

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-20□□

土壤和沉积物 11 种均三嗪类农药的 测定 高效液相色谱法

Soil and sediment—Determination of 11 s-triazine pesticides

—High performance liquid chromatography

（征求意见稿）

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

生态环境部 发布

目 次

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

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护生态环境，保障人体健康，规范土壤和沉积物中均三嗪类农药的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤和沉积物中11种均三嗪类农药的高效液相色谱法。

本标准的附录A为规范性附录，附录B为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由环境监测司、科技标准司组织制订。

本标准起草单位：湖北省环境监测中心站。

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

本标准生态环境部20□□年□□月□□日批准。

本标准自20□□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

土壤和沉积物 11种均三嗪类农药的测定 高效液相色谱法

警告：实验中所用的有机溶剂及标准物质均为有毒物质，配制、样品前处理过程应在通风橱中进行操作；应按规定佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中 11 种均三嗪类农药的高效液相色谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中西玛津、莠去通、西草净、阿特拉津、仲丁通、扑灭通、莠灭净、扑灭津、特丁津、扑草净和去草净共 11 种均三嗪类农药的测定，其他均三嗪类农药若通过验证，也可用本标准测定。

当样品量为 10.0 g，浓缩定容体积为 1.0 ml 时，本标准测定 11 种均三嗪类农药的方法检出限为 0.02~0.08 mg/kg，测定下限为 0.08~0.32 mg/kg。详见附录 A。

2 规范性引用文件

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

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分 样品采集、贮存与运输

GB 17378.5 海洋监测规范 第 5 部分 沉积物分析

HJ 494 水质 采样技术指导

HJ 495 水质 采样方案设计技术规范

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

HJ 783 土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

3 方法原理

采用合适的萃取方法（加压流体萃取法和索氏提取法），用丙酮-二氯甲烷混合溶剂提取土壤或沉积物中均三嗪类农药，根据样品基体干扰情况选择适合的固相萃取柱去除干扰物，洗脱液浓缩定容后用高效液相色谱分离，紫外检测器检测，以保留时间定性，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂。实验用水为不含目标化合物的纯水。

4.1 丙酮（C₃H₆O）：农残级。

4.2 二氯甲烷（CH₂Cl₂）：农残级。

- 4.3 正己烷 (C_6H_{14})：农残级。
- 4.4 乙腈 (C_2H_3N)：色谱纯。
- 4.5 丙酮-二氯甲烷混合溶剂：1+1。
用丙酮(4.1)和二氯甲烷(4.2)按 1:1 的体积比混合。
- 4.6 丙酮-正己烷混合溶剂：1+9。
用丙酮(4.1)和正己烷(4.3)按 1:9 的体积比混合。
- 4.7 均三嗪类农药标准贮备液： $\rho=1\ 000\text{ mg/L}$ 。
可直接购买市售有证标准溶液，并参照标准溶液证书要求进行保存，使用时应恢复至室温并摇匀。
- 4.8 均三嗪类农药标准使用液： $\rho=10\sim100\text{ mg/L}$ 。
用乙腈(4.4)稀释标准贮备液(4.7)，配制成浓度为 $10\sim100\text{ mg/L}$ 的标准使用液，于 $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下冷藏、避光保存。
- 4.9 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)。
置于马弗炉中 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘 4 h，冷却后置于磨口玻璃瓶中密封，于干燥器中保存。
- 4.10 粒装硅藻土：粒径 $150\sim250\text{ }\mu\text{m}$ ($100\sim60$ 目)。
置于马弗炉中 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘 4 h，冷却后置于磨口玻璃瓶中密封，于干燥器中保存。
- 4.11 石英砂：粒径 $150\sim830\text{ }\mu\text{m}$ ($100\sim20$ 目)。
置于马弗炉中 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘 4 h，冷却后置于磨口玻璃瓶中密封保存。
- 4.12 固相萃取柱：市售硅酸镁小柱或其他等效固相萃取柱， $1\ 000\text{ mg/6 ml}$ 或更大容量规格。
- 4.13 玻璃棉或玻璃纤维滤膜。
置于马弗炉中 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘 4 h，冷却后置于磨口玻璃瓶中密封，于干燥器中保存。
- 4.14 氮气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5 仪器和设备

