2	17.3	18.2	17.9	1.23	6.88
	5	18.8	19.3	20.4	17.3	16.8	19.0	18.6	1.33	7.16
	6	17.7	19.1	20.7	17.5	18.6	16.8	18.4	1.39	7.56
α-氯丹	1	16.6	17.3	18.4	16.3	15.9	18.8	17.2	1.17	6.81
	2	18.6	17.3	19.2	16.4	17.0	18.2	17.8	1.06	5.96
	3	19.7	20.6	18.4	16.7	18.3	17.1	18.5	1.49	8.07
	4	18.4	16.5	17.1	16.2	17.7	18.9	17.5	1.06	6.09
	5	17.3	17.5	20.4	18.3	19.1	16.2	18.1	1.48	8.15
	6	19.9	19.0	19.9	20.4	21.1	18.0	19.7	1.09	5.53
γ-氯丹	1	17.8	16.9	15.4	18.1	19.2	17.7	17.5	1.28	7.31
	2	18.6	18.3	17.1	19.0	20.1	17.8	18.5	1.03	5.59
	3	19.9	18.2	19.0	17.2	18.0	16.6	18.2	1.20	6.60
	4	18.1	18.9	17.0	19.1	17.8	18.9	18.3	0.82	4.48
	5	17.3	16.0	18.9	17.7	19.2	17.8	17.8	1.16	6.51
	6	17.6	18.8	20.0	17.3	16.0	18.3	18.0	1.38	7.64
反-九氯	1	17.1	16.3	17.5	16.8	18.6	16.8	17.2	0.80	4.66
	2	18.0	19.2	17.1	18.7	16.5	15.8	17.6	1.32	7.51
	3	16.7	18.5	18.0	15.7	17.2	18.6	17.5	1.14	6.51
	4	17.8	18.9	16.2	15.4	16.1	17.7	17.0	1.33	7.80
	5	16.3	18.7	17.9	16.6	18.0	16.4	17.3	1.01	5.86
	6	17.1	17.8	18.6	16.7	18.3	18.0	17.8	0.73	4.09
4,4'-DDE	1	17.8	20.1	17.0	18.3	18.2	16.6	18.0	1.23	6.85
	2	17.5	16.8	18.4	18.5	20.8	18.0	18.3	1.37	7.45
	3	16.8	18.4	19.1	15.7	16.8	17.7	17.4	1.24	7.10
	4	18.3	18.8	19.9	16.8	16.3	18.5	18.1	1.34	7.38
	5	17.2	18.6	20.2	17.0	18.1	16.3	17.9	1.40	7.80
	6	16.1	16.8	17.9	15.8	15.4	18.3	16.7	1.18	7.04

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			
2,4'-DDD	1	18.1	16.8	18.7	15.9	16.5	17.7	17.3	1.06	6.15
	2	14.1	13.4	13.6	14.3	14.0	17.2	14.4	1.40	9.67
	3	13.5	12.7	11.9	13.2	12.7	11.6	12.6	0.73	5.81
	4	12.7	11.5	13.1	12.2	13.7	11.9	12.5	0.81	6.48
	5	12.7	11.6	13.4	11.8	12.5	11.3	12.2	0.79	6.45
	6	11.9	13.4	12.5	13.3	13.3	11.7	12.7	0.76	5.99
狄氏剂	1	13.3	12.8	14.3	12.0	13.8	14.7	13.5	0.99	7.38
	2	15.8	14.3	16.5	14.9	13.8	15.0	15.1	0.98	6.52
	3	14.2	16.3	16.5	17.4	13.8	14.5	15.5	1.47	9.52
	4	15.8	14.4	16.4	14.1	13.5	15.2	14.9	1.10	7.35
	5	12.6	12.8	13.4	15.6	14.7	13.8	13.8	1.15	8.35
	6	13.8	14.6	13.6	12.7	12.9	13.5	13.5	0.68	5.03
异狄氏剂	1	14.3	17.1	14.9	15.2	14.7	15.5	15.3	0.98	6.42
	2	20.8	21.9	19.7	22.6	22.7	19.2	21.2	1.49	7.04
	3	20.7	22.8	23.4	21.0	22.5	21.7	22.0	1.06	4.82
	4	23.4	24.3	22.6	20.7	24.3	22.9	23.0	1.34	5.82
	5	24.3	24.8	23.6	25.6	24.5	25.6	24.7	0.78	3.15
	6	23.5	24.8	25.9	23.1	24.2	23.8	24.2	1.01	4.17
2,4'-DDT	1	22.4	24.7	25.6	23.8	22.7	24.1	23.9	1.21	5.05
	2	18.5	16.4	17.7	16.2	17.4	16.6	17.1	0.89	5.19
	3	16.4	15.2	17.9	14.4	17.2	16.1	16.2	1.28	7.90
	4	15.6	17.1	14.3	15.0	14.8	14.6	15.2	1.01	6.65
	5	14.6	15.7	15.2	15.4	14.3	14.1	14.9	0.64	4.32
	6	15.4	14.4	16.0	14.7	13.9	14.1	14.8	0.81	5.47
4,4'-DDD	1	15.8	16.3	17.1	16.2	15.0	17.4	16.3	0.87	5.35
	2	18.7	19.6	22.4	21.7	23.5	23.8	21.6	2.07	9.59
	3	22.8	24.3	20.6	23.3	22.1	20.9	22.3	1.42	6.37
	4	19.7	21.6	20.5	23.5	22.4	21.1	21.5	1.36	6.32
	5	18.4	20.8	21.0	19.3	18.7	22.7	20.2	1.65	8.17
	6	16.9	16.0	18.3	16.8	18.7	17.7	17.4	1.02	5.86
顺-九氯	1	16.3	16.8	18.9	18.2	16.2	18.7	17.5	1.23	7.02
	2	17.3	18.9	18.3	19.8	18.7	16.8	18.3	1.10	6.02
	3	17.7	19.2	18.0	16.7	17.9	16.9	17.7	0.90	5.07
	4	18.1	15.9	17.4	17.8	20.1	19.2	18.1	1.46	8.09
	5	16.0	16.6	15.7	18.3	19.9	16.0	17.1	1.67	9.80
	6	15.5	16.8	17.6	16.9	16.4	16.7	16.7	0.69	4.16
4,4'-DDT	1	14.7	16.0	15.4	17.9	17.2	16.2	16.2	1.17	7.22
	2	17.9	20.8	16.7	17.4	18.1	18.7	18.3	1.42	7.76
	3	15.2	16.8	16.1	14.9	18.0	17.0	16.3	1.17	7.19
	4	18.7	19.8	21.9	21.1	20.3	19.1	20.2	1.21	6.02
	5	19.9	22.3	21.2	18.9	20.8	21.5	20.8	1.21	5.84
	6	18.1	20.9	19.6	22.0	20.2	21.1	20.3	1.36	6.71
灭蚁灵	1	20.3	19.9	21.3	19.5	18.5	19.0	19.8	1.00	5.07
	2	21.0	19.6	20.4	20.2	19.8	19.5	20.1	0.58	2.90
	3	20.0	19.2	18.6	20.3	18.7	18.3	19.2	0.81	4.24
	4	18.3	20.0	19.1	18.2	20.9	16.8	18.9	1.46	7.70
	5	19.9	19.0	19.9	20.4	21.1	18.0	19.7	1.09	5.53
	6	17.8	16.9	15.4	18.1	19.2	17.7	17.5	1.28	7.31

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%~116%。

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			
α-六六六	1	1.82	1.92	1.75	1.69	1.90	1.81	1.82	2.0	90.8
	2	2.08	2.35	2.03	2.21	2.17	1.93	2.13	2.0	106
	3	2.37	2.04	2.26	2.18	2.20	2.05	2.18	2.0	109
	4	1.93	2.14	2.23	2.09	1.88	2.18	2.08	2.0	104
	5	1.83	1.80	1.70	1.79	1.86	1.84	1.80	2.0	90.2
	6	1.51	1.63	1.48	1.71	1.52	1.39	1.54	2.0	77.0
六氯苯	1	1.86	1.68	2.04	1.96	1.82	1.74	1.85	2.0	92.5
	2	1.93	2.05	1.77	1.62	1.94	1.70	1.84	2.0	91.8
	3	1.81	1.95	1.75	1.63	1.74	1.66	1.76	2.0	87.8
	4	1.79	1.68	1.70	1.89	1.66	1.81	1.76	2.0	87.8
	5	2.30	2.07	2.12	2.12	2.31	2.28	2.20	2.0	110
	6	1.50	1.74	1.49	1.66	1.45	1.48	1.55	2.0	77.7
γ-六六六	1	1.42	1.49	1.57	1.64	1.72	1.43	1.55	2.0	77.3
	2	1.73	1.67	1.55	1.49	1.55	1.42	1.57	2.0	78.4
	3	2.03	1.82	2.05	2.27	2.15	2.18	2.08	2.0	104
	4	2.03	2.11	2.06	1.92	2.10	2.04	2.04	2.0	102
	5	2.31	2.17	2.05	2.14	2.08	2.14	2.15	2.0	107
	6	1.98	1.86	1.63	1.88	2.03	1.75	1.86	2.0	92.8
β-六六六	1	1.70	1.76	1.82	1.81	1.94	1.86	1.82	2.0	90.8
	2	1.65	1.73	1.97	1.65	1.86	1.70	1.76	2.0	88.0
	3	2.25	2.14	2.17	2.26	2.20	2.21	2.21	2.0	110
	4	2.14	1.81	2.08	1.92	1.86	1.82	1.94	2.0	96.9
	5	2.06	1.94	2.22	2.07	2.11	1.84	2.04	2.0	102
	6	1.92	2.04	1.68	1.84	2.07	1.82	1.90	2.0	94.8
δ-六六六	1	1.75	1.64	1.86	2.09	2.13	1.88	1.89	2.0	94.6
	2	1.80	1.86	1.96	1.72	1.80	2.04	1.86	2.0	93.2
	3	2.37	2.16	2.08	2.07	2.43	2.22	2.22	2.0	111
	4	1.84	1.72	1.95	2.11	1.87	1.73	1.87	2.0	93.5
	5	1.70	1.86	1.73	1.82	1.93	2.08	1.85	2.0	92.7
	6	1.91	1.80	1.64	1.85	1.71	1.97	1.81	2.0	90.7
硫丹I	1	2.04	1.93	1.85	2.06	2.21	1.82	1.99	2.0	99.3
	2	2.13	1.86	1.73	2.14	2.07	2.12	2.01	2.0	100
	3	1.95	1.83	1.80	1.77	1.96	1.81	1.85	2.0	92.7
	4	1.82	1.69	1.71	1.92	1.82	1.97	1.82	2.0	91.1
	5	1.83	1.62	1.77	1.73	1.95	1.81	1.79	2.0	89.3
	6	1.87	1.79	2.01	1.74	2.08	1.82	1.89	2.0	94.3
艾氏剂	1	1.91	2.03	1.83	1.73	1.85	1.93	1.88	2.0	94.0
	2	1.69	1.90	1.74	1.82	1.77	1.89	1.80	2.0	90.1
	3	2.28	2.25	2.17	2.37	2.59	2.18	2.31	2.0	115
	4	2.37	2.04	2.26	2.18	2.20	2.05	2.18	2.0	109
	5	1.93	2.14	2.23	2.09	1.88	2.18	2.08	2.0	104
	6	2.03	2.11	2.06	1.92	2.10	2.04	2.04	2.0	102
硫丹II	1	2.31	2.17	2.05	2.14	2.08	2.14	2.15	2.0	107
	2	1.98	1.86	1.63	1.88	2.03	1.75	1.86	2.0	92.8
	3	1.78	1.94	2.01	1.79	2.01	1.79	1.89	2.0	94.3
	4	1.64	1.95	1.71	1.89	2.12	1.69	1.83	2.0	91.7
	5	1.45	1.55	1.65	1.75	1.79	1.85	1.67	2.0	83.7
	6	1.65	1.75	1.69	1.85	1.81	1.96	1.79	2.0	89.3
环氧七氯B	1	2.14	2.19	2.19	2.21	1.92	2.07	2.12	2.0	106
	2	2.03	2.17	2.05	1.96	2.19	2.06	2.08	2.0	104
	3	2.18	2.05	2.10	2.03	2.21	2.04	2.10	2.0	105
	4	1.76	1.83	1.84	1.92	1.86	1.98	1.87	2.0	93.3
	5	1.92	1.74	1.80	2.01	1.76	1.96	1.87	2.0	93.3
	6	2.23	2.21	2.06	2.27	2.39	2.28	2.24	2.0	112
环氧七氯 A	1	1.73	1.84	2.08	1.79	1.88	1.69	1.84	2.0	91.8
	2	1.66	1.94	1.75	1.92	1.82	1.71	1.80	2.0	90.0
	3	2.10	1.75	1.89	1.94	2.03	1.64	1.89	2.0	94.6

