附件 13

《土壤和沉积物　苯胺类和联苯胺类的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法（征求意见稿）》 编制说明

《土壤和沉积物　苯胺类和联苯胺类的测定

液相色谱-三重四极杆质谱法》标准编制组

二〇一八年十月

项目名称：土壤和沉积物　苯胺类和联苯胺类的测定　液相色谱-三重四极杆质谱法

项目统一编号：2016-23

承担单位：深圳市环境监测中心站

编制组主要成员：张俊琼、林　晶、林庆华、刘德全、周志华、吴　尧、成军旗、郑品梅、刘展华、萨如拉

标准所技术管理负责人：朱　静

生态环境监测司项目负责人：李　江

目　　录

《土壤和沉积物　苯胺类和联苯胺类的测定
液相色谱-三重四极杆质谱法》编制说明

1　项目背景

1.1　任务来源

《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 液相色谱-质谱法》标准制订项目由2016年生态环境部（原国家环境保护部）《关于开展2016年度国家环境保护标准项目实施工作的通知》（环办科技函〔2016〕633号）下达。项目统一编号为：2016-23。

本标准制订项目由深圳市环境监测中心站承担。

1.2　工作过程

1.2.1 成立标准编制小组

2016年6月，深圳市环境监测中心站接到生态环境部（原环境保护部）下达的《关于开展2016年度国家环境保护标准项目实施工作的通知》（环办科技函〔2016〕633号）的任务之后，成立了标准编制小组，由中心站从事样品前处理、色谱分析的人员承担本项目。

1.2.2 查询国内外相关标准和文献资料

2016年7月～9月，标准编制小组根据制订项目计划要求，开展了国内外相关标准和文献资料的调研工作，经过对收集资料的研究分析，初步确定标准方法建立的技术路线。

1.2.3 组织专家论证，确定标准制定的技术路线和制定原则

2017年1月，在北京组织专家论证会，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：标准名称变更为《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 液相色谱-串联质谱法》；选择合适的内标物，用内标法定量；进一步优化色谱条件和预处理方法；细化方法验证方案；按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）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）的要求开展实验、验证和标准草案的编制工作。

1.2.4 研究建立标准方法，编写标准方法验证方案

2016年10月～2018年1月，标准编制小组按照计划任务书的要求，结合开题论证意见以及其它标准制定的要求，参照《展览会用地土壤环境质量评价标准（暂行）》（HJ 350-2007）附录D、《水质 苯胺类化合物的测定 气相色谱-质谱法》（HJ 822-2017）和《土壤和沉积物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法》（HJ 834-2017）确定了实验方法，并进行方法前处理条件的选择、仪器分析条件的优化，方法精密度、准确度及检出限的测定等大量的实验研究，确定最佳实验条件，编写了《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 液相色谱-串联质谱法》方法验证方案。

1.2.5 方法验证工作

2018 年 2 月，根据《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）的要求，组织了 6 家有资质的实验室进行方法验证，于 2018 年 6 月初收回了全部验证报告，在此基础上进行了数据的汇总和分析整理工作，并编写完成了《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 液相色谱-串联质谱法》验证汇总报告。

1.2.6 编写标准征求意见稿和编制说明

2018 年 5 月～6 月，编写《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 液相色谱-串联质谱法》的标准征求意见稿和编制说明。

1.2.7 召开征求意见稿研讨会

2018 年 6 月，召开了标准征求意见稿研讨会，专家委员对征求意见稿初稿提出了修改建议。2018 年 7 月～8 月，按照研讨会专家意见补充了（1）样品在酸性条件下提取的实验数据；（2）现有实验萃取体系萃取两次的实验数据；（3）不同净化方式净化效果的数据；（4）质量控制指标的确定依据，并在标准文本中明确不同内标体系的适用范围。同时按照《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）对标准文本进行了编辑性修改。

1.2.8 召开征求意见稿技术审查会

2018 年 9 月环境监测司组织召开征求意见稿技术审查会，专家委员会给出了以下意见：建议标准名称修改为《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》；标准文本采用 C_{18} 固相萃取小柱净化，只选择 4 种内标物定量，在质谱参考条件中增加不同型号仪器参数的差异性；在编制说明中增加条件实验数据表，补充目标化合物确定依据，补充土壤样品鲜样制备、冷藏保存时间的实验数据；严格按照《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）的要求，对标准文本和编制说明进行编辑性修改。标准编制组按照审查会专家意见对征求意见稿标准文本和编制说明进行了修改，修改后提交标准征求意见稿和编制说明。

2 标准制修订的必要性分析

2.1 理化性质及环境危害

苯胺类化合物为芳香胺的代表物质，系指苯胺分子中的氢原子被其它功能团取代后形成的一类化合物。随着取代基的数目和位置的不同可形成多种异构体。这类化合物通常是高沸点的液体或熔点不高的固体，微溶于水，易溶于乙醇、乙醚及丙酮，在空气中因氧化而带色。它们具有特殊的气味，毒性较大，可通过呼吸道、消化道摄入人体，也可能通过皮肤迅速地被人体吸收。苯胺为 IARC 第 3 类致癌物，急性中毒主要引起高铁血红蛋白血症和肝、肾及皮肤损害，长期低浓度接触可引起中毒性肝病。联苯胺类化合物为芳香胺的代表物质，系指联苯胺分子中的氢原子被其它功能团取代后形成的一类化合物。这类化合物通常是高沸点的液体或熔点不高的固体，微溶于热水、乙醚，易溶于乙酸、稀盐酸和沸乙醇，在空气和光线下颜色变深。它们具有特殊的气味，毒性很大，可经呼吸道、胃肠道、皮肤进入人体。联苯胺为 IARC 第 1 类致癌物，长期接触可引起出血性膀胱炎，膀胱复发性乳头状瘤和膀胱癌。