- 5.1 高效液相色谱仪：具有梯度洗脱功能，柱温箱温度可控，具紫外检测器或二极管阵列检测器。
- 5.2 色谱柱：填料为十八烷基硅烷键合硅胶，粒径 $5\text{ }\mu\text{m}$ ，柱长 250 mm ，内径 4.6 mm 的反相色谱柱或其他性能相近的色谱柱。
- 5.3 提取装置：加压流体萃取仪或索氏提取装置。
- 5.4 浓缩装置：氮吹仪或其他同等性能的设备。
- 5.5 固相萃取装置。
- 5.6 真空冷冻干燥仪：空载真空度达 13 Pa 以下。
- 5.7 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品采集和保存

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

样品应于洁净的棕色磨口玻璃瓶或有聚四氟乙烯垫的螺口棕色玻璃瓶中保存，运输过程中应避光、密封、冷藏。如暂不能分析应在 4℃ 以下避光、冷藏保存，土壤样品保存时间为 5 d（若仅监测阿特拉津，则可保存 20 d），沉积物样品保存时间为 8 d。样品提取液（6.2.2）在 4℃ 以下避光、冷藏保存，保存时间为 60 d。

6.2 样品的制备

将样品放在不锈钢盘或聚四氟乙烯盘上，除去枝棒、叶片、石子等异物，混匀样品。按照 HJ/T 166 的要求进行样品缩分。可采用冷冻干燥或干燥剂脱水两种干燥方式。

冷冻干燥法：取适量混匀后样品，放入真空冷冻干燥仪（5.6）中干燥脱水。干燥后的样品研磨、混匀，然后称取约 10 g（精确到 0.01 g）样品进行提取，可根据试样中待测化合物浓度适当增加或减少取样量。

干燥剂脱水法：称取约 10 g（精确到 0.01 g）的新鲜样品，可根据试样中待测化合物浓度适当增加或减少取样量，加压流体萃取法加入一定量的硅藻土（4.10）、索氏提取法加入一定量的无水硫酸钠（4.9），混匀、脱水并研磨成细小颗粒，充分拌匀直到散粒状，全部转移至提取装置待用。

6.3 水分的测定

在提取样品的同时，另取一份样品进行水分含量的测定。按照 HJ 613 的要求进行土壤干物质含量的测定，按照 GB 17378.5 的要求进行沉积物含水率的测定。

6.4 试样的制备

6.4.1 提取

以丙酮-二氯甲烷混合溶剂（4.5）为提取剂，用加压流体萃取法或索氏提取法提取。

加压流体萃取法：按照 HJ 783 进行样品（6.2）的装填，萃取时设定载气压力为 0.8 MPa、加热温度为 100℃、萃取压力为 1500 psi、预加热平衡 5 min、静态萃取 5 min、溶剂淋洗 60%池体积、氮气吹扫 60 s（可根据萃取池体积适当增加吹扫时间，以彻底淋洗样品）、静态萃取 3 次后收集提取液。

索氏提取法：将全部样品（6.2）小心转入玻璃套管或纸质套管内，将套管置于索氏提取器回流管中，在底瓶中加入 200 ml 提取剂（4.5）回流提取 18 h，回流速度控制在每小时 3~4 次。收集提取液。

6.4.2 过滤和脱水

如果提取液（6.4.1）中存在明显水分，需要进一步过滤和脱水。在玻璃漏斗上垫一层玻

璃棉或玻璃纤维滤膜（4.12），加入约 5 g 无水硫酸钠（4.9），将提取液过滤到浓缩器皿中。用适量丙酮-二氯甲烷混合溶剂（4.5）洗涤提取液盛装容器并冲洗漏斗，洗液并入浓缩器皿。

6.4.3 浓缩

选用氮吹或其他浓缩方式将提取液浓缩至约 1 ml，加入约 5 ml 正己烷（4.3）并浓缩至约 1 ml，将溶剂完全转化为正己烷，待净化。

6.4.4 净化

将固相萃取柱（4.11）固定在固相萃取装置（5.5）上。依次用 4 ml 二氯甲烷（4.2）和 10 ml 正己烷（4.3）活化萃取柱，保持柱头浸润。在溶剂流干之前，将浓缩后的约 1 ml 提取液（6.4.1）移入柱内，用 3 ml 正己烷（4.3）分 3 次洗涤浓缩器皿，洗液全部移入柱内，用 8 ml 丙酮-正己烷混合溶液（4.6）进行洗脱，待洗脱液浸满净化柱后关闭流速控制阀，浸润 5 min，再打开控制阀，接收洗脱液至完全流出。