	4	1.88	1.90	1.62	1.75	1.80	1.74	1.78	2.0	89.1
	5	1.74	1.90	1.63	1.74	1.72	2.07	1.80	2.0	90.0
	6	2.15	2.04	1.99	2.29	2.25	2.19	2.15	2.0	108
2,4'-DDE	1	2.07	1.76	2.13	1.85	1.76	2.04	1.94	2.0	96.8
	2	1.92	2.08	1.83	1.67	1.86	1.97	1.89	2.0	94.4
	3	1.82	1.75	2.08	1.92	2.15	1.86	1.93	2.0	96.5
	4	2.13	1.72	1.80	1.77	2.02	1.71	1.86	2.0	92.9
	5	2.28	2.16	2.31	1.94	2.05	2.16	2.15	2.0	108
	6	1.64	1.67	1.49	1.56	1.66	1.56	1.60	2.0	79.8
α -氯丹	1	1.67	1.75	1.62	1.77	1.60	1.84	1.71	2.0	85.4
	2	1.95	1.65	1.59	1.70	1.74	1.89	1.75	2.0	87.7
	3	1.93	1.58	1.79	1.65	1.75	2.02	1.79	2.0	89.3
	4	1.84	1.73	1.62	1.76	1.61	1.98	1.76	2.0	87.8
	5	1.97	1.65	2.18	1.84	1.79	2.06	1.92	2.0	95.8
	6	2.05	1.97	1.93	1.96	2.10	2.12	2.02	2.0	101
γ -氯丹	1	2.06	2.12	1.73	1.84	1.91	1.76	1.90	2.0	95.2
	2	1.82	1.92	1.75	1.69	1.90	1.81	1.82	2.0	90.8
	3	2.08	2.35	2.03	2.21	2.17	1.93	2.13	2.0	106
	4	2.37	2.04	2.26	2.18	2.20	2.05	2.18	2.0	109
	5	1.93	2.14	2.23	2.09	1.88	2.18	2.08	2.0	104
	6	1.83	1.80	1.70	1.79	1.86	1.84	1.80	2.0	90.2
反-九氯	1	1.51	1.63	1.48	1.71	1.52	1.39	1.54	2.0	77.0
	2	1.86	1.68	2.04	1.96	1.82	1.74	1.85	2.0	92.5
	3	1.93	2.05	1.77	1.62	1.94	1.70	1.84	2.0	91.8
	4	1.81	1.95	1.75	1.63	1.74	1.66	1.76	2.0	87.8
	5	1.79	1.68	1.70	1.89	1.66	1.81	1.76	2.0	87.8
	6	2.30	2.07	2.12	2.12	2.31	2.28	2.20	2.0	110
4,4'-DDE	1	1.50	1.74	1.49	1.66	1.45	1.48	1.55	2.0	77.7
	2	1.99	2.20	2.29	2.15	1.94	2.24	2.14	2.0	107
	3	1.89	1.86	1.76	1.85	1.92	1.90	1.86	2.0	93.2
	4	1.57	1.69	1.54	1.77	1.58	1.45	1.60	2.0	80.0
	5	1.92	1.74	2.10	2.02	1.88	1.80	1.91	2.0	95.5
	6	1.99	2.11	1.83	1.68	2.00	1.76	1.90	2.0	94.8
2,4'-DDD	1	1.87	2.01	1.81	1.69	1.80	1.72	1.82	2.0	90.8
	2	1.85	1.74	1.76	1.95	1.72	1.87	1.82	2.0	90.8
	3	2.36	2.13	2.18	2.18	2.37	2.34	2.26	2.0	113
	4	1.56	1.80	1.55	1.72	1.51	1.54	1.61	2.0	80.7
	5	2.05	2.26	2.35	2.21	2.00	2.30	2.20	2.0	110
	6	1.95	1.92	1.82	1.91	1.98	1.96	1.92	2.0	96.2
狄氏剂	1	1.63	1.75	1.60	1.83	1.64	1.51	1.66	2.0	83.0
	2	1.98	1.80	2.16	2.08	1.94	1.86	1.97	2.0	98.5
	3	2.05	2.17	1.89	1.74	2.06	1.82	1.96	2.0	97.8
	4	1.93	2.07	1.87	1.75	1.86	1.78	1.88	2.0	93.8
	5	1.91	1.80	1.82	2.01	1.78	1.93	1.88	2.0	93.8
	6	2.42	2.19	2.24	2.24	2.43	2.40	2.32	2.0	116
异狄氏剂	1	1.64	1.67	1.49	1.56	1.66	1.56	1.60	2.0	79.8
	2	1.67	1.75	1.62	1.77	1.60	1.84	1.71	2.0	85.4
	3	1.95	1.65	1.59	1.70	1.74	1.89	1.75	2.0	87.7
	4	1.93	1.58	1.79	1.65	1.75	2.02	1.79	2.0	89.3
	5	1.84	1.73	1.62	1.76	1.61	1.98	1.76	2.0	87.8
	6	1.97	1.65	2.18	1.84	1.79	2.06	1.92	2.0	95.8
2,4'-DDT	1	2.05	1.97	1.93	1.96	2.10	2.12	2.02	2.0	101
	2	2.06	2.12	1.73	1.84	1.91	1.76	1.90	2.0	95.2
	3	1.82	1.92	1.75	1.69	1.90	1.81	1.82	2.0	90.8
	4	2.08	2.35	2.03	2.21	2.17	1.93	2.13	2.0	106
	5	2.37	2.04	2.26	2.18	2.20	2.05	2.18	2.0	109
	6	1.93	2.14	2.23	2.09	1.88	2.18	2.08	2.0	104
4,4'-DDD	1	1.83	1.80	1.70	1.79	1.86	1.84	1.80	2.0	90.2
	2	1.51	1.63	1.48	1.71	1.52	1.39	1.54	2.0	77.0
	3	1.86	1.68	2.04	1.96	1.82	1.74	1.85	2.0	92.5
	4	1.93	2.05	1.77	1.62	1.94	1.70	1.84	2.0	91.8
	5	1.81	1.95	1.75	1.63	1.74	1.66	1.76	2.0	87.8
	6	1.79	1.68	1.70	1.89	1.66	1.81	1.76	2.0	87.8
顺-九氯	1	2.30	2.07	2.12	2.12	2.31	2.28	2.20	2.0	110

	2	1.50	1.74	1.49	1.66	1.45	1.48	1.55	2.0	77.7
	3	1.42	1.49	1.57	1.64	1.72	1.43	1.55	2.0	77.3
	4	1.73	1.67	1.55	1.49	1.55	1.42	1.57	2.0	78.4
	5	1.65	1.68	1.50	1.57	1.67	1.57	1.61	2.0	80.3
	6	1.68	1.76	1.63	1.78	1.61	1.85	1.72	2.0	85.9
4,4'-DDT	1	1.96	1.66	1.60	1.71	1.75	1.90	1.76	2.0	88.2
	2	1.94	1.59	1.80	1.66	1.76	2.03	1.80	2.0	89.9
	3	1.85	1.74	1.63	1.77	1.62	1.99	1.77	2.0	88.4
	4	1.98	1.66	2.19	1.85	1.80	2.07	1.93	2.0	96.3
	5	2.06	1.98	1.94	1.97	2.11	2.13	2.03	2.0	102
	6	2.07	2.13	1.74	1.85	1.92	1.77	1.91	2.0	95.7
灭蚁灵	1	1.83	1.93	1.76	1.70	1.91	1.82	1.83	2.0	91.3
	2	2.09	2.36	2.04	2.22	2.18	1.94	2.14	2.0	107
	3	2.38	2.05	2.27	2.19	2.21	2.06	2.20	2.0	110
	4	1.94	2.15	2.24	2.10	1.89	2.19	2.09	2.0	104
	5	1.84	1.81	1.71	1.80	1.87	1.85	1.81	2.0	90.7
	6	1.52	1.64	1.49	1.72	1.53	1.40	1.55	2.0	77.5

表 1-11 为 6 家实验室对《土壤 沉积物 有机氯的测定 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%~105%。

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			
α-六六六	1	19.3	18.4	18.6	20.1	18.8	18.2	18.9	20.0	94.5
	2	18.6	19.2	18.2	17.6	20.2	18.7	18.8	20.0	93.8
	3	18.3	18.7	19.6	18.3	17.3	19.0	18.5	20.0	92.7
	4	17.8	18.6	19.4	18.7	18.4	19.0	18.7	20.0	93.3
	5	18.0	17.6	17.2	17.4	17.9	18.5	17.8	20.0	88.9
	6	18.1	17.6	19.3	17.3	18.2	18.3	18.1	20.0	90.7
六氯苯	1	19.0	17.5	17.3	18.6	19.3	20.2	18.7	20.0	93.3
	2	19.1	17.5	19.3	18.3	17.3	20.4	18.7	20.0	93.3
	3	20.0	17.5	17.7	17.3	18.2	18.0	18.1	20.0	90.7
	4	20.1	17.4	18.3	17.3	17.7	17.7	18.1	20.0	90.5
	5	17.6	17.9	18.2	17.7	18.0	18.3	18.0	20.0	89.8
	6	18.6	16.3	18.0	18.3	17.7	18.3	17.9	20.0	89.4
γ-六六六	1	19.3	18.3	18.6	17.3	19.2	19.7	18.7	20.0	93.7
	2	18.6	18.4	18.5	17.7	17.3	20.6	18.5	20.0	92.7
	3	17.3	16.3	16.5	15.6	16.8	17.0	16.6	20.0	83.0
	4	20.2	19.9	20.3	17.9	19.9	19.9	19.7	20.0	98.5
	5	18.0	17.6	17.2	17.4	17.9	18.5	17.8	20.0	88.9
	6	18.1	17.6	19.3	17.3	18.2	18.3	18.1	20.0	90.7
β-六六六	1	19.0	17.5	17.3	18.6	19.3	20.2	18.7	20.0	93.3
	2	20.2	19.9	20.3	17.9	19.9	19.9	19.7	20.0	98.5
	3	17.6	18.1	19.2	19.0	18.4	18.6	18.5	20.0	92.5
	4	17.6	16.9	15.7	17.4	16.7	18.0	17.1	20.0	85.3
	5	16.6	17.8	16.2	18.6	16.8	15.0	16.8	20.0	84.2
	6	16.2	17.4	15.5	17.0	17.3	15.3	16.5	20.0	82.3
δ-六六六	1	18.0	15.6	16.8	15.9	16.6	14.3	16.2	20.0	81.0
	2	16.1	17.6	15.5	16.9	15.8	17.5	16.6	20.0	82.9
	3	17.7	18.1	19.2	18.4	18.5	18.0	18.3	20.0	91.7
	4	17.4	16.9	18.7	17.7	18.3	16.5	17.6	20.0	88.0
	5	16.6	17.4	15.5	17.2	17.0	16.2	16.7	20.0	83.3
	6	16.9	18.6	17.4	16.3	17.1	16.5	17.1	20.0	85.7