苯胺及其衍生物是重要的化工原料，环境中的苯胺类化合物主要来源于橡胶、印染、制药、塑料、陶器上釉等工艺生产过程。联苯胺及其衍生物可用于制造各种染料及有机颜料。联苯胺曾是染料工业的重要中间体，由它制成的染料多达250种以上，由于有强烈的致癌作用，对健康和环境危害显著，现在已改用其它无毒或低毒的中间体。环境中的联苯胺类化合物主要来源于染料和印染工业。目前，在大气、河流、湖泊、地下水、土壤和底泥中已发现残留的苯胺类和联苯胺类化合物。这些污染物含量低、分布广、毒性大、是“三致”（致癌、致畸、致突变）物质、难降解，对环境和生物构成极大的危害，是目前国际上公认的一类优先污染物。因此，建立环境介质特别是土壤和沉积物中的苯胺类和联苯胺类的测定方法十分必要。本标准所涉及目标物的理化性质，见表1。

表1　目标物的理化性质

序号	化合物名称	CAS No	外观	沸点（℃）	致癌活性
1	联苯胺	92-87-5	白色或微淡红色结晶或粉末	400	第1类致癌物
2	苯胺	62-53-3	无色油状液体	184	第3类致癌物
3	4-甲基苯胺	106-49-0	白色有光泽的片状结晶	200	无
4	2-甲氧基苯胺	90-04-0	浅红色或浅黄色油状液体	225	第2B类致癌物
5	3-甲基苯胺	108-44-1	无色油状液体	203	无
6	2-甲基苯胺	95-53-4	无色至浅黄色液体	200	第1类致癌物
7	2,4-二甲基苯胺	95-68-1	无色油状液体	218	第3类致癌物
8	4-硝基苯胺	100-01-6	黄色针状结晶	332	无
9	3-硝基苯胺	99-09-2	黄色针状结晶或粉末	306	无
10	4-氯苯胺	106-47-8	白色或浅黄色晶体	232	第2B类致癌物
11	2-萘胺	91-59-8	白色至淡红色有光泽片状晶体	306	第1类致癌物
12	2,6-二甲基苯胺	87-62-7	微黄色液体	216	第2B类致癌物
13	3-氯苯胺	108-42-9	无色至淡琥珀色液体	231	无
14	3,3’-二氯联苯胺	91-94-1	灰色至紫色固体结晶	/	第2B类致癌物
15	N-亚硝基二苯胺	86-30-6	淡黄色片状结晶	268	第3类致癌物

2.2　相关环保标准和环保工作的需要

2.2.1　环境质量标准与排放（控制）标准对污染物项目监测要求

我国环境质量标准与排放标准对苯胺类和联苯胺类的限值要求，见表2。

表 2　苯胺类和联苯胺类的环境质量标准与污染物排放（控制）标准

序号	标准号	标准名称	标准限值
1	GB 36600-2018	土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）	苯胺： 筛选值： 92 mg/kg (第一类用地)； 260 mg/kg (第二类用地)； 管制值： 211 mg/kg (第一类用地)； 663 mg/kg (第二类用地)； 3,3’-二氯联苯胺： 筛选值： 1.3 mg/kg (第一类用地)； 3.6 mg/kg (第二类用地)； 管制值： 13 mg/kg (第一类用地)； 36 mg/kg (第二类用地)。
2	GB 8978-1996	污水综合排放标准	苯胺类： 一级标准：1.0 mg/L； 二级标准：2.0 mg/L； 三级标准：5.0 mg/L。
3	GB 3838-2002	地表水环境质量标准	苯胺：0.1 mg/L； 联苯胺：0.0002 mg/L。
4	GB 18918-2002	城镇污水处理厂污染物排放标准	苯胺类：0.5 mg/L。
5	GB/T 18921-2002	城市污水再生利用 景观环境用水水质	苯胺类：0.5 mg/L。
6	GB 21523-2008	杂环类农药工业水污染物排放标准	苯胺类： 现有企业、新建企业-企业废水总排放口：1.0 mg/L； 水污染物特别排放限值：0.5 mg/L； 邻苯二胺： 现有企业-企业废水总排放口：3.0mg/L； 新建企业-企业废水总排放口：2.0mg/L； 水污染物特别排放限值：1.0 mg/L。
7	GB 21904-2008	化学合成类制药工业水污染物排放标准	苯胺类： 现有企业、新建企业-企业废水总排放口：2.0 mg/L； 水污染物特别排放限值：1.0 mg/L。
8	GB 25463-2010	油墨工业水污染物排放标准	苯胺类： 现有企业-企业废水总排放口：2.0mg/L； 新建企业-企业废水总排放口：1.0mg/L； 水污染物特别排放限值：0.5mg/L。
9	GB 4287-2012	纺织染整工业水污染物排放标准	苯胺类： 新建企业-企业废水总排放口不得检出(直接排放与间接排放)； 现有企业-企业废水总排放口 1.0mg/L(直接排放与间接排放)。