6.4.5 浓缩定容

将净化后的洗脱液（6.4.4）按 6.4.3 的步骤浓缩至约 1 ml，加入约 3 ml 乙腈（4.4），再浓缩至 1 ml 以下，将溶剂完全转换为乙腈，并定容至 1.0 ml 待测。

6.5 空白试样的制备

用石英砂（4.10）代替样品，按照试样制备步骤（6.4）进行空白试样的制备。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

检测波长：222 nm。

进样量：10 μ l。

柱温：30 $^{\circ}$ C。

流速：1.0 ml/min。

流动相 A：水；流动相 B：乙腈。

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	75	25
20	75	25
30	65	35
40	50	50
50	50	50
51	0	100
57	0	100

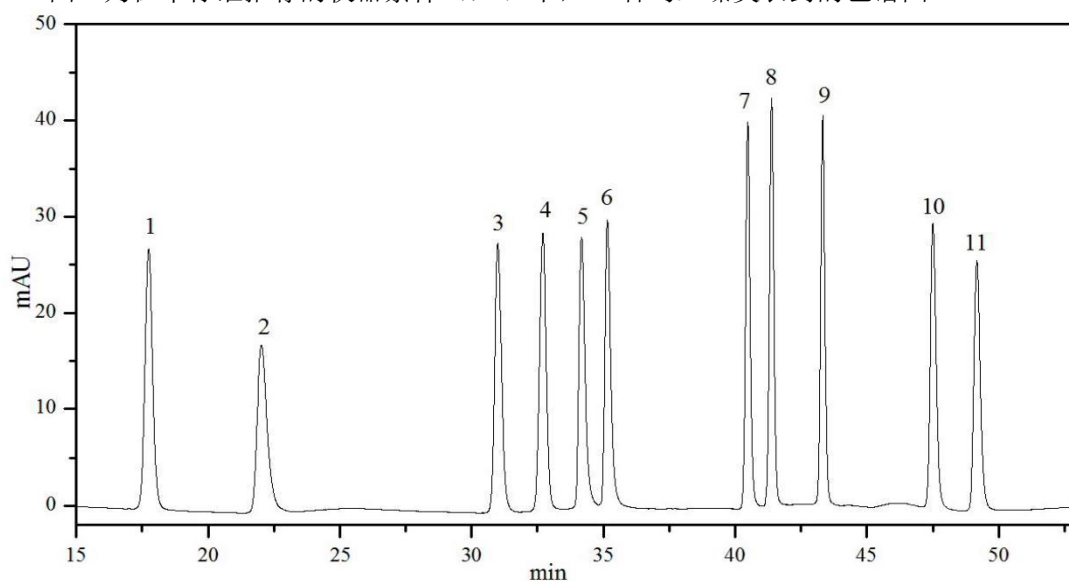
时间/min	A/%	B/%
60	75	25

7.2 标准曲线的建立

分别量取适量的均三嗪类农药标准使用液（4.8），用乙腈（4.4）稀释，制备至少 5 个浓度点的标准系列，目标化合物质量浓度分别为 1.00 mg/L、10.0 mg/L、25.0 mg/L、50.0 mg/L、100 mg/L，贮存于棕色进样瓶中，待测。由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进样，以标准系列溶液中目标组分浓度为横坐标，以其对应的峰面积（峰高）为纵坐标，建立标准曲线。

7.3 标准样品色谱图

图 1 为在本标准推荐的仪器条件（7.1）下，11 种均三嗪类农药的色谱图。



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

图 1 11 种均三嗪类农药标准样品的色谱图 ($\rho=5.00$ mg/L)

7.4 试样测定

按照与标准曲线相同的仪器条件进行试样（6.4）的测定。

7.5 空白试验

按照与试样测定（7.4）相同的条件进行空白试样（6.5）的测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

以目标化合物的保留时间定性，必要时可采用标准样品加入法、不同波长下的吸收比、紫外谱图扫描或液相色谱质谱联用仪确认等方法辅助定性。

表 2 目标化合物参考辅助波长

化合物名称	辅助波长/nm
西玛津	265
莠去通	231
西草净	235、262
阿特拉津	266
仲丁通	231
扑灭通	231
莠灭净	235、263
扑灭津	265
特丁津	263
扑草净	236、263
去草净	236、262