硫丹I	1	15.8	16.8	17.4	16.7	17.8	16.6	16.9	20.0	84.3
	2	18.3	16.5	17.9	16.4	17.7	19.2	17.7	20.0	88.4
	3	17.0	18.1	19.6	19.5	18.5	19.4	18.7	20.0	93.5
	4	17.7	19.2	18.7	18.5	17.9	19.5	18.6	20.0	93.0
	5	18.2	17.6	17.9	18.9	16.6	16.5	17.6	20.0	88.1
	6	18.7	17.5	18.3	19.2	17.6	18.1	18.2	20.0	91.2
艾氏剂	1	17.7	18.6	17.7	18.3	19.1	17.6	18.2	20.0	90.9
	2	18.1	19.3	17.5	18.9	17.7	18.3	18.3	20.0	91.6
	3	19.4	18.2	17.7	18.2	17.1	18.5	18.2	20.0	91.0
	4	18.2	18.7	19.6	20.2	18.8	19.2	19.1	20.0	95.7
	5	18.1	20.4	19.3	18.8	19.5	18.2	19.1	20.0	95.3
	6	17.4	18.7	19.0	19.8	17.7	18.9	18.6	20.0	93.0
硫丹 II	1	17.9	18.3	18.0	17.4	17.2	18.9	18.0	20.0	89.8
	2	18.4	16.8	18.8	18.0	17.0	18.3	17.9	20.0	89.5
	3	18.9	17.2	16.5	16.4	17.6	18.7	17.6	20.0	87.8
	4	18.7	19.4	20.2	20.9	19.9	20.0	19.9	20.0	99.3
	5	18.2	18.7	17.8	18.4	16.6	17.5	17.9	20.0	89.4
	6	17.7	18.5	19.6	17.1	18.3	17.1	18.1	20.0	90.3
环氧七氯B	1	19.0	17.5	19.2	18.9	18.2	18.5	18.6	20.0	92.8
	2	18.3	19.5	20.2	18.5	19.8	18.1	19.1	20.0	95.4
	3	18.7	18.0	19.7	18.8	17.7	18.2	18.5	20.0	92.7
	4	20.5	20.6	21.8	21.3	20.6	20.7	20.9	20.0	105
	5	17.4	18.4	18.5	17.7	18.0	19.0	18.2	20.0	90.9
	6	18.8	17.1	16.4	16.3	17.5	18.6	17.5	20.0	87.3
环氧七氯 A	1	18.6	19.3	20.1	20.8	19.8	19.9	19.8	20.0	98.8
	2	18.1	18.6	17.7	18.3	16.5	17.4	17.8	20.0	88.8
	3	17.6	18.4	19.5	17.0	18.2	17.0	18.0	20.0	89.8
	4	18.9	17.4	19.1	18.8	18.1	18.4	18.5	20.0	92.3
	5	18.2	19.4	20.1	18.4	19.7	18.0	19.0	20.0	94.8
	6	18.6	17.9	19.6	18.7	17.6	18.1	18.4	20.0	92.1
2,4'-DDE	1	20.4	20.5	21.7	21.2	20.5	20.6	20.8	20.0	104
	2	17.3	18.3	18.4	17.6	17.9	18.9	18.1	20.0	90.3
	3	18.9	17.2	17.6	19.6	18.2	18.3	18.3	20.0	91.5
	4	17.7	18.5	17.6	18.9	20.1	19.1	18.7	20.0	93.3
	5	21.3	20.4	19.6	19.3	20.4	20.4	20.2	20.0	101
	6	19.4	18.6	19.8	20.3	19.7	19.6	19.6	20.0	97.8
α -氯丹	1	14.0	14.2	15.2	15.3	14.9	15.1	14.8	20.0	73.9
	2	14.8	15.8	14.4	16.2	15.7	15.1	15.3	20.0	76.7
	3	16.2	15.8	14.9	14.2	15.0	14.6	15.1	20.0	75.6
	4	15.6	14.9	15.1	13.8	15.4	14.6	14.9	20.0	74.5
	5	14.0	15.9	13.6	14.7	16.2	13.9	14.7	20.0	73.6
	6	18.5	19.1	17.6	18.0	18.4	17.2	18.1	20.0	90.7
γ -氯丹	1	18.1	19.7	19.6	19.4	18.6	18.2	18.9	20.0	94.7
	2	19.3	18.5	19.5	20.1	18.6	19.1	19.2	20.0	95.9
	3	18.6	17.5	18.9	19.4	17.8	18.8	18.5	20.0	92.5
	4	19.0	18.4	17.6	18.1	17.2	19.3	18.3	20.0	91.3
	5	17.5	18.3	18.7	19.6	18.7	17.6	18.4	20.0	92.0
	6	19.4	18.3	18.1	17.5	19.4	18.6	18.6	20.0	92.8
反-九氯	1	18.2	18.9	19.0	19.2	18.2	18.4	18.7	20.0	93.3
	2	20.4	18.7	18.2	19.2	18.6	19.7	19.1	20.0	95.7
	3	18.8	19.4	18.2	19.6	18.5	17.4	18.7	20.0	93.3
	4	18.5	17.6	18.9	19.0	17.6	18.8	18.4	20.0	92.0
	5	19.2	18.3	17.6	18.9	19.3	18.2	18.6	20.0	92.9
	6	18.7	17.4	18.0	19.1	19.4	19.4	18.7	20.0	93.3
4,4'-DDE	1	18.2	18.9	19.0	19.2	18.2	18.4	18.7	20.0	93.3
	2	16.6	17.2	16.0	15.7	18.2	17.3	16.8	20.0	84.2
	3	19.3	18.4	18.6	20.1	18.8	18.2	18.9	20.0	94.5
	4	18.6	19.2	18.2	17.6	20.2	18.7	18.8	20.0	93.8
	5	18.3	18.7	19.6	18.3	17.3	19.0	18.5	20.0	92.7
	6	17.8	18.6	19.4	18.7	18.4	19.0	18.7	20.0	93.3
2,4'-DDD	1	18.0	17.6	17.2	17.4	17.9	18.5	17.8	20.0	88.9
	2	18.1	17.6	19.3	17.3	18.2	18.3	18.1	20.0	90.7
	3	19.0	17.5	17.3	18.6	19.3	20.2	18.7	20.0	93.3
	4	19.1	17.5	19.3	18.3	17.3	20.4	18.7	20.0	93.3

	5	20.0	17.5	17.7	17.3	18.2	18.0	18.1	20.0	90.7
	6	20.1	17.4	18.3	17.3	17.7	17.7	18.1	20.0	90.5
狄氏剂	1	17.6	17.9	18.2	17.7	18.0	18.3	18.0	20.0	89.8
	2	18.6	16.3	18.0	18.3	17.7	18.3	17.9	20.0	89.4
	3	19.3	18.3	18.6	17.3	19.2	19.7	18.7	20.0	93.7
	4	18.6	18.4	18.5	17.7	17.3	20.6	18.5	20.0	92.7
	5	17.3	16.3	16.5	15.6	16.8	17.0	16.6	20.0	83.0
	6	20.2	19.9	20.3	17.9	19.9	19.9	19.7	20.0	98.5
异狄氏剂	1	17.6	18.1	19.2	19.0	18.4	18.6	18.5	20.0	92.5
	2	17.6	16.9	15.7	17.4	16.7	18.0	17.1	20.0	85.3
	3	16.6	17.8	16.2	18.6	16.8	15.0	16.8	20.0	84.2
	4	16.2	17.4	15.5	17.0	17.3	15.3	16.5	20.0	82.3
	5	18.0	15.6	16.8	15.9	16.6	14.3	16.2	20.0	81.0
	6	16.1	17.6	15.5	16.9	15.8	17.5	16.6	20.0	82.9
2,4'-DDT	1	17.7	18.1	19.2	18.4	18.5	18.0	18.3	20.0	91.7
	2	17.4	16.9	18.7	17.7	18.3	16.5	17.6	20.0	88.0
	3	16.6	17.4	15.5	17.2	17.0	16.2	16.7	20.0	83.3
	4	16.9	18.6	17.4	16.3	17.1	16.5	17.1	20.0	85.7
	5	15.8	16.8	17.4	16.7	17.8	16.6	16.9	20.0	84.3
	6	18.3	16.5	17.9	16.4	17.7	19.2	17.7	20.0	88.4
4,4'-DDD	1	17.0	18.1	19.6	19.5	18.5	19.4	18.7	20.0	93.5
	2	17.9	17.5	17.1	17.3	17.8	18.4	17.7	20.0	88.3
	3	18.0	17.5	19.2	17.2	18.1	18.2	18.0	20.0	90.2
	4	18.9	17.4	17.2	18.5	19.2	20.1	18.6	20.0	92.8
	5	19.0	17.4	19.2	18.2	17.2	20.3	18.6	20.0	92.8
	6	19.9	17.4	17.6	17.2	18.1	17.9	18.0	20.0	90.1
顺-九氯	1	20.0	17.3	18.2	17.2	17.6	17.6	18.0	20.0	89.9
	2	17.5	17.8	18.1	17.6	17.9	18.2	17.9	20.0	89.3
	3	18.5	16.2	17.9	18.2	17.6	18.2	17.8	20.0	88.8
	4	19.2	18.2	18.5	17.2	19.1	19.6	18.6	20.0	93.2
	5	18.5	18.3	18.4	17.6	17.2	20.5	18.4	20.0	92.1
	6	17.2	16.2	16.4	15.5	16.7	16.9	16.5	20.0	82.4
4,4'-DDT	1	20.1	19.8	20.2	17.8	19.8	19.8	19.6	20.0	97.9
	2	17.5	18.0	19.1	18.9	18.3	18.5	18.4	20.0	91.9
	3	17.5	16.8	15.6	17.3	16.6	17.9	17.0	20.0	84.8
	4	17.7	18.9	17.9	18.3	18.7	17.4	18.2	20.0	90.8
	5	18.5	17.7	16.6	18.3	18.5	16.6	17.7	20.0	88.6
	6	18.9	19.8	20.3	20.1	19.3	19.3	19.6	20.0	98.2
灭蚁灵	1	17.7	18.4	16.9	17.6	18.3	16.7	17.6	20.0	88.1
	2	16.9	17.4	18.0	16.6	19.0	17.1	17.5	20.0	87.6
	3	18.3	17.5	17.7	18.1	17.4	18.0	17.8	20.0	89.2
	4	17.2	18.7	17.5	17.0	18.8	18.3	17.9	20.0	89.7
	5	16.9	17.9	16.7	17.6	16.9	17.8	17.3	20.0	86.6
	6	17.3	17.3	19.6	18.7	17.9	18.1	18.2	20.0	90.8