2.2.2 环境保护重点工作涉及的污染物项目监测要求

近几年，关于苯胺类和联苯胺类的污染事件并不鲜见，特别是 2012 年的“12·31 山西长治苯胺泄漏事故”，当时泄漏总量约为 38.7 吨。发现泄漏后，有关方面在潞城黄牛蹄水库截留了 30 吨，但仍有 8.7 吨苯胺排入浊漳河，对下游水源和土壤环境造成严重破坏。预防和

处置苯胺类和联苯胺类污染，不仅仅要对水体含量进行分析，土壤和沉积物中的含量分析也同样重要。本方法为液相色谱-三重四极杆质谱法，检出限可以满足各种土壤和沉积物中苯胺类和联苯胺类测定的要求。

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

目前，国外关于环境介质中苯胺类和联苯胺类的测定方法不多，欧盟、英国等对这两类化合物没有专门的测定方法，基本都采用美国的相关标准。EPA 8131 规定了环境样品和资源保护回收法案废物中的 19 种苯胺及其衍生物的测定方法。样品提取方式参考标准 EPA 3510、3520、3540、3541、3545、3550 或 3580；样品净化方式参考 EPA 3620 和 3640；使用气相色谱分离，氮磷检测器测定。水质样品直接适用本方法，其它基质的样品经过验证（加标回收测试）也可适用。EPA 8270D 规定了固体废弃物、土壤、空气和水中半挥发性有机化合物的测定方法，包括了 19 种苯胺类化合物和 5 种联苯胺类化合物。样品提取方式参考标准 EPA 3510、3520、3540、3541、3542、3545、3550 或 3580；样品净化方式参考 EPA 3620；使用气相色谱分离，质谱检测器测定。EPA 553 规定了水中联苯胺类和含氮农药的测定方法。该方法用二氯甲烷液-液萃取或 C_{18} 液-固萃取，K-D 浓缩器浓缩，HPLC/PB/MS 定量分析。EPA 8325 规定了水中非挥发性化合物的测定方法。样品提取方式参考标准 EPA 3510、3520 或 3535；使用 HPLC/PB/MS 定量分析。

苯胺和联苯胺是重要的偶氮染料中间体，联苯胺由于毒性很强，已停止使用，苯胺仍在大量使用，并且部分偶氮染料在化学反应分解中可能产生致癌芳香胺物质，所以环境中所含的苯胺类和联苯胺类污染物多来源于染料工业。欧盟标准 EN 14362-1、EN 14362-3《纺织品 某些源于偶氮染料的芳香胺的测定方法-第一部分，第三部分》规定了纺织产品中可分解出致癌芳香胺的禁用偶氮染料的检测方法，包括 22 种芳香胺。该标准将纺织样品还原分解以产生可能存在的致癌芳香胺，用液-液分配柱提取，浓缩后采用 TLC、HPTLC、HPLC/DAD、HPLC/MS、GC/FID、GC/MS 或 CE/DAD 检测。 国际标准 ISO 24362-1 与 ISO 24362-3、英国标准 BS 24362-1 与 BS 24362-3、日本标准 JIS L1940-1 与 JIS L1940-3 也对上述 22 种芳香胺做出同样的规定。2015 年 4 月，日本厚生劳动省（MHLW）公布一项条例，宣布通过《家用产品有害物质管控法案》的修订，除了上述 22 种芳香胺，还增加了 2,4-二甲基苯胺和 2,6-二甲基苯胺。国际标准 ISO 17234-1、ISO 17234-2《皮革 测定染色皮革中某些偶氮染料的化学试验-第一部分，第三部分》规定了染色皮革中能裂解释放出 24 种致癌芳香胺的禁用偶氮染料的检测方法。该标准将皮革样品脱脂后还原裂解以产生可能存在的致癌芳香胺，用液-液分配柱提取，浓缩后采用 TLC、HPTLC、HPLC/DAD、HPLC/MS、GC/MS 或 CE/DAD 检测。 欧盟标准 EN 17234-1 与 EN 17234-2、英国标准 BS 17234-1 与 BS 17234-2 也对上述 24 种芳香胺做出同样的规定。表 3 列出了国外用于测定苯胺类和联苯胺类的相关标准。