8.2 结果计算

土壤样品中均三嗪类农药的含量按式（1）计算：

$$w_i = \frac{\rho_i \times V_1 \times D}{m \times W_{dm}} \quad (1)$$

式中： w_i ——样品中目标物的含量，mg/kg；

ρ_i ——从标准曲线所得试样中目标物的质量浓度，mg/L；

V_1 ——试样定容体积，ml；

D ——稀释倍数；

m ——样品量（湿重），g；

W_{dm} ——样品的干物质含量，%。

沉积物样品中均三嗪类农药的含量按式（2）计算：

$$w_i = \frac{\rho_i \times V_2 \times D}{m \times (1 - W_{H_2O})} \quad (2)$$

式中： w_i ——样品中目标物的含量，mg/kg；

ρ_i ——从标准曲线所得试样中目标物的质量浓度，mg/L；

V_2 ——试样定容体积，ml；

D ——稀释倍数，无量纲；

m ——样品量（湿重），g；

W_{H_2O} ——样品的含水率，%。

8.3 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致，最多保留 3 位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

六家实验室对含量为 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg、8.00 mg/kg 的空白石英砂加标样品进行了 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.5%~17%、7.3%~17%、2.2%~4.9%；实验室内每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 1.4%~23%、8.2%~23%、2.9%~5.7%；实验室间相对标准偏差分别为 2.4%~9.7%、10%~14%、4.3%~5.8%；实验室间每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 11%~30%、16%~28%、4.9%~7.3%；重复性限范围分别为 0.03~0.13 mg/kg、0.40~0.63 mg/kg、0.47~0.70 mg/kg；再现性限范围分别为 0.05~0.17 mg/kg、0.37~0.60 mg/kg、0.49~0.95 mg/kg。

六家实验室对含量为 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的砂土、壤土和黏土加标样品进行了 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.9%~15%、8.7%~21%、1.7%~16%；实验室内每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 2.3%~22%、11%~29%、2.5%~12%；实验室间相对标准偏差分别为 2.9%~9.0%、13%~19%、5.0%~6.9%；实验室间每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 12%~30%、18%~32%、7.8%~14%；重复性限范围分别为 0.03~0.11 mg/kg、0.53~0.73 mg/kg、0.69~1.1 mg/kg；再现性限范围分别为 0.07~0.18 mg/kg、0.49~0.68 mg/kg、0.71~1.2 mg/kg。

六家实验室对含量为 2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的湖库型沉积物和河流型沉积物加标样品进行了 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 4.1%~17%和 4.4%~11%；实验室内每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 4.9%~23%和 5.6%~14%；实验室间相对标准偏差分别为 9.9%~13%和 5.7%~8.5%；实验室间每种化合物最大值和最小值的相对平均偏差分别为 21%~28%和 9.8%~14%；重复性限范围分别为 0.38~0.55 mg/kg、0.94~1.4 mg/kg；再现性限范围分别为 0.41~0.55 mg/kg、0.93~1.4 mg/kg。

9.2 准确度

六家实验室对含量为 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg、8.00 mg/kg 的空白石英砂加标样品进行了 6 次重复测定。加标回收率平均值分别为：70%~81%、64%~78%、74%~80%，加标回收率最终值分别为：75%±12%~80%±14%、64%±4%~77%±10%、78%±8%。

六家实验室对含量为 0.50 mg/kg、2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的砂土、壤土和黏土加标样品进行了 6 次重复测定。加标回收率平均值分别为：71%~81%、62%~72%、62%~82%，加标回收率最终值分别为：77%±14%~81%±12%、62%±4%~71%±4%、62%±6%~82%±4%。

六家实验室对含量为 2.00 mg/kg 和 8.00 mg/kg 的湖库型沉积物和河流型沉积物加标样品进行了 6 次重复测定。加标回收率平均值分别为：63%~74%、66%~72%，加标回收率最终值分别为：63%±8%~72%±12%、69%±6%~72%±4%。