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》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%~105%。

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			
α-六六六	1	82.0	82.8	82.8	81.3	82.8	82.6	82.4	80.0	103
	2	82.7	78.2	79.4	77.2	77.6	78.2	78.9	80.0	98.6
	3	82.0	79.3	77.9	79.4	80.3	79.6	79.7	80.0	99.7
	4	78.6	77.6	79.4	80.6	81.2	83.2	80.1	80.0	100.1
	5	80.0	81.7	82.3	78.9	77.6	77.6	79.7	80.0	99.6

	6	78.6	78.4	79.3	78.9	78.4	79.3	78.8	80.0	98.5
六氯苯	1	82.4	83.0	82.0	79.8	79.3	79.9	81.0	80.0	101
	2	78.6	81.4	82.3	79.4	81.5	81.0	80.7	80.0	101
	3	80.0	82.9	80.6	81.3	78.6	82.3	80.9	80.0	101
	4	82.7	82.3	81.3	82.2	81.5	81.0	81.8	80.0	102
	5	81.3	80.6	81.2	82.7	83.6	82.6	82.0	80.0	102
	6	79.6	80.3	79.4	80.5	82.3	77.5	79.9	80.0	99.9
γ -六六六	1	82.4	83.0	82.0	79.8	79.3	79.9	81.0	80.0	101
	2	77.6	78.2	77.9	78.2	79.5	80.4	78.6	80.0	98.3
	3	82.0	79.6	77.2	81.3	79.3	82.7	80.3	80.0	100
	4	83.3	83.4	83.0	83.4	81.7	82.4	82.8	80.0	104
	5	81.7	80.3	82.7	77.6	81.4	79.3	80.5	80.0	101
	6	73.9	75.9	78.8	72.2	75.4	76.0	75.4	80.0	94.2
β -六六六	1	74.2	75.2	76.2	74.2	77.3	76.2	75.6	80.0	94.4
	2	71.6	78.5	72.3	71.2	74.3	73.6	73.6	80.0	92.0
	3	74.2	76.6	75.9	74.3	72.3	74.5	74.6	80.0	93.3
	4	75.2	74.2	73.6	76.6	75.9	73.6	74.9	80.0	93.6
	5	75.9	75.6	74.2	76.2	74.9	75.2	75.3	80.0	94.2
	6	78.9	79.7	79.7	78.2	79.7	79.5	79.3	80.0	99.1
δ -六六六	1	79.6	75.2	76.3	74.2	74.6	75.2	75.9	80.0	94.8
	2	78.9	76.2	74.9	76.3	77.2	76.5	76.7	80.0	95.8
	3	75.6	74.6	76.3	77.5	78.1	80.1	77.0	80.0	96.3
	4	76.9	78.6	79.2	75.9	74.6	74.6	76.6	80.0	95.8
	5	75.6	75.4	76.2	75.9	75.4	76.2	75.8	80.0	94.7
	6	79.3	79.9	78.9	76.7	76.2	76.8	78.0	80.0	97.5
硫丹I	1	75.6	78.3	79.2	76.3	78.4	77.9	77.6	80.0	97.0
	2	76.9	79.8	77.5	78.2	75.6	79.2	77.9	80.0	97.3
	3	79.6	79.2	78.2	79.1	78.4	77.9	78.7	80.0	98.4
	4	78.2	77.5	78.1	79.6	80.5	79.5	78.9	80.0	98.6
	5	76.5	77.2	76.3	77.4	79.2	74.5	76.9	80.0	96.1
	6	79.3	79.9	78.9	76.7	76.2	76.8	78.0	80.0	97.5
艾氏剂	1	74.6	75.2	74.9	75.2	76.4	77.3	75.6	80.0	94.5
	2	78.9	76.5	74.2	78.2	76.2	79.6	77.3	80.0	96.6
	3	80.2	80.3	79.9	80.3	78.6	79.3	79.8	80.0	99.7
	4	78.6	77.2	79.6	74.6	78.3	76.2	77.4	80.0	96.8
	5	80.7	81.3	80.3	80.0	81.6	79.4	80.5	80.0	101
	6	79.4	77.5	79.7	78.9	78.2	79.4	78.8	80.0	98.6
硫丹II	1	80.5	80.7	81.3	83.3	77.6	78.9	80.4	80.0	100
	2	85.6	78.0	80.0	80.3	78.6	77.4	80.0	80.0	100
	3	81.7	82.6	77.6	82.2	79.3	78.9	80.4	80.0	100
	4	79.4	80.5	81.3	79.6	80.6	82.3	80.6	80.0	101
	5	78.6	79.3	79.5	78.9	80.7	80.0	79.5	80.0	99.4
	6	77.9	78.2	77.8	78.2	79.3	78.7	78.4	80.0	98.0
环氧七氯B	1	82.0	82.7	78.0	79.4	80.0	83.0	80.8	80.0	101
	2	82.0	75.1	85.9	76.9	84.7	85.9	81.8	80.0	102
	3	83.3	83.3	83.0	82.0	82.3	83.6	82.9	80.0	104
	4	83.7	78.6	82.3	82.4	77.6	82.7	81.2	80.0	102
	5	83.3	83.2	83.0	85.4	83.5	82.6	83.5	80.0	104
	6	82.5	83.4	83.3	82.5	81.7	82.6	82.6	80.0	103
环氧七氯 A	1	83.4	83.5	83.5	83.0	83.9	82.7	83.3	80.0	104
	2	76.7	77.0	84.5	81.8	88.2	83.5	82.0	80.0	102
	3	78.9	83.4	80.0	76.9	78.6	77.2	79.2	80.0	99.0
	4	77.2	82.7	77.5	76.6	79.7	83.6	79.6	80.0	99.4
	5	83.3	78.2	79.4	84.3	82.3	79.3	81.1	80.0	101
	6	82.9	77.6	79.4	83.2	77.2	75.9	79.4	80.0	99.2
2,4'-DDE	1	83.2	85.3	82.3	80.0	77.2	84.8	82.1	80.0	103
	2	79.2	82.7	87.5	84.8	78.9	78.9	82.0	80.0	103
	3	84.3	84.7	83.0	83.6	80.0	77.5	82.2	80.0	103
	4	78.6	77.9	80.7	82.0	78.9	85.3	80.6	80.0	101
	5	80.0	80.5	81.9	75.6	79.7	77.2	79.1	80.0	99
	6	77.6	87.3	86.3	82.5	84.3	82.4	83.4	80.0	104
α -氯丹	1	78.1	79.3	78.2	82.3	83.2	77.9	79.8	80.0	99.8
	2	77.6	78.9	72.6	82.2	74.2	72.3	76.3	80.0	95.4
	3	80.2	80.3	79.9	75.6	80.2	76.3	78.8	80.0	98.4

	4	81.2	78.6	79.5	81.4	82.3	79.3	80.4	80.0	100
	5	72.4	71.2	75.7	77.5	74.8	70.9	73.8	80.0	92.2
	6	75.4	71.6	72.3	79.6	75.6	74.2	74.8	80.0	93.5
γ-氯丹	1	76.3	74.5	76.3	74.6	76.9	72.3	75.2	80.0	93.9
	2	77.4	79.6	74.2	71.6	75.6	74.5	75.5	80.0	94.4
	3	80.5	80.2	80.6	79.9	78.6	80.3	80.0	80.0	100
	4	79.6	81.2	80.2	79.9	79.6	80.2	80.1	80.0	100
	5	72.7	70.0	77.3	75.2	79.0	82.0	76.0	80.0	95.0
	6	80.2	79.6	74.2	78.6	81.2	80.2	79.0	80.0	98.8
反-九氯	1	80.2	79.9	80.3	81.2	79.6	79.7	80.2	80.0	100
	2	78.2	78.9	79.2	80.1	79.2	80.2	79.3	80.0	99.1
	3	80.2	81.6	79.8	80.3	79.6	81.2	80.5	80.0	101
	4	79.3	79.9	80.8	81.2	80.6	80.1	80.3	80.0	100
	5	78.3	75.9	81.5	80.9	80.7	73.6	78.5	80.0	98.1
	6	80.2	78.9	76.9	80.1	81.2	80.2	79.6	80.0	99.5
4,4'-DDE	1	79.9	80.2	81.6	82.4	79.9	79.4	80.6	80.0	101
	2	80.2	81.5	80.6	79.2	74.9	79.8	79.4	80.0	99.2
	3	81.4	83.6	79.6	81.4	79.8	81.5	81.2	80.0	102
	4	80.5	82.6	81.6	78.5	79.2	80.2	80.4	80.0	101
	5	78.6	75.9	81.4	80.9	80.5	73.2	78.4	80.0	98.0
	6	79.2	78.2	77.6	77.4	78.2	78.3	78.2	80.0	97.7
2,4'-DDD	1	80.2	79.5	77.9	79.2	79.2	79.2	79.2	80.0	99.0
	2	81.2	81.3	80.4	79.4	79.9	78.4	80.1	80.0	100
	3	80.2	81.6	79.4	78.8	79.2	79.7	79.8	80.0	99.8
	4	82.3	79.4	76.8	78.9	79.4	81.2	79.7	80.0	99.6
	5	79.4	80.5	81.6	82.4	78.6	82.6	80.8	80.0	101
	6	82.4	83.3	84.3	79.4	82.6	77.6	81.6	80.0	102
狄氏剂	1	83.3	82.7	82.9	77.6	78.3	82.9	81.3	80.0	102
	2	82.8	77.6	78.4	82.7	77.2	85.2	80.7	80.0	101
	3	78.7	81.6	79.5	76.8	76.2	74.2	77.8	80.0	97.3
	4	83.3	79.4	87.3	78.4	79.4	77.9	80.9	80.0	101
	5	82.6	77.6	80.9	83.6	80.0	77.2	80.3	80.0	100
	6	80.7	82.0	75.6	85.3	77.2	75.3	79.4	80.0	99.2
异狄氏剂	1	83.3	83.4	83.0	78.6	83.3	79.4	81.8	80.0	102
	2	84.3	81.7	82.6	84.5	85.4	82.4	83.5	80.0	104
	3	75.4	74.2	78.7	80.6	77.8	73.9	76.8	80.0	96.0
	4	78.4	74.6	75.3	82.7	78.6	77.2	77.8	80.0	97.3
	5	79.4	77.5	79.4	77.6	80.0	75.3	78.2	80.0	97.7
	6	80.5	82.7	77.2	74.6	78.6	77.5	78.5	80.0	98.2
2,4'-DDT	1	83.6	83.3	83.7	83.0	81.7	83.4	83.1	80.0	104
	2	82.7	84.3	83.3	83.0	82.7	83.3	83.2	80.0	104
	3	75.7	73.0	80.4	78.2	82.1	85.1	79.1	80.0	98.9
	4	83.3	82.7	77.2	81.7	84.3	83.3	82.1	80.0	103
	5	83.3	83.0	83.4	84.3	82.7	82.8	83.2	80.0	104
	6	81.3	82.0	82.3	83.2	82.3	83.3	82.4	80.0	103
4,4'-DDD	1	83.3	84.7	82.9	83.4	82.7	84.3	83.5	80.0	104
	2	82.4	83.0	83.9	84.3	83.7	83.2	83.4	80.0	104
	3	81.4	78.9	84.6	84.0	83.8	76.6	81.6	80.0	102
	4	83.3	82.0	80.0	83.2	84.3	83.3	82.7	80.0	103
	5	83.0	83.3	84.7	85.5	83.0	82.5	83.6	80.0	105
	6	83.3	84.6	83.7	82.3	77.9	82.9	82.4	80.0	103
顺-九氯	1	84.5	86.7	82.7	84.5	82.9	84.6	84.3	80.0	105
	2	80.5	80.2	80.6	79.9	78.6	80.3	80.0	80.0	100
	3	79.6	81.2	80.2	79.9	79.6	80.2	80.1	80.0	100
	4	72.7	70.0	77.3	75.2	79.0	82.0	76.0	80.0	95.0
	5	80.2	79.6	74.2	78.6	81.2	80.2	79.0	80.0	98.8
	6	80.2	79.9	80.3	81.2	79.6	79.7	80.2	80.0	100
4,4'-DDT	1	78.2	78.9	79.2	80.1	79.2	80.2	79.3	80.0	99.1
	2	80.2	81.6	79.8	80.3	79.6	81.2	80.5	80.0	101
	3	79.3	79.9	80.8	81.2	80.6	80.1	80.3	80.0	100
	4	78.3	75.9	81.5	80.9	80.7	73.6	78.5	80.0	98.1
	5	80.2	78.9	76.9	80.1	81.2	80.2	79.6	80.0	99.5
	6	79.9	80.2	81.6	82.4	79.9	79.4	80.6	80.0	101
天蚁灵	1	80.2	81.5	80.6	79.2	74.9	79.8	79.4	80.0	99.2