表 3　国外测定胺类和联苯胺类的相关标准

序号	标准号或名称	环境介质	测定化合物	分析仪器	制定年份	使用国家
1	EPA 8131	水、固体、固体废弃物	苯胺、4-溴苯胺、2-溴-6-氯-4-硝基苯胺、2-溴-4,6-二硝基苯胺、2-氯苯胺、3-氯苯胺、4-氯苯胺、2-氯-4,6-二硝基苯胺、2-氯-4-硝基苯胺、4-氯-2-硝基苯胺、2,6-二溴-4-硝基苯胺、3,4-二氯苯胺、2,6-二氯-4-硝基苯胺、2,4-二硝基苯胺、邻（间，对）-硝基苯胺、2,4,6-三氯苯胺和 2,4,5-三氯苯胺共 19 种苯胺及其衍生物	气相色谱-氮磷检测器	1996	美国
2	EPA 8270D	固体废弃物、土壤、水和空气	苯胺类：苯胺、2-甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、2,4,5-三甲基苯胺、邻(间、对)-硝基苯胺、2-甲氧基-5-硝基苯胺、2-甲基-5-硝基苯胺、4-氯苯胺、5-氯-2-甲基苯胺、1,4-苯二胺、4-氯-1,2-苯二胺、4-氯-1,3-苯二胺、4-甲基-1,3-苯二胺、1-萘胺、2-萘胺、二苯胺和 N-亚硝基二苯胺； 联苯胺类：4-氨基联苯、联苯胺、3,3’-二氯联苯胺、3,3’-二甲氧基联苯胺和 3,3’-二甲基联苯胺	气相色谱-质谱	2014	美国
3	EPA 553	水和废水	联苯胺、3,3’-二氯联苯胺、3,3’-二甲氧基联苯胺、3,3’-二甲基联苯胺	液相色谱-粒子束质谱	1992	美国
4	EPA 8325	水和废水	联苯胺、3,3’-二氯联苯胺、3,3’-二甲氧基联苯胺、3,3’-二甲基联苯胺	液相色谱-粒子束质谱	1996	美国
5	EN 14362-1 EN 14362-3	纺织品	2-甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、2,4,5-三甲基苯胺、2-甲氧基-5-甲基苯胺、4-氯苯胺、4-氯-2-甲基苯胺、5-硝基-2-甲基苯胺、2-萘胺、4-甲氧基-1,3-苯二胺、4-甲基-1,3-苯二胺、4-氨基联苯、联苯胺、3,3’-二氯联苯胺、3,3’-二甲氧基联苯胺、3,3’-二甲基联苯胺、邻氨基偶氮甲苯、4-氨基偶氮苯、4,4’-二氨基二苯甲烷、3,3’-二甲基-4,4’-二氨基二苯甲烷、4,4’-亚甲基-二-(2-氯苯胺)、4,4’-二氨基二苯醚和 4,4’-二氨基二苯硫醚共 22 种芳香胺	薄层色谱 液相色谱-二极管阵列检测器 液相色谱-质谱 气相色谱-氢火焰离子化检测器 气相色谱-质谱 毛细管电泳-二极管阵列检测器	2012	欧盟
6	ISO 24362-1 ISO 24362-3	纺织品	22 种芳香胺（与 EN 14362-1、EN 14362-3 相同）	与 EN 14362-1、EN 14362-3 相同	2014	国际
7	BS 24362-1 BS 24362-3	纺织品	22 种芳香胺（与 EN 14362-1、EN 14362-3 相同）	与 EN 14362-1、EN 14362-3 相同	2014	英国
8	ISO 17234-1	皮革	21 种芳香胺（不含 4-氨基偶氮	无气相色谱-氢火	2015	国际

<table>
<tr><th>序号</th><th>标准号或名称</th><th>环境介质</th><th>测定化合物</th><th>分析仪器</th><th>制定年份</th><th>使用国家</th></tr>
<tr><td rowspan="2"></td><td>BS 17234-1</td><td rowspan="2"></td><td rowspan="2">苯、其余与 EN 14362-1、EN 14362-3 相同)、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺</td><td rowspan="2">焰离子化检测器，其余与 EN 14362-1、EN 14362-3 相同</td><td rowspan="2"></td><td>英国</td></tr>
<tr><td>EN 17234-1</td><td>欧盟</td></tr>
<tr><td rowspan="3">9</td><td>ISO 17234-2</td><td rowspan="3">皮革</td><td rowspan="3">4-氨基偶氮苯</td><td rowspan="3">无气相色谱-氢火焰离子化检测器，其余与 EN 14362-1、EN 14362-3 相同</td><td rowspan="3">2011</td><td>国际</td></tr>
<tr><td>BS 17234-2</td><td>英国</td></tr>
<tr><td>EN 17234-2</td><td>欧盟</td></tr>
<tr><td>10</td><td>JIS L1940-1
JIS L1940-3</td><td>纺织品</td><td>22 种芳香胺（与 EN 14362-1、EN 14362-3 相同）</td><td>与 EN 14362-1、EN 14362-3 相同</td><td>2014</td><td>日本</td></tr>
<tr><td rowspan="2">11</td><td rowspan="2">《家用产品有害物质管控法案》</td><td>纺织品</td><td rowspan="2">22 种芳香胺（与 EN 14362-1、EN 14362-3 相同）、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺</td><td>与 EN 14362-1、EN 14362-3 相似</td><td rowspan="2">2015</td><td rowspan="2">日本</td></tr>
<tr><td>皮 革 / 毛皮产品</td><td>与 ISO 17234-1、ISO 17234-2 相似</td></tr>
</table>

3.2 国内相关分析方法研究

国内环保行业中关于苯胺类和联苯胺类化合物的分析方法标准集中在水质和气体方面，主要有：

《水质 苯胺类化合物的测定 N-(1-萘基)乙二胺偶氮分光光度法》（GB/T 11889-1989）规定了地面水、染料、制药等废水中芳香族伯胺类化合物的测定方法。该标准利用苯胺类化合物在酸性条件下（pH1.5～2.0）与亚硝酸盐重氮化，再与 N-(1-萘基)乙二胺盐酸盐偶合，生成紫红色染料，用分光光度法测定。