精密度和准确度结果统计参见附录 B。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

每批样品（不多于 20 个）至少做 2 个实验室空白，其目标化合物的测定值不得高于方法的检出限。

10.2 校准

标准曲线的相关系数应 ≥ 0.999 。

每批样品（不多于 20 个）须用标准曲线的中间浓度点进行 1 次连续校准。连续校准的相对误差应在 $\pm 15\%$ 之内，否则应重新绘制标准曲线。

10.3 平行样品

每 20 个样品或每批次（每批次少于 20 个样品）须分析 1 个平行样品。单次平行样品测定结果的相对偏差应 $\leq 30\%$ 。

10.4 基体加标

每 20 个样品或每批次（每批次少于 20 个样品）须分析 1 个基体加标样，各组分的回收率应在 50%~120%之间。

11 废物处理

实验中产生的所有废液和废物（包括检测后的残液）应分类收集，置于密闭容器中集中保管，粘贴明显标识，委托具有资质的单位处置。

附录 A
(规范性附录)
方法的检出限和测定下限

样品质量为 10.0 g，浓缩定容体积为 1.0 ml 时，11 种均三嗪类农药的方法检出限、测定下限见表 A.1。

表 A.1 方法检出限和测定下限

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

附录 B
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

表 B.1 和表 B.2 中列出了方法的精密度和准确度。

表 B.1 方法的精密度汇总表

化合物	样品类型	加标量/(mg/kg)	测定结果平均值/(mg/kg)	室内 RSD/(%)	室内 RAD _{max} /(%)	室间 RSD/(%)	室间 RAD _{max} /(%)	重复性限/(mg/kg)	再现性限/(mg/kg)
西玛津	石英砂	0.50	0.39	2.9~4.2	2.8~6.3	3.5	11	0.04	0.08
		2.00	1.41	7.3~11	8.2~15	10	16	0.40	0.37
		8.00	6.22	2.3~3.2	2.9~4.9	4.3	5.8	0.47	0.49
	砂土	0.50	0.40	1.9~4.5	2.7~5.0	3.1	12	0.04	0.07
	壤土	2.00	1.37	14~21	16~22	19	23	0.73	0.68
	黏土	8.00	6.52	3.8~14	5.5~7.1	5.1	8.4	0.84	0.83
	湖库型沉积物	2.00	1.40	10~12	13~18	12	25	0.45	0.45
	河流型沉积物	8.00	5.84	4.4~6.6	5.6~8.3	5.7	9.8	0.94	0.93
莠去通	石英砂	0.50	0.39	3.2~11	5.6~17	6.5	30	0.08	0.17
		2.00	1.43	9.6~15	11~23	13	23	0.51	0.47
		8.00	6.08	3.9~4.9	4.7~5.7	5.7	7.3	0.70	0.95
	砂土	0.50	0.41	3.2~15	5.3~22	9.0	30	0.11	0.18
	壤土	2.00	1.27	8.7~21	11~29	18	32	0.64	0.60
	黏土	8.00	5.37	4.1~8.7	6.7~8.9	6.6	14	0.89	0.97
	湖库型沉积物	2.00	1.31	4.1~13	4.9~17	9.9	21	0.38	0.41
	河流型沉积物	8.00	5.75	5.9~9.4	8.3~11	7.4	12	1.2	1.2
西草净	石英砂	0.50	0.37	1.5~3.6	2.4~4.0	2.4	13	0.03	0.09
		2.00	1.51	12~16	14~22	13	23	0.55	0.51
		8.00	6.43	3.4~4.0	3.8~5.2	5.5	5.8	0.66	0.64
	砂土	0.50	0.37	2.0~5.1	2.3~6.7	2.9	14	0.03	0.09
	壤土	2.00	1.38	14~17	15~20	16	21	0.62	0.57
	黏土	8.00	5.16	5.3~14	5.0~10	6.6	13	0.82	0.92
	湖库型沉积物	2.00	1.36	9.0~14	12~20	12	25	0.48	0.49
	河流型沉积物	8.00	5.90	6.3~8.9	8.0~10	7.5	10	1.2	1.2