	2	81.4	83.6	79.6	81.4	79.8	81.5	81.2	80.0	102
	3	80.5	82.6	81.6	78.5	79.2	80.2	80.4	80.0	101
	4	78.6	75.9	81.4	80.9	80.5	73.2	78.4	80.0	98.0
	5	79.2	78.2	77.6	77.4	78.2	78.3	78.2	80.0	97.7
	6	80.2	79.5	77.9	79.2	79.2	79.2	79.2	80.0	99.0

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》中砂质壤土样品加标测定的原始测试数据，加标回收率为 60.5%-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			
α-六六六	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		15.6	18.0	18.6	17.2	16.0	15.1	16.8	20.0	83.8
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		14.4	16.4	17.6	14.0	17.0	15.3	15.8	20.0	78.9
	3	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.3	16.3	15.0	17.8	15.9	14.5	16.1	20.0	80.7
	4	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		15.1	17.3	16.0	17.9	16.4	16.6	16.6	20.0	82.8
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		14.3	16.2	14.6	15.0	17.6	15.3	15.5	20.0	77.5
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		13.8	16.9	17.5	15.9	17.1	15.1	16.1	20.0	80.3
六氯苯	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		16.3	17.9	18.8	17.2	16.1	18.6	17.5	20.0	87.4
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.5	16.4	17.3	19.1	16.2	18.6	17.7	20.0	88.4
	3	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		20.1	16.4	18.5	19.3	17.8	18.8	18.5	20.0	92.4
	4	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.5	17.4	16.9	16.4	18.5	16.7	17.4	20.0	87.0
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.4	16.1	18.4	17.8	16.3	16.7	17.1	20.0	85.6
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		15.6	16.2	17.1	16.1	14.7	16.7	16.1	20.0	80.3
γ-六六六	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		16.7	18.8	15.1	16.6	16.1	17.4	16.8	20.0	83.9
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.5	15.9	19.1	15.4	19.5	18.5	17.7	20.0	88.3
	3	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.1	18.3	18.0	15.9	17.3	16.5	17.2	20.0	85.9
	4	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.6	17.3	19.4	18.5	18.2	17.2	18.2	20.0	91.0
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.1	18.2	17.9	16.0	17.3	16.6	17.2	20.0	85.9
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.5	17.3	19.2	18.4	18.1	17.2	18.1	20.0	90.6
β-六六六	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		19.3	17.4	18.5	19.6	18.7	19.3	18.8	20.0	94.0
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.2	18.8	18.4	19.1	17.5	16.6	17.9	20.0	89.7
	3	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.4	19.0	17.5	18.9	20.3	17.3	18.6	20.0	92.8
	4	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.7	16.5	18.4	19.2	17.8	18.6	18.2	20.0	91.0
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.3	15.8	19.6	15.2	16.8	18.3	17.2	20.0	85.8
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——

		18.1	17.7	16.5	18.4	17.0	21.2	18.2	20.0	90.8
δ -六六六	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.3	16.6	18.2	16.9	18.5	17.5	17.7	20.0	88.3
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.5	17.2	16.5	15.3	17.9	18.6	17.3	20.0	86.7
	3	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.5	16.8	18.5	16.2	18.9	16.7	17.4	20.0	87.2
	4	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.8	17.6	19.1	16.5	18.5	17.7	18.0	20.0	90.2
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.0	19.5	20.4	17.1	16.8	19.3	18.4	20.0	91.8
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.5	19.7	20.6	17.5	16.1	18.6	18.5	20.0	92.5
硫丹 I	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		19.1	18.5	17.0	18.3	16.5	18.4	18.0	20.0	89.8
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		20.4	19.7	16.2	18.8	19.5	18.3	18.8	20.0	94.1
	3	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.3	16.4	18.7	17.3	18.3	17.9	17.7	20.0	88.3
	4	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.5	19.0	16.7	18.5	21.2	17.1	18.5	20.0	92.5
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		16.8	19.4	20.5	18.2	19.6	18.4	18.8	20.0	94.1
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.3	16.1	17.3	20.5	17.3	15.8	17.6	20.0	87.8
艾氏剂	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.4	20.1	16.9	19.5	16.3	19.7	18.5	20.0	92.4
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.7	16.8	17.4	15.8	16.7	18.3	17.1	20.0	85.6
	3	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		16.3	17.1	18.5	17.2	18.4	17.4	17.5	20.0	87.4
	4	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		16.3	17.1	18.5	17.2	18.4	17.4	17.5	20.0	87.4
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		15.7	18.2	16.6	17.2	16.4	18.6	17.1	20.0	85.6
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		16.8	14.7	18.3	17.6	16.3	17.5	16.9	20.0	84.3
硫丹 II	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.2	16.0	17.9	19.3	19.4	17.2	18.0	20.0	90.0
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.7	14.6	18.5	15.6	17.1	15.5	16.5	20.0	82.5
	3	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		19.8	15.7	16.2	18.8	18.4	17.3	17.7	20.0	88.5
	4	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		15.8	18.7	18.4	16.5	17.5	17.8	17.5	20.0	87.3
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.3	19.6	17.4	16.7	18.2	18.8	18.2	20.0	90.8
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		15.8	18.3	16.0	17.6	18.9	15.7	17.1	20.0	85.3
环氧七氯 B	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.7	16.6	17.1	15.4	18.2	18.9	17.5	20.0	87.4
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.5	16.8	20.4	16.3	17.4	18.6	17.8	20.0	89.2
	3	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		15.6	18.9	18.5	16.4	17.5	17.9	17.5	20.0	87.3
	4	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.4	19.9	17.4	16.6	18.3	19.0	18.3	20.0	91.3
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		15.6	18.4	15.9	17.6	19.1	15.5	17.0	20.0	85.1
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.9	16.5	17.1	15.2	18.3	19.1	17.5	20.0	87.6
环氧七氯 A	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.5	16.7	20.8	16.2	17.4	18.8	17.9	20.0	89.5
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——

		16.2	19.8	17.2	16.1	19.8	16.3	17.6	20.0	87.8
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	3	16.0	17.2	15.3	16.9	16.6	16.2	16.4	20.0	81.8
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	4	17.6	15.1	15.0	18.5	16.5	17.2	16.7	20.0	83.3
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	5	18.8	15.5	19.3	15.7	18.5	16.2	17.3	20.0	86.7
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	6	14.0	16.5	17.2	15.3	19.8	18.9	17.0	20.0	84.8
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	1	16.3	19.0	16.0	16.3	17.6	15.9	16.9	20.0	84.3
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	2	18.9	19.5	20.8	18.8	17.8	16.4	18.7	20.0	93.5
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	3	17.5	16.1	18.2	19.1	16.3	17.0	17.4	20.0	86.8
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
2,4'-DD E	4	15.0	19.8	17.4	18.2	17.0	20.0	17.9	20.0	89.5
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	5	14.4	18.4	16.3	19.2	15.3	15.1	16.5	20.0	82.3
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	6	15.0	18.2	14.4	16.4	17.3	15.7	16.2	20.0	80.8
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	1	15.5	14.5	16.2	14.7	17.2	16.0	15.7	20.0	78.4
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
α-氯丹	2	14.5	14.7	14.6	17.1	15.2	14.1	15.0	20.0	75.2
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	3	17.2	14.6	15.2	16.7	15.2	14.2	15.5	20.0	77.6
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	4	16.3	19.5	17.2	16.2	19.5	16.4	17.5	20.0	87.6
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	5	16.1	17.2	15.5	16.9	16.7	16.3	16.5	20.0	82.3
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	6	17.6	15.3	15.2	18.4	16.6	17.2	16.7	20.0	83.6
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	1	18.6	15.7	19.1	15.9	18.4	16.3	17.3	20.0	86.7
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	2	14.3	16.6	17.2	15.5	19.5	18.7	17.0	20.0	84.8
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	3	16.4	18.8	16.1	16.4	17.6	16.0	16.9	20.0	84.4
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
γ-氯丹	4	18.7	19.3	20.4	18.6	17.7	16.5	18.5	20.0	92.7
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	5	17.5	16.2	18.1	18.9	16.4	17.0	17.4	20.0	86.8
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	6	15.2	19.5	17.4	18.1	17.0	19.7	17.8	20.0	89.1
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	1	14.7	18.3	16.4	19.0	15.5	15.3	16.5	20.0	82.7
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	2	15.2	18.1	14.7	16.5	17.3	15.9	16.3	20.0	81.4
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	3	15.7	14.8	16.3	15.0	17.2	16.1	15.9	20.0	79.3
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	4	14.8	15.0	14.9	17.1	15.4	14.4	15.3	20.0	76.3
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	5	17.2	14.9	15.4	16.8	15.4	14.5	15.7	20.0	78.5
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
反-九氯	6	15.3	16.8	14.4	15.6	16.0	15.1	15.5	20.0	77.7
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	1	16.3	18.4	16.6	17.5	15.0	17.7	16.9	20.0	84.6
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	2	17.2	14.3	15.1	16.9	15.6	15.8	15.8	20.0	79.1
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
	3	16.4	14.4	15.2	14.7	15.2	14.9	15.1	20.0	75.7
		0	0	0	0	0	0	0	—	—
4,4'-DD E	4	0	0	0	0	0	0	0	—	—
		0	0	0	0	0	0	0	—	—