《苯胺类化合物的测定 液相色谱法（C）》（水和废水监测分析方法（第四版增补版））[33]规定了环境水体和工业废水中苯胺、对（间，邻）-硝基苯胺和 2,4-二硝基苯胺的测定方法。该方法用二氯甲烷液-液萃取，K-D 浓缩器浓缩，HPLC 定量分析。

《水质 苯胺类化合物的测定 气相色谱质谱法》（HJ 822-2017）规定了地表水、地下水、海水、生活污水和工业废水中苯胺、对（间，邻）-氯苯胺、对（间，邻）-硝基苯胺、4-溴苯胺、2,4,6-三氯苯胺、3,4-二氯苯胺、2,4,5-三氯苯胺、4-氯-2-硝基苯胺、2-氯-4-硝基苯胺、2,6-二氯-4-硝基苯胺、2-溴-6-氯-4-硝基苯胺、2-氯-4,6-二硝基苯胺、2,6-二溴-4-硝基苯胺、2,4-二硝基苯胺和 2-溴-4,6-二硝基苯胺共 19 种苯胺类化合物的测定方法。该方法在 pH≥11 条件下用二氯甲烷萃取，萃取液经脱水、浓缩、净化后经气相色谱分离，质谱检测器测定。

《空气质量 苯胺类的测定 盐酸萘乙二胺分光光度法》（GB/T 15502-1995）规定了工业废气和环境空气中苯胺（芳香伯胺）类化合物的测定方法。该标准以硫酸溶液吸收苯胺气体，在 pH2～3 和 15～20℃的条件下与亚硝酸盐重氮化，再与 N-(1-萘基)乙二胺盐酸盐偶合，生成紫红色化合物，用分光光度法测定。

《苯胺类化合物的测定 高效液相色谱法（C）》（空气和废气监测分析方法（第四版增补版））[34]规定了环境空气中苯胺、2-甲氧基苯胺、2-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、对（间，邻）-硝基苯胺、2,4-二硝基苯胺、2,6-二硝基苯胺和 3,5-二硝基苯胺的测定方法。该方法用硅胶采样管吸附空气中的苯胺，用甲醇洗脱后，经高效液相色谱分离，用紫外吸收检测器测定。

《大气固定污染源 苯胺类的测定 气相色谱法》（HJ/T 68-2001）规定了大气固定污染源有组织排放和无组织排放中气态苯胺、N,N-二甲基苯胺、2,5-二甲基苯胺、对（间，邻）-硝基苯胺的测定方法。该标准用硅胶采样管吸附，以 5%（V/V）无水乙醇的二氯甲烷溶液解析，经气相色谱分离，用氢火焰离子化检测器测定。

《土壤和沉积物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法》（HJ 834-2017）规定了土壤和沉积物中半挥发性有机物的测定方法，给出了4-氯苯胺、2-硝基苯胺、3-硝基苯胺和4-硝基苯胺四个项目的检出限和测定下限。标准采用索氏提取、加压流体萃取及其它等效萃取方法，弗罗里硅土或凝胶渗透色谱净化，气相色谱分离，质谱检测。

另外，《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》（GB 5085.3-2007）附录K中规定了固体废物、土壤和地下水中半挥发性有机化合物的测定方法，给出了4-氯苯胺、2-硝基苯胺、3-硝基苯胺和3,3'-二氯联苯胺四个项目的土壤和沉积物的估计定量限。该标准采用索氏提取，弗罗里硅土净化，气相色谱分离，质谱检测。

液相色谱-三重四极杆质谱法定性分析能力强，定量分析灵敏度高，代表了检测技术新的发展方向，有广阔的应用前景。目前我国已经发布了大量液相色谱-三重四极杆质谱法分析芳香胺（包括苯胺类和联苯胺类）的国家标准，具体见表4。

表4 国内不同介质中芳香胺的液相色谱分析标准

序号	标准	介质	化合物	使用仪器
1	化妆品中联苯胺等9种禁用芳香胺的测定 高效液相色谱-串联质谱法（GB/T 30930-2014）	化妆品	联苯胺、4,4'-二氨基二苯醚、邻氨基苯甲醚、3,3'-二甲基联苯胺、2,4,5-三甲基苯胺、4,4'-二氨基二苯硫醚、5-硝基-邻甲基苯胺、3,3'-二氯联苯胺、4-氨基偶氮苯	液相色谱-三重四极杆质谱
2	出口食品中2-氯苯胺含量的测定 液相色谱-质谱/质谱法（SN/T 3622-2013）	食品	2-氯苯胺	液相色谱-三重四极杆质谱
3	电子电气产品中芳香族伯胺的测定 液相色谱-质谱法（SN/T 3791-2014）	电子电气产品	22种芳香胺（与ISO 24362-1、ISO 24362-3相同）、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺、苯胺、对-苯二胺	液相色谱-质谱
4	电子电气产品中偶氮染料的测定 液相色谱-质谱法（SN/T 3792-2014）	电子电气产品	23种芳香胺(与ISO 17234-1相同)	液相色谱-质谱
5	皮革和毛皮 化学试验 禁用偶氮染料的测定（GB/T 19942-2005）	皮革和毛皮	23种芳香胺(与ISO 17234-1相同)	液相色谱-质谱、液相色谱-二极管阵列检测器
6	纺织品 禁用偶氮染料的测定（GB/T 17592-2011）	纺织品	22种芳香胺（与ISO 24362-1、ISO 24362-3相同）、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺	液相色谱-二极管阵列检测器