化 合 物	样 品 类 型	加 标 量 /(mg/kg)	测 定 结 果 平 均 值/ (mg/kg)	室 内 RSD/ (%)	室 内 RAD _{max} /(%)	室 间 RSD/ (%)	室 间 RAD _{max} /(%)	重 复 性 限/ (mg/kg)	再 现 性 限/ (mg/kg)
阿 特 拉 津	石 英 砂	0.50	0.40	2.3~5.0	2.4~8.1	3.8	12	0.04	0.07
		2.00	1.51	10~11	14~15	10	16	0.43	0.40
		8.00	6.48	2.9~4.0	3.1~4.8	4.5	5.7	0.59	0.58
	砂 土	0.50	0.40	1.9~6.9	2.3~10	4.3	13	0.05	0.07
	壤 土	2.00	1.45	15~17	19~20	16	22	0.66	0.61
	黏 土	8.00	6.85	2.4~15	3.1~7.5	5.1	9.2	0.76	0.93
	湖 库 型 沉 积 物	2.00	1.44	8.7~11	12~17	10	23	0.43	0.43
	河 流 型 沉 积 物	8.00	6.06	6.2~7.9	7.3~9.5	6.9	9.8	1.2	1.1
仲 丁 通	石 英 砂	0.50	0.43	3.0~9.3	3.9~11	6.3	15	0.08	0.11
		2.00	1.56	11~14	16~20	12	22	0.53	0.50
		8.00	6.33	3.6~4.3	4.4~5.4	5.8	6.7	0.68	0.64
	砂 土	0.50	0.42	2.7~14	3.8~17	7.5	23	0.10	0.13
	壤 土	2.00	1.36	13~18	16~22	16	23	0.62	0.58
	黏 土	8.00	6.02	4.6~13	6.2~12	6.9	14	1.1	1.2
	湖 库 型 沉 积 物	2.00	1.37	11~12	14~18	11	22	0.44	0.44
	河 流 型 沉 积 物	8.00	5.86	4.7~9.0	6.0~10	7.2	11	1.2	1.1
扑 灭 通	石 英 砂	0.50	0.39	2.5~11	2.9~15	4.3	19	0.06	0.12
		2.00	1.56	11~13	15~20	12	22	0.52	0.49
		8.00	6.37	3.3~3.9	3.6~5.0	5.0	6.4	0.62	0.63
	砂 土	0.50	0.40	2.7~6.3	4.0~8.1	4.2	20	0.05	0.12
	壤 土	2.00	1.41	13~17	15~18	15	20	0.59	0.56
	黏 土	8.00	6.33	3.4~13	4.8~8.6	5.8	11	0.81	0.82
	湖 库 型 沉 积 物	2.00	1.43	8.7~12	10~18	10	22	0.42	0.47
	河 流 型 沉 积 物	8.00	5.87	6.6~9.0	7.7~11	7.2	13	1.2	1.2
莠 灭 净	石 英 砂	0.50	0.39	3.4~6.9	5.0~8.6	4.4	11	0.05	0.05
		2.00	1.59	12~15	16~22	13	23	0.58	0.53
		8.00	6.55	3.2~3.7	3.4~4.9	5.1	4.9	0.64	0.60
	砂 土	0.50	0.41	3.0~9.0	3.6~11	5.6	17	0.07	0.08
	壤 土	2.00	1.46	12~15	13~17	14	18	0.57	0.52
	黏 土	8.00	6.46	3.3~12	4.9~8.6	6.0	9.6	0.86	0.96