		15.3	17.6	14.2	15.7	16.0	14.4	15.5	20.0	77.7
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		16.7	14.0	15.6	14.7	14.6	15.3	15.2	20.0	75.8
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.2	16.7	17.3	19.3	18.2	16.5	17.7	20.0	88.5
	2,4'-DD D	1	0	0	0	0	0	0	0	——
18.7			16.9	16.6	18.7	17.3	19.4	17.9	20.0	89.7
2		0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.2	16.3	18.0	17.5	16.1	17.0	17.0	20.0	85.1
3		0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.7	17.6	19.0	18.7	17.4	19.5	18.5	20.0	92.4
4		0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.4	16.5	17.1	16.2	17.7	18.9	17.5	20.0	87.3
5		0	0	0	0	0	0	0	——	——
		14.2	13.2	15.2	14.6	12.4	15.4	14.2	20.0	70.8
6		0	0	0	0	0	0	0	——	——
		11.6	13.0	12.3	14.5	13.2	11.7	12.7	20.0	63.6
狄氏剂	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		13.0	12.3	13.6	12.1	13.4	14.6	13.2	20.0	65.8
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		11.4	13.1	11.2	13.5	11.6	11.8	12.1	20.0	60.5
	3	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		12.7	14.3	12.8	13.1	12.2	13.6	13.1	20.0	65.6
	4	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		13.0	14.0	13.1	15.5	13.0	13.7	13.7	20.0	68.6
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		15.0	14.5	13.2	14.6	12.8	13.7	14.0	20.0	69.8
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		14.5	16.3	15.1	13.8	12.7	16.6	14.8	20.0	74.2
异狄氏 剂	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		15.1	16.5	17.4	16.1	14.9	16.2	16.0	20.0	80.2
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		13.2	14.5	16.3	13.5	16.6	16.9	15.2	20.0	75.8
	3	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		14.1	16.2	17.5	14.2	16.1	15.3	15.6	20.0	77.8
	4	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		16.1	16.6	15.2	17.8	16.0	17.0	16.5	20.0	82.3
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		15.6	18.0	18.6	17.2	16.0	15.1	16.8	20.0	83.8
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		14.4	16.4	17.6	14.0	17.0	15.3	15.8	20.0	78.9
2,4'-DD T	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.3	16.3	15.0	17.8	15.9	14.5	16.1	20.0	80.7
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		15.1	17.3	16.0	17.9	16.4	16.6	16.6	20.0	82.8
	3	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		14.3	16.2	14.6	15.0	17.6	15.3	15.5	20.0	77.5
	4	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		13.8	16.9	17.5	15.9	17.1	15.1	16.1	20.0	80.3
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		16.3	17.9	18.8	17.2	16.1	18.6	17.5	20.0	87.4
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.5	16.4	17.3	19.1	16.2	18.6	17.7	20.0	88.4
4,4'-DD D	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		20.1	16.4	18.5	19.3	17.8	18.8	18.5	20.0	92.4
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.5	17.4	16.9	16.4	18.5	16.7	17.4	20.0	87.0
	3	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		14.5	13.6	15.4	14.9	12.9	15.6	14.5	20.0	72.4
	4	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		12.2	13.4	12.8	14.8	13.6	12.3	13.2	20.0	65.9
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		13.4	12.8	14.0	12.6	13.8	14.9	13.6	20.0	67.9
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——

		12.0	13.5	11.8	13.9	12.2	12.4	12.6	20.0	63.2
顺-九氯	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		13.2	14.6	13.3	13.5	12.7	14.0	13.6	20.0	67.8
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		13.4	14.3	13.5	15.7	13.4	14.1	14.1	20.0	70.3
	3	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		15.2	14.8	13.6	14.9	13.3	14.1	14.3	20.0	71.6
	4	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		14.8	16.4	15.3	14.2	13.2	16.7	15.1	20.0	75.5
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		15.3	16.6	17.4	16.2	15.1	16.3	16.2	20.0	80.8
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		13.6	14.8	16.4	13.9	16.7	16.9	15.4	20.0	76.9
4,4'-DD T	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		14.4	16.3	17.5	14.5	16.2	15.5	15.7	20.0	78.7
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		16.2	16.7	15.4	17.7	16.1	17.0	16.5	20.0	82.6
	3	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		15.8	17.9	18.5	17.2	16.1	15.3	16.8	20.0	84.0
	4	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		14.7	16.5	17.6	14.3	17.0	15.5	15.9	20.0	79.7
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.3	16.4	15.2	17.7	16.0	14.8	16.2	20.0	81.2
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		15.3	17.3	16.1	17.8	16.5	16.7	16.6	20.0	83.1
灭蚁灵	1	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		14.6	16.3	14.9	15.2	17.6	15.5	15.7	20.0	78.4
	2	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		14.2	16.9	17.5	16.0	17.1	15.3	16.2	20.0	80.8
	3	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		16.4	17.8	18.6	17.2	16.2	18.5	17.5	20.0	87.3
	4	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.9	16.9	16.5	18.9	17.3	19.7	18.0	20.0	90.2
	5	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		17.2	16.2	18.1	17.5	16.0	17.0	17.0	20.0	85.0
	6	0	0	0	0	0	0	0	——	——
		18.9	17.6	19.2	18.9	17.4	19.8	18.6	20.0	93.2

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 有机氯农药的测定 气相色谱法》中太湖沉积物样品加标测定的原始测试数据，回收率范围 58.5%-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)	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			
α-六六六	1	17.3	16.0	18.9	17.7	19.2	17.8	17.8	20.0	89.1
	2	17.6	18.8	20.0	17.3	16.0	18.3	18.0	20.0	90.0
	3	17.1	16.3	17.5	16.8	18.6	16.8	17.2	20.0	85.9
	4	18.0	19.2	17.1	18.7	16.5	15.8	17.6	20.0	87.8
	5	16.7	18.5	18.0	15.7	17.2	18.6	17.5	20.0	87.3
	6	17.8	18.9	16.2	15.4	16.1	17.7	17.0	20.0	85.1
六氯苯	1	16.3	18.7	17.9	16.6	18.0	16.4	17.3	20.0	86.6
	2	17.1	17.8	18.6	16.7	18.3	18.0	17.8	20.0	88.8
	3	17.8	20.1	17.0	18.3	18.2	16.6	18.0	20.0	90.0
	4	17.5	16.8	18.4	18.5	20.8	18.0	18.3	20.0	91.7
	5	16.8	18.4	19.1	15.7	16.8	17.7	17.4	20.0	87.1
	6	18.3	18.8	19.9	16.8	16.3	18.5	18.1	20.0	90.5
γ-六六六	1	17.2	18.6	20.2	17.0	18.1	16.3	17.9	20.0	89.5

	2	16.1	16.8	17.9	15.8	15.4	18.3	16.7	20.0	83.6
	3	18.1	16.8	18.7	15.9	16.5	17.7	17.3	20.0	86.4
	4	19.2	20.1	17.9	16.2	17.8	16.6	18.0	20.0	89.9
	5	17.9	16.0	16.6	15.7	17.2	18.4	17.0	20.0	84.9
	6	16.8	17.0	19.9	17.8	18.6	15.7	17.6	20.0	88.2
β -六六六	1	22.4	24.7	25.6	23.8	22.7	24.1	23.9	20.0	119
	2	18.5	16.4	17.7	16.2	17.4	16.6	17.1	20.0	85.7
	3	16.4	15.2	17.9	14.4	17.2	16.1	16.2	20.0	81.0
	4	15.6	17.1	14.3	15.0	14.8	14.6	15.2	20.0	76.2
	5	14.6	15.7	15.2	15.4	14.3	14.1	14.9	20.0	74.4
	6	15.4	14.4	16.0	14.7	13.9	14.1	14.8	20.0	73.8
δ -六六六	1	15.8	16.3	17.1	16.2	15.0	17.4	16.3	20.0	81.5
	2	18.7	19.6	22.4	21.7	23.5	23.8	21.6	20.0	108
	3	22.8	24.3	20.6	23.3	22.1	20.9	22.3	20.0	112
	4	19.7	21.6	20.5	23.5	22.4	21.1	21.5	20.0	107
	5	18.4	20.8	21.0	19.3	18.7	22.7	20.2	20.0	101
	6	18.7	16.5	19.4	20.2	21.7	19.9	19.4	20.0	97.0
硫丹I	1	21.2	22.5	18.8	19.5	21.6	20.2	20.6	20.0	103
	2	14.6	16.2	15.5	14.8	15.0	17.1	15.5	20.0	77.7
	3	15.1	14.5	16.3	14.4	15.7	15.0	15.2	20.0	75.8
	4	16.8	18.6	17.3	14.9	15.4	16.2	16.5	20.0	82.7
	5	15.0	14.3	14.7	16.8	14.0	17.1	15.3	20.0	76.6
	6	14.3	14.8	16.0	15.4	15.5	14.4	15.1	20.0	75.3
艾氏剂	1	13.5	14.1	14.6	16.5	14.7	16.4	15.0	20.0	74.8
	2	18.3	17.8	15.4	16.1	18.2	19.1	17.5	20.0	87.4
	3	13.6	15.6	13.1	13.8	13.5	13.3	13.8	20.0	69.0
	4	13.0	12.2	11.4	12.7	12.2	11.1	12.1	20.0	60.4
	5	12.2	11.0	12.6	11.7	13.2	11.4	12.0	20.0	60.0
	6	12.2	11.1	12.9	11.3	12.0	10.8	11.7	20.0	58.5
硫丹 II	1	11.4	12.9	12.0	12.8	12.8	11.2	12.2	20.0	60.8
	2	12.8	12.3	13.8	11.5	13.3	14.2	13.0	20.0	64.9
	3	15.3	13.8	16.0	14.4	13.3	14.5	14.5	20.0	72.7
	4	13.7	15.8	16.0	16.9	13.3	14.0	14.9	20.0	74.7
	5	15.3	13.9	15.9	13.6	13.0	14.7	14.4	20.0	72.0
	6	12.1	12.3	12.9	15.1	14.2	13.3	13.3	20.0	66.5
环氧七氯B	1	13.3	14.1	13.1	12.2	12.4	13.0	13.0	20.0	65.0
	2	13.8	16.6	14.4	14.7	14.2	15.0	14.8	20.0	73.9
	3	20.3	21.4	19.2	22.1	22.2	18.7	20.7	20.0	103
	4	20.4	18.7	19.5	17.7	18.5	17.1	18.7	20.0	93.3
	5	18.6	19.4	17.5	19.6	18.3	19.4	18.8	20.0	94.0
	6	17.8	16.5	19.4	18.2	19.7	18.3	18.3	20.0	91.6
环氧七氯 A	1	18.1	19.3	20.5	17.8	16.5	18.8	18.5	20.0	92.5
	2	17.6	16.8	18.0	17.3	19.1	17.3	17.7	20.0	88.4
	3	18.5	19.7	17.6	19.2	17.0	16.3	18.1	20.0	90.3
	4	17.2	19.0	18.5	16.2	17.7	19.1	18.0	20.0	89.8
	5	18.3	19.4	16.7	15.9	16.6	18.2	17.5	20.0	87.6
	6	16.8	19.2	18.4	17.1	18.5	16.9	17.8	20.0	89.1
2,4'-DDE	1	17.6	18.3	19.1	17.2	18.8	18.5	18.3	20.0	91.3
	2	18.3	20.6	17.5	18.8	18.7	17.1	18.5	20.0	92.5
	3	18.0	17.3	18.9	19.0	21.3	18.5	18.8	20.0	94.2
	4	17.3	18.9	19.6	16.2	17.3	18.2	17.9	20.0	89.6
	5	18.8	19.3	20.4	17.3	16.8	19.0	18.6	20.0	93.0
	6	17.7	19.1	20.7	17.5	18.6	16.8	18.4	20.0	92.0
α -氯丹	1	16.6	17.3	18.4	16.3	15.9	18.8	17.2	20.0	86.1
	2	18.6	17.3	19.2	16.4	17.0	18.2	17.8	20.0	88.9
	3	19.7	20.6	18.4	16.7	18.3	17.1	18.5	20.0	92.3
	4	18.4	16.5	17.1	16.2	17.7	18.9	17.5	20.0	87.3
	5	17.3	17.5	20.4	18.3	19.1	16.2	18.1	20.0	90.7
	6	19.9	19.0	19.9	20.4	21.1	18.0	19.7	20.0	98.7
γ -氯丹	1	17.8	16.9	15.4	18.1	19.2	17.7	17.5	20.0	87.6
	2	18.6	18.3	17.1	19.0	20.1	17.8	18.5	20.0	92.5
	3	19.9	18.2	19.0	17.2	18.0	16.6	18.2	20.0	90.8
	4	18.1	18.9	17.0	19.1	17.8	18.9	18.3	20.0	91.5
	5	17.3	16.0	18.9	17.7	19.2	17.8	17.8	20.0	89.1