序号	标准	介质	化合物	使用仪器
7	皮革和毛皮 化学试验 禁用偶氮染料中 4-氨基偶氮苯的测定（GB/T 33392-2016）	皮革和毛皮	4-氨基偶氮苯	液相色谱-二极管阵列检测器
8	进出口染色纺织品和皮革制品中禁用偶氮染料的测定 第 1 部分：液相色谱法（SN/T 1045.1-2010）	纺织品、皮革制品	23 种芳香胺（与 ISO 17234-1 相同）	液相色谱法-二极管阵列检测器
9	化妆品中对苯二胺、邻苯二胺和间苯二胺的测定（GB/T 24800.12-2009）	化妆品	对（间，邻）-苯二胺	液相色谱-二极管阵列检测器
10	出口食品接触材料 高分子材料 有害芳香胺迁移量的检测方法 高效液相色谱法（SN/T 3045-2011）	食品接触材料	23 种芳香胺（与 ISO 17234-1 相同）、苯胺	液相色谱-紫外或二极管阵列检测器
11	进出口氧化型染发剂中 2-硝基-p-苯二胺及其盐类测定 高效液相色谱法（SN/T 3829-2014）	染发剂	2-硝基-p-苯二胺及其盐类	液相色谱-二极管阵列检测器

3.3 其他文献方法

国内外研究环境介质中苯胺类和联苯胺类的测定方法主要有分光光度法、气相色谱法、气相色谱-质谱法、液相色谱法和液相色谱-质谱法等，相关文献汇总详见表 5。

表 5 国内测定苯胺类和联苯胺类分析方法及文献资料

序号	论文题目	介质	样品预处理	苯胺类和联苯胺类化合物	分析方法	参考文献
1	土壤中芳香胺 3,3’-二氯联苯胺的测定研究	土壤	超声萃取	3,3’-二氯联苯胺	GC-MS	46
2	土壤中 64 种痕量半挥发性有机物的分析方法研究	土壤	超声萃取	4-氯苯胺、2-硝基苯胺、3-硝基苯胺、4-硝基苯胺	GC-MS	47
3	土壤中苯胺类污染物的液相色谱测定	土壤	加压流体萃取	苯胺、2-硝基苯胺、3-硝基苯胺、4-硝基苯胺、2,4-二硝基苯胺、2,6-二硝基苯胺、3,5-二硝基苯胺	HPLC	48

序号	论文题目	介质	样品预处理	苯胺类和联苯胺类化合物	分析方法	参考文献
4	土壤中痕量氯代苯胺的MAE-SPME-GC/QQQ 测定	土壤	微波萃取-固相微萃取	2-氯苯胺、3-氯苯胺、4-氯苯胺、2,3-二氯苯胺、2,4-二氯苯胺、2,5-二氯苯胺、2,6-二氯苯胺、3,4-二氯苯胺、3,5-二氯苯胺、2,3,4-三氯苯胺、2,4,6-三氯苯胺、3,4,5-三氯苯胺、2,4,5-三氯苯胺	GC-MS-MS	49
5	土壤及沉积物中 25 种芳香胺的固-液-液萃取及气相色谱-质谱测定方法初步研究	土壤和沉积物	碱解-振荡萃取	23 种芳香胺（与 ISO 17234-1 相同）、苯胺、2,4,5-三氯苯胺	GC-MS	50
6	液相色谱测定土壤中 4 种硝基苯胺类化合物	土壤	索氏提取	2-硝基苯胺、3-硝基苯胺、4-硝基苯胺、2,4-二硝基苯胺	HPLC	52
7	顶空气相色谱法快速测定土壤中苯、苯胺和硝基苯	土壤	顶空	苯胺	GC	53
8	土壤中苯胺类污染物测定的探讨	土壤	蒸馏	苯胺	分光光度法	54
9	液相色谱-串联质谱法测定化妆品中 9 种禁用芳香胺	化妆品	超声萃取	联苯胺、4,4’-二氨基二苯醚、邻氨基苯甲醚、3,3’-二甲基联苯胺、2,4,5-三甲基苯胺、4,4’-二氨基二苯硫醚、5-硝基-邻甲基苯胺、3,3’-二氯联苯胺、4-氨基偶氮苯	LC-MS-MS	57
10	液相色谱-串联质谱法测定水中 14 种苯胺类化合物	水质	直接进样	联苯胺、邻-苯二胺、苯胺、2-甲氧基苯胺、对-甲苯胺、邻-甲苯胺、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺、3-氯苯胺、4-氯苯胺、2-萘胺、4-硝基苯胺、3-硝基苯胺、2-硝基苯胺	LC-MS-MS	58

序号	论文题目	介质	样品预处理	苯胺类和联苯胺类化合物	分析方法	参考文献
11	固相萃取/液相色谱-串联质谱法测定水中苯胺类化合物及基质干扰的消除	水质	固相萃取	联苯胺、3,3’-二氯联苯胺、邻-苯二胺、间-苯二胺、苯胺、2-甲氧基苯胺、对-甲苯胺、邻-甲苯胺、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺、2,6-二乙基苯胺、2-乙基-6-甲基苯胺、3-氯苯胺、4-氯苯胺、2-萘胺、4-硝基苯胺、3-硝基苯胺、2-硝基苯胺	LC-MS-MS	59