化合物	样品类型	加标量/(mg/kg)	测定结果 平均值/ (mg/kg)	室内 RSD/ (%)	室内 RAD _{max} /(%)	室间 RSD/ (%)	室间 RAD _{max} /(%)	重复 性限/ (mg/kg)	再现 性限/ (mg/kg)
莠灭净	湖库型沉积物	2.00	1.42	11~12	13~18	12	24	0.46	0.45
	河流型沉积物	8.00	6.00	6.4~8.4	7.7~11	7.4	11	1.2	1.2
扑灭津	石英砂	0.50	0.42	2.8~17	2.9~23	9.7	23	0.13	0.16
		2.00	1.57	11~15	15~20	12	24	0.53	0.49
		8.00	6.73	2.2~4.5	2.9~4.7	4.4	5.8	0.63	0.59
	砂土	0.50	0.41	2.8~13	4.1~17	8.4	24	0.11	0.15
	壤土	2.00	1.50	15~20	19~24	17	25	0.70	0.66
	黏土	8.00	7.01	1.7~15	2.5~7.1	5.0	7.8	0.69	0.71
	湖库型沉积物	2.00	1.52	9.9~17	12~19	12	21	0.54	0.53
	河流型沉积物	8.00	6.22	6.5~7.7	7.6~11	7.1	11	1.2	1.2
特丁津	石英砂	0.50	0.41	3.1~12	3.7~17	5.6	17	0.07	0.08
		2.00	1.59	11~12	14~18	12	23	0.51	0.48
		8.00	6.64	2.5~3.6	3.0~4.5	4.8	6.6	0.56	0.64
	砂土	0.50	0.40	3.6~8.3	4.9~12	5.4	14	0.06	0.07
	壤土	2.00	1.50	15~20	18~23	16	23	0.68	0.63
	黏土	8.00	7.02	1.9~16	2.9~7.9	5.7	9.0	0.81	0.87
	湖库型沉积物	2.00	1.48	10~15	13~18	12	23	0.50	0.49
	河流型沉积物	8.00	6.19	7.0~9.0	8.0~11	7.9	12	1.4	1.3
扑草净	石英砂	0.50	0.38	1.7~3.5	1.4~4.1	2.7	11	0.03	0.08
		2.00	1.62	12~15	17~23	14	28	0.61	0.58
		8.00	6.48	3.2~3.8	3.4~4.6	5.6	5.6	0.63	0.60
	砂土	0.50	0.38	2.2~5.7	2.7~7.7	3.9	15	0.04	0.09
	壤土	2.00	1.45	13~14	14~17	14	18	0.56	0.51
	黏土	8.00	6.50	3.8~13	5.6~7.8	6.6	9.5	0.90	0.89
	湖库型沉积物	2.00	1.47	11~16	16~23	13	28	0.55	0.55
	河流型沉积物	8.00	5.99	7.0~11	8.2~14	8.5	14	1.4	1.4
去草净	石英砂	0.50	0.40	1.9~10	2.3~13	5.1	18	0.07	0.10
		2.00	1.62	12~17	17~22	14	28	0.63	0.60
		8.00	6.50	3.2~4.4	3.5~5.7	5.5	5.7	0.66	0.62

化 合 物	样品 类型	加标量 /(mg/kg)	测定结果 平均值/ (mg/kg)	室内 RSD/ (%)	室内 RAD _{max} /(%)	室间 RSD/ (%)	室间 RAD _{max} /(%)	重复 性限/ (mg/kg)	再现 性限/ (mg/kg)
去 草 净	砂土	0.50	0.41	1.9~8.7	2.7~12	4.3	15	0.06	0.10
	壤土	2.00	1.48	12~14	16~22	13	23	0.53	0.49
	黏土	8.00	6.53	3.6~12	5.2~7.9	6.4	8.9	0.90	0.87
	湖库型 沉积物	2.00	1.45	9.6~12	13~18	11	23	0.44	0.44
	河流型 沉积物	8.00	5.99	6.6~10	7.6~13	8.0	13	1.4	1.3

表 B.2 方法的准确度汇总表

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

化合物	样品类型	加标水平/（mg/kg）	平均加标回收率（%）	标准偏差（%）	加标回收率最终值（%）
	壤土	2.00	66	2	66±4
仲丁通	黏土	8.00	72	2	72±4
	湖库型沉积物	2.00	66	3	66±6
	河流型沉积物	8.00	71	2	71±4
扑灭通	石英砂	0.50	75	5	75±10
		2.00	74	3	74±6
		8.00	79	2	79±4
	砂土	0.50	76	5	76±10
	壤土	2.00	69	3	69±6
	黏土	8.00	76	2	76±4
	湖库型沉积物	2.00	69	4	69±8
	河流型沉积物	8.00	71	3	71±6
莠灭净	石英砂	0.50	77	1	77±2
		2.00	76	1	76±2
		8.00	80	2	80±4
	砂土	0.50	79	3	79±6
	壤土	2.00	71	1	71±2
	黏土	8.00	77	2	77±4
	湖库型沉积物	2.00	69	3	69±6
	河流型沉积物	8.00	72	2	72±4
扑灭津	石英砂	0.50	80	7	80±14
		2.00	70	1	70±2
		8.00	80	1	80±2
	砂土	0.50	81	6	81±12
	壤土	2.00	71	2	71±4
	黏土	8.00	82	1	82±2
	湖库型沉积物	2.00	74	3	74±6
	河流型沉积物	8.00	70	1	70±2
特丁津	石英砂	0.50	78	3	78±6
		2.00	72	2	72±4
		8.00	78	4	78±8
	砂土	0.50	80	3	80±6
	壤土	2.00	72	1	72±2
	黏土	8.00	82	2	82±4
	湖库型沉积物	2.00	72	6	72±12
	河流型沉积物	8.00	69	3	69±6
扑草净	石英砂	0.50	73	3	73±6
		2.00	77	3	77±6

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