	6	17.6	18.8	20.0	17.3	16.0	18.3	18.0	20.0	90.0
反-九氯	1	17.1	16.3	17.5	16.8	18.6	16.8	17.2	20.0	85.9
	2	18.0	19.2	17.1	18.7	16.5	15.8	17.6	20.0	87.8
	3	16.7	18.5	18.0	15.7	17.2	18.6	17.5	20.0	87.3
	4	17.8	18.9	16.2	15.4	16.1	17.7	17.0	20.0	85.1
	5	16.3	18.7	17.9	16.6	18.0	16.4	17.3	20.0	86.6
	6	17.1	17.8	18.6	16.7	18.3	18.0	17.8	20.0	88.8
4,4'-DDE	1	17.8	20.1	17.0	18.3	18.2	16.6	18.0	20.0	90.0
	2	17.5	16.8	18.4	18.5	20.8	18.0	18.3	20.0	91.7
	3	16.8	18.4	19.1	15.7	16.8	17.7	17.4	20.0	87.1
	4	18.3	18.8	19.9	16.8	16.3	18.5	18.1	20.0	90.5
	5	17.2	18.6	20.2	17.0	18.1	16.3	17.9	20.0	89.5
	6	16.1	16.8	17.9	15.8	15.4	18.3	16.7	20.0	83.6
2,4'-DDD	1	18.1	16.8	18.7	15.9	16.5	17.7	17.3	20.0	86.4
	2	14.1	13.4	13.6	14.3	14.0	17.2	14.4	20.0	72.2
	3	13.5	12.7	11.9	13.2	12.7	11.6	12.6	20.0	63.0
	4	12.7	11.5	13.1	12.2	13.7	11.9	12.5	20.0	62.6
	5	12.7	11.6	13.4	11.8	12.5	11.3	12.2	20.0	61.1
	6	11.9	13.4	12.5	13.3	13.3	11.7	12.7	20.0	63.4
狄氏剂	1	13.3	12.8	14.3	12.0	13.8	14.7	13.5	20.0	67.4
	2	15.8	14.3	16.5	14.9	13.8	15.0	15.1	20.0	75.3
	3	14.2	16.3	16.5	17.4	13.8	14.5	15.5	20.0	77.3
	4	15.8	14.4	16.4	14.1	13.5	15.2	14.9	20.0	74.5
	5	12.6	12.8	13.4	15.6	14.7	13.8	13.8	20.0	69.1
	6	13.8	14.6	13.6	12.7	12.9	13.5	13.5	20.0	67.6
异狄氏剂	1	14.3	17.1	14.9	15.2	14.7	15.5	15.3	20.0	76.4
	2	20.8	21.9	19.7	22.6	22.7	19.2	21.2	20.0	106
	3	20.7	22.8	23.4	21.0	22.5	21.7	22.0	20.0	110
	4	23.4	24.3	22.6	20.7	24.3	22.9	23.0	20.0	115
	5	24.3	24.8	23.6	25.6	24.5	25.6	24.7	20.0	124
	6	23.5	24.8	25.9	23.1	24.2	23.8	24.2	20.0	121
2,4'-DDT	1	22.4	24.7	25.6	23.8	22.7	24.1	23.9	20.0	119
	2	18.5	16.4	17.7	16.2	17.4	16.6	17.1	20.0	85.7
	3	16.4	15.2	17.9	14.4	17.2	16.1	16.2	20.0	81.0
	4	15.6	17.1	14.3	15.0	14.8	14.6	15.2	20.0	76.2
	5	14.6	15.7	15.2	15.4	14.3	14.1	14.9	20.0	74.4
	6	15.4	14.4	16.0	14.7	13.9	14.1	14.8	20.0	73.8
4,4'-DDD	1	15.8	16.3	17.1	16.2	15.0	17.4	16.3	20.0	81.5
	2	18.7	19.6	22.4	21.7	23.5	23.8	21.6	20.0	108
	3	22.8	24.3	20.6	23.3	22.1	20.9	22.3	20.0	112
	4	19.7	21.6	20.5	23.5	22.4	21.1	21.5	20.0	107
	5	18.4	20.8	21.0	19.3	18.7	22.7	20.2	20.0	101
	6	16.9	16.0	18.3	16.8	18.7	17.7	17.4	20.0	87.0
顺-九氯	1	16.3	16.8	18.9	18.2	16.2	18.7	17.5	20.0	87.6
	2	17.3	18.9	18.3	19.8	18.7	16.8	18.3	20.0	91.5
	3	17.7	19.2	18.0	16.7	17.9	16.9	17.7	20.0	88.7
	4	18.1	15.9	17.4	17.8	20.1	19.2	18.1	20.0	90.5
	5	16.0	16.6	15.7	18.3	19.9	16.0	17.1	20.0	85.4
	6	15.5	16.8	17.6	16.9	16.4	16.7	16.7	20.0	83.3
4,4'-DDT	1	14.7	16.0	15.4	17.9	17.2	16.2	16.2	20.0	81.2
	2	17.9	20.8	16.7	17.4	18.1	18.7	18.3	20.0	91.4
	3	15.2	16.8	16.1	14.9	18.0	17.0	16.3	20.0	81.7
	4	18.7	19.8	21.9	21.1	20.3	19.1	20.2	20.0	101
	5	19.9	22.3	21.2	18.9	20.8	21.5	20.8	20.0	104
	6	18.1	20.9	19.6	22.0	20.2	21.1	20.3	20.0	102
灭蚁灵	1	20.3	19.9	21.3	19.5	18.5	19.0	19.8	20.0	98.8
	2	21.0	19.6	20.4	20.2	19.8	19.5	20.1	20.0	100
	3	20.0	19.2	18.6	20.3	18.7	18.3	19.2	20.0	96.0
	4	18.3	20.0	19.1	18.2	20.9	16.8	18.9	20.0	94.5
	5	19.9	19.0	19.9	20.4	21.1	18.0	19.7	20.0	98.7
	6	17.8	16.9	15.4	18.1	19.2	17.7	17.5	20.0	87.6

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 土壤中有机氯有证标准样品原始测试数据

单位: mg/kg

	1	2	3	4	5	6	样品测定 浓度平均 值	控制浓度 下限	控制浓度 上限
α -六六六	299	321	300	420	365	363	345	152	851
γ -六六六	777	782	821	763	806	799	791	386	1913
β -六六六	505	621	522	632	522	524	554	115	1101
δ -六六六	692	632	701	721	698	736	697	246	1519
七氯	1369	1425	1362	1402	1369	1402	1388	741	3283
艾氏剂	997	1005	998	1025	1120	1523	1111	581	2508
环氧七氯 B	378	402	400	523	421	501	438	197	806
γ -氯丹	275	301	289	322	325	295	301	142	593
α -氯丹	313	326	410	412	500	486	408	159	684
4, 4' -DDE	921	1021	996	1016	996	1232	1030	419	1717
狄氏剂	539	623	547	596	605	632	590	222	1052
异狄氏剂	676	700	692	721	765	789	724	324	1194
4, 4' -DDD	369	406	365	421	456	466	414	361	1607
4, 4' -DDT	489	503	506	543	536	547	521	148	998

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 ($\mu\text{g/kg}$)
α -六六六	0.06	0.25	2	1.92	12.9	0.33	0.75
			20	18.5	2.3	1.94	2.12
			80	79.9	1.6	4.29	5.32
六氯苯	0.07	0.29	2	1.83	11.6	0.35	0.67
			20	18.2	1.9	2.67	2.72
			80	81.0	0.9	3.80	4.06
γ -六六六	0.06	0.24	2	1.87	14.1	0.34	0.80
			20	18.2	5.7	2.26	3.57
			80	79.8	3.2	4.63	8.30
β -六六六	0.05	0.21	2	1.94	8.3	0.33	0.54
			20	17.9	7.1	2.67	4.32
			80	75.5	2.6	4.19	6.69
δ -六六六	0.06	0.22	2	1.92	7.8	0.41	0.56
			20	17.1	4.6	2.43	3.11
			80	76.6	1.1	4.57	4.75
硫丹 I	0.07	0.29	2	1.89	4.7	0.36	0.41

			20	17.9	3.9	2.42	2.95
			80	78.0	1.0	3.77	4.04
艾氏剂	0.09	0.35	2	2.05	9.1	0.33	0.60
			20	18.6	2.3	2.14	2.30
			80	78.2	2.3	3.65	6.07
硫丹 II	0.05	0.22	2	1.86	8.5	0.38	0.56
			20	18.3	4.6	2.35	3.17
			80	79.9	1.0	4.93	5.06
环氧七氯 B	0.05	0.20	2	2.04	7.3	0.27	0.49
			20	18.9	6.3	2.12	3.83
			80	82.1	1.3	6.65	6.72
环氧七氯 A	0.06	0.22	2	1.88	7.5	0.38	0.52
			20	18.6	3.9	2.20	2.85
			80	80.7	2.1	8.06	8.72
2,4'-DDE	0.06	0.22	2	1.89	9.4	0.40	0.62
			20	19.3	5.8	2.00	3.61
			80	81.6	1.8	8.48	8.79
α -氯丹	0.05	0.20	2	1.82	6.6	0.39	0.49
			20	15.5	8.5	2.11	4.15
			80	77.3	3.6	7.49	10.3
γ -氯丹	0.05	0.20	2	1.98	8.3	0.35	0.56
			20	18.6	1.9	2.05	2.11
			80	77.6	3.0	6.91	9.07
反-九氯	0.05	0.22	2	1.82	11.8	0.34	0.68
			20	18.7	1.3	1.98	2.03
			80	79.7	0.9	4.33	4.47
4,4'-DDE	0.05	0.22	2	1.83	11.8	0.35	0.69
			20	18.4	4.2	2.05	2.86
			80	79.7	1.6	5.38	6.02
2,4'-DDD	0.06	0.23	2	1.94	12.8	0.30	0.74
			20	18.2	1.9	2.65	0.60
			80	80.2	1.1	4.50	4.77
狄氏剂	0.04	0.18	2	1.94	11.1	0.34	0.68
			20	18.2	5.7	2.28	3.58
			80	80.1	1.6	8.84	8.86
异狄氏剂	0.07	0.29	2	1.75	5.9	0.39	0.46
			20	16.9	4.8	2.76	3.40
			80	79.4	3.3	6.58	9.45
2,4'-DDT	0.09	0.35	2	2.02	6.9	0.36	0.51
			20	17.4	3.5	2.23	2.66
			80	82.2	1.9	5.97	7.03
4,4'-DDD	0.06	0.24	2	1.76	6.4	0.33	0.44
			20	18.3	2.2	2.63	2.66
			80	82.9	1.0	5.17	5.24
顺-九氯	0.05	0.20	2	1.70	14.9	0.30	0.76
			20	17.8	4.2	2.36	3.01
			80	79.9	3.3	6.10	9.29
4,4'-DDT	0.06	0.22	2	1.87	5.8	0.42	0.49
			20	18.4	5.7	2.06	3.50
			80	79.8	1.0	4.48	4.68
灭蚁灵	0.07	0.29	2	1.94	12.9	0.33	0.76