由于苯胺类和联苯胺类化合物不稳定，容易氧化损失，而采用气相色谱法和气相色谱质谱法样品又必须经过高温气化过程，方法稳定性差。苯胺类和联苯胺类化合物在液相色谱的稳定性较好，但液相色谱的灵敏度较差，需要较大的取样量，预处理时消耗的溶剂量较大，净化的压力也较大，并且只能依靠保留时间定性，容易出现误判。最理想的方法是液相色谱-三重四极杆质谱法，灵敏度高，定性能力强，只需较少的取样量就能满足要求。

3.4 与本方法标准的关系

本方法采用国际上先进的液相色谱-三重四极杆质谱仪对土壤和沉积物中苯胺类和联苯胺类进行测定，目前国内外还没有颁布过采用该方法测定土壤和沉积物中苯胺类和联苯胺类的标准方法。本方法主要根据国内发表的文献资料、其他行业的标准方法和标准编制组对前处理方法和仪器分析条件进行的系统研究，制定出灵敏度高、稳定性好的分析方法标准。本标准样品的采集参照 HJ/T 166、HJ 494 和 GB 17378.3 的方法；样品的提取参照 EPA8270D 和 EPA3550C 的方法，样品的净化参照孙翠香等[46]应用 C_{18} 柱净化土壤中的芳香胺 3,3’-二氯联苯胺的方法。

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、沉积物中苯胺类和联苯胺类的有《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018）中规定苯胺的筛选值为 92 mg/kg（第一类用地）、260 mg/kg（第二类用地），管制值为 211 mg/kg（第一类用地）、663 mg/kg（第二类用地）；3,3’-二氯联苯胺的筛选值为 1.3 mg/kg（第一类用地）、3.6 mg/kg（第二类用地）；管制值为 13 mg/kg（第一类用地）、36 mg/kg（第二类用地）。

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，可满足浓度为 15.0 μg/kg 以上的样品分析，以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

本方法标准的制订符合《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）的要求。6 家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。6 家验证实验室对壤土和海洋沉积物样品（标准编制单位提供）、砂土和河流沉积物样品（各验证实验室自行提供）进行不同浓度的加标测试，以检验方法的适用性。同时进行单实验室内方法适用性检验实验，对我国东西南北中 6 个省份的典型土壤样品（黑龙江、山东、甘肃、河南、四川和海南）进行加标测试。

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、溶剂消耗量少、效率高的前处理方法对土壤和沉积物中的苯胺类和联苯胺类化合物进行提取；拟采用便捷、净化效果好的商业净化柱对提取液进行净化处理；拟采用液相色谱-三重四极杆质谱法中定性能力强，定量灵敏度高的多级反应扫描和内标法定量的方式，对苯胺类和联苯胺类化合物进行定性、定量分析；制定出适合我国大部分监测机构的监测能力和实际情况的方法标准，确保方法标准的科学性、先进性、可行性和可操作性。

4.2 标准的适用范围和主要技术内容

本方法标准根据《建设用地 土壤污染风险筛选指导值》（第三次征求意见稿）（现更名为《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018））的要求，参考《水质 苯胺类化合物的测定 气相色谱-质谱法》（HJ 822-2017）和国际上禁用芳香胺的清单，建立适用于土壤和沉积物中联苯胺、苯胺、4-甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、3-甲基苯胺、2-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、4-硝基苯胺、3-硝基苯胺、4-氯苯胺、2-萘胺、2,6-二甲基苯胺、3-氯苯胺、3,3'-二氯联苯胺和 N-亚硝基二苯胺共 15 种化合物的测定方法。其它苯胺类和联苯胺类化合物，如果通过验证也可用本方法测定。一个完整的分析方法应包括样品前处理和仪器分析两部分内容。前处理主要集中在样品提取、净化和浓缩技术的选择及优化；仪器分析则须明确适宜的质谱条件与色谱条件。

4.3 标准制修订的技术路线

本标准的方法研究技术路线见图 1。

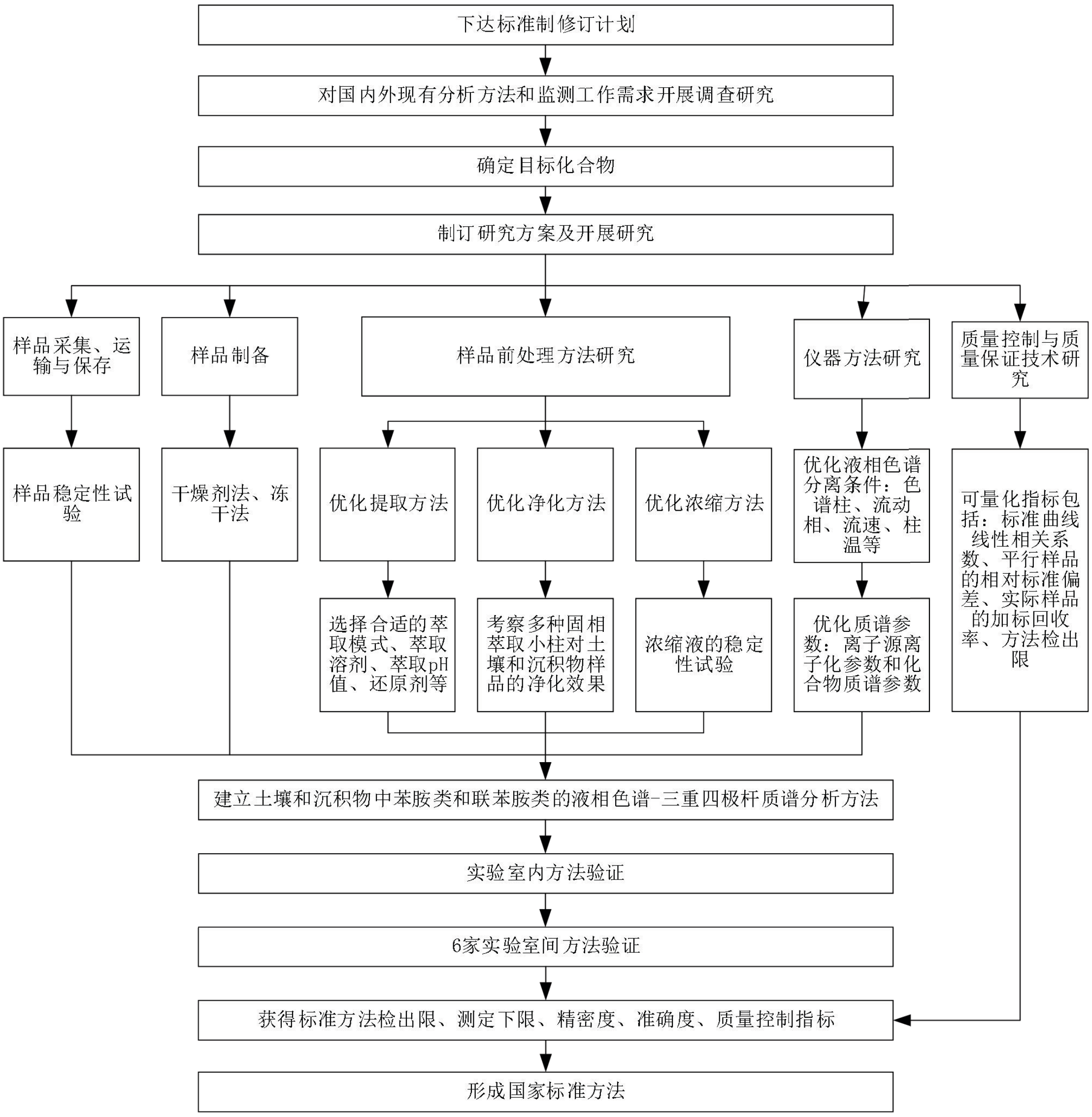


图 1　方法研究技术路线

5　方法研究报告

5.1　方法研究的目标

（1）研究适合定性、定量检测土壤和沉积物中 15 种苯胺类和联苯胺类化合物的液相色谱-三重四极杆质谱法，确定方法的检出限、测定下限、精密度、准确度等参数。

（2）通过实验和方法验证，确定方法的可行性和适用性。

（3）依据《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）的要求编写标准文本。

5.2　规范性引用文件

本标准引用了《海洋监测规范第 3 部分：样品采集、贮存与运输》（GB　17378.3）、《海

洋监测规范第 5 部分：沉积物分析》（GB 17378.5）、《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166）、《水质 采样技术指导》（HJ 494）以及《土壤 干物质和水分的测定 重量法》（HJ 613）等规范性文件。

5.3 方法原理

采用超声波萃取方式提取土壤或沉积物中的苯胺类和联苯胺类化合物，选择 C_{18} 固相萃取小柱对提取液净化，浓缩、定容后，用液相色谱-三重四极杆质谱法分离检测。根据保留时间和特征离子定性，内标法定量。

5.4 苯胺类和联苯胺类化合物的选择

（1）我国已颁布的《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018）（原《建设用地 土壤污染风险筛选指导值》（第三次征求意见稿））中规定了苯胺与 3,3'-二氯联苯胺的筛选值与管制值。

（2）《展览会用地土壤环境质量评价标准（暂行）》（HJ 350-2007）(2018 年 8 月废止) 中规定了苯胺、4-氯苯胺、N-亚硝基二苯胺、联苯胺与 3,3'-二氯联苯胺的 A 级土与 B 级土的的标准限值。

因此，确定苯胺类和联苯胺类化合物的必测项目为苯胺、4-氯苯胺、N-亚硝基二苯胺、联苯胺与 3,3'-二氯联苯胺。

土壤和沉积物中的苯胺类和联苯胺类污染主要来源于工业和城市的废水及固体废物。1989 年，原国家环境保护局“七·五”科研项目“中国环境优先监测研究”提出了“水中优先控制污染物黑名单”，包括 14 类 68 种有毒化学污染物，涉及的苯胺类化合物为苯胺、二硝基苯胺、4-硝基苯胺和 2,6-二氯硝基苯胺。基于上述考虑，增加 4-硝基苯胺、3-硝基苯胺、2-硝基苯胺、2,4-二硝基苯胺、2,6-二硝基苯胺、3,5-二硝基苯胺和 2,6-二氯硝基苯胺 7 种化合物。四川省环境监测总站赵云芝等通过质谱条件优化过程发现，2,4-二硝基苯胺、2,6-二硝基苯胺、3,5-二硝基苯胺和 2,6-二氯硝基苯胺只能负离子模式扫描