			20	17.7	1.7	2.00	2.02
			80	79.6	1.5	5.28	5.83

结论：目标化合物的方法检出限为 0.04μg/kg~0.09μg/kg，测定下限为 0.18-0.35μg/kg。2.0μg/kg、20.0μg/kg、80.0μg/kg 实验室间相关标准偏差分别为：：4.7 %~14.9%、1.3 %~8.5%、0.9 %~3.6%；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：0.27μg/kg~0.42μg/kg、1.94μg/kg~2.76μg/kg、3.65μg/kg~8.84μg/kg；再现性限分别为为：0.41μg/kg~0.80μg/kg、0.60μg/kg~4.32μg/kg、4.04μg/kg~10.3μg/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	$\overline{p\%} \pm 2S_p$
α-六六六	空白石英砂	2.0	96.2	12.4	96.2±24.8
		20.0	92.3	2.1	92.3±4.2
		80.0	99.6	1.6	99.6±3.2
	砂质土壤	20.0	80.6	2.3	80.6±4.6
	太湖沉积物	20.0	87.5	1.9	87.5±3.8
六氯苯	空白石英砂	2.0	91.3	10.6	91.3±21.2
		20.0	91.2	1.7	91.2±3.4
		80.0	101	0.9	101±1.8
	砂质土壤	20.0	86.9	3.9	86.9±7.8
	太湖沉积物	20.0	89.1	2.0	89.1±4.0
γ-六六六	空白石英砂	2.0	93.7	13.2	93.7±26.4
		20.0	91.3	5.2	91.3±10.4
		80.0	99.7	3.2	99.7±6.4
	砂质土壤	20.0	87.6	2.8	87.6±5.6
	太湖沉积物	20.0	87.1	2.6	87.1±5.2
β-六六六	空白石英砂	2.0	97.1	8.1	97.1±16.2
		20.0	89.4	6.4	89.4±12.8
		80.0	94.4	2.4	94.4±4.8
	砂质土壤	20.0	90.7	2.8	90.7±5.6
	太湖沉积物	20.0	85.1	17.4	85.1±34.8
δ-六六六	空白石英砂	2.0	95.9	7.5	95.9±15
		20.0	85.4	3.9	85.4±7.8
		80.0	95.8	1.0	95.8±2.0
	砂质土壤	20.0	89.4	2.4	89.4±4.8
	太湖沉积物	20.0	101	11.0	101±22.0
硫丹 I	空白石英砂	2.0	94.5	4.5	94.5±9.0
		20.0	89.7	3.5	89.7±7.0
		80.0	97.5	0.9	97.5±1.8
	砂质土壤	20.0	91.1	2.9	91.1±5.8
	太湖沉积物	20.0	81.9	10.8	81.9±21.6
艾氏剂	空白石英砂	2.0	102	9.4	102±18.8
		20.0	92.9	2.1	92.9±4.2
		80.0	97.8	2.3	97.8±4.6
	砂质土壤	20.0	87.1	2.9	87.1±5.8
	太湖沉积物	20.0	68.4	11.3	68.4±22.6
硫丹 II	空白石英砂	2.0	93.2	7.9	93.2±15.8
		20.0	91.0	4.2	91.0±8.4
		80.0	99.8	1.0	99.8±2.0
	砂质土壤	20.0	87.4	3.1	87.4±6.2

	太湖沉积物	20.0	68.6	5.4	68.6±10.8
.环氧七氯 B	空白石英砂	2.0	102	7.5	102±15.0
		20.0	94.0	5.9	94.0±11.8
		80.0	103	1.3	103±2.6
		20.0	88.0	2.1	88.0±4.2
	太湖沉积物	20.0	86.8	14.4	86.8±28.8
环氧七氯 A	空白石英砂	2.0	93.8	8.9	93.8±17.8
		20.0	92.8	3.6	92.8±7.2
		80.0	101	2.1	101±4.2
	砂质土壤	20.0	85.6	2.9	85.6±5.8
	太湖沉积物	20.0	89.6	1.7	89.6±3.4
2,4' -DDE	空白石英砂	2.0	94.7	8.9	94.7±17.8
		20.0	96.4	5.6	96.4±11.2
		80.0	102	1.9	102±3.8
	砂质土壤	20.0	86.2	4.7	86.2±9.4
	太湖沉积物	20.0	92.1	1.6	92.1±3.2
α-氯丹	空白石英砂	2.0	91.2	6.0	91.2±12
		20.0	77.5	6.6	77.5±13.2
		80.0	96.6	3.4	96.6±6.8
	砂质土壤	20.0	80.8	4.6	80.8±9.2
	太湖沉积物	20.0	90.7	4.5	90.7±9
γ-氯丹	空白石英砂	2.0	99.2	8.3	99.2±16.6
		20.0	93.2	1.7	93.2±3.4
		80.0	97.0	2.9	97.0±5.8
	砂质土壤	20.0	87.4	3.1	87.4±6.2
	太湖沉积物	20.0	90.3	1.7	90.3±3.4
反-九氯	空白石英砂	2.0	91.1	10.8	91.1±21.6
		20.0	93.4	1.2	93.4±2.4
		80.0	99.6	0.9	99.6±1.8
	砂质土壤	20.0	79.3	2.4	79.3±4.8
	太湖沉积物	20.0	86.9	1.3	86.9±2.6
4,4' -DDE	空白石英砂	2.0	91.3	10.8	91.3±21.6
		20.0	91.9	3.9	91.9±7.8
		80.0	99.6	1.6	99.6±3.2
	砂质土壤	20.0	80.2	5.2	80.2±10.4
	太湖沉积物	20.0	88.8	2.9	88.8±5.8
2,4' -DDD	空白石英砂	2.0	96.9	12.4	96.9±24.8
		20.0	91.2	1.8	91.2±3.6
		80.0	100	1.1	100±2.2
	砂质土壤	20.0	81.5	11.6	81.5±23.2
	太湖沉积物	20.0	68.1	9.8	68.1±19.6
狄氏剂	空白石英砂	2.0	97.1	10.8	97.1±21.6
		20.0	91.2	5.2	91.2±10.4
		80.0	100	1.6	100±3.2
	砂质土壤	20.0	67.4	4.6	67.4±9.2
	太湖沉积物	20.0	71.8	4.3	71.8±8.6
异狄氏剂	空白石英砂	2.0	87.6	5.2	87.6±10.4
		20.0	84.7	4.1	84.7±8.2
		80.0	99.3	3.3	99.3±6.6
	砂质土壤	20.0	79.8	2.9	79.8±5.8
	太湖沉积物	20.0	109	17.2	109±34.4
2,4' -DDT	空白石英砂	2.0	101	7.0	101±14
		20.0	86.9	3.1	86.9±6.2
		80.0	103	2.0	103±4.0
	砂质土壤	20.0	82.8	4.3	82.8±8.6
	太湖沉积物	20.0	85.1	17.4	85.1±34.8
4,4' -DDD	空白石英砂	2.0	87.8	5.7	87.8±11.4
		20.0	91.3	2.0	91.3±4.0
		80.0	104	1.0	104±2.0
	砂质土壤	20.0	74.8	12.1	74.8±24.2
	太湖沉积物	20.0	99.4	12.4	99.4±24.8

顺-九氯	空白石英砂	2.0	84.9	12.7	84.9±25.4
		20.0	89.3	3.8	89.3±7.6
		80.0	99.9	3.3	99.9±6.6
	砂质土壤	20.0	73.8	4.8	73.8±9.6
	太湖沉积物	20.0	87.8	3.1	87.8±6.2
4,4' -DDT	空白石英砂	2.0	93.4	5.4	93.4±10.8
		20.0	92.0	5.3	92.0±10.6
		80.0	99.7	1.0	99.7±2.0
	砂质土壤	20.0	81.5	2.1	81.5±4.2
	太湖沉积物	20.0	93.4	10.3	93.4±20.6
灭蚁灵	空白石英砂	2.0	96.8	12.4	96.8±24.8
		20.0	88.6	1.5	88.6±3.0
		80.0	99.3	1.5	99.3±3.0
	砂质土壤	20.0	85.8	5.6	85.8±11.2
	太湖沉积物	20.0	96.0	4.6	96.0±9.2
α -六六六	空白石英砂	2.0	96.2	12.4	96.2±24.8
		20.0	92.3	2.1	92.3±4.2
		80.0	99.6	1.6	99.6±3.2
	砂质土壤	20.0	80.6	2.3	80.6±4.6
	太湖沉积物	20.0	87.5	1.9	87.5±3.8
六氯苯	空白石英砂	2.0	91.3	10.6	91.3±21.2
		20.0	91.2	1.7	91.2±3.4
		80.0	101	0.9	101±1.8
	砂质土壤	20.0	86.9	3.9	86.9±7.8
	太湖沉积物	20.0	89.1	2.0	89.1±4.0

结论：对空白石英砂 2.0 $\mu\text{g/kg}$ 、20.0 $\mu\text{g/kg}$ 、80.0 $\mu\text{g/kg}$ 加标样品测试，加标回收率范围 84.9%±25.4%~102%±18.8%、77.5%±13.2%~96.4%±11.2%、94.4%±4.8%~104%±2.0%；砂质壤土 20.0 $\mu\text{g/kg}$ 加标样品测试，加标回收率范围 67.4%±9.2%~91.6%±21.6%；太湖沉积物 20.0 $\mu\text{g/kg}$ 浓度加标样品测试，回收率范围 68.1%±19.6%~109%±34.4%。

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0.04 $\mu\text{g/kg}$ ~0.09 $\mu\text{g/kg}$ ，测定下限为0.13-0.28 $\mu\text{g/kg}$ 。2.0 $\mu\text{g/kg}$ 、20.0 $\mu\text{g/kg}$ 、80.0 $\mu\text{g/kg}$ 实验室间相关标准偏差分别为：4.7 %~14.9%、1.3 %~8.5%、0.9 %~3.6%；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：0.27 $\mu\text{g/kg}$ ~0.42 $\mu\text{g/kg}$ 、1.94 $\mu\text{g/kg}$ ~2.76 $\mu\text{g/kg}$ 、3.65 $\mu\text{g/kg}$ ~8.84 $\mu\text{g/kg}$ 再现性限分别为为：0.41 $\mu\text{g/kg}$ ~0.80 $\mu\text{g/kg}$ 、0.60 $\mu\text{g/kg}$ ~4.32 $\mu\text{g/kg}$ 、4.04 $\mu\text{g/kg}$ ~10.3 $\mu\text{g/kg}$ 。对不同浓度试样进行准确度测定，其加标回收率最终值为67.4%±9.2%~109%±34.4%。

(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0.09 $\mu\text{g/kg}$ ，而目前国家环境质量标准中涉及土壤沉积物中有机氯的控制标准为0.05mg/kg~1.0 mg/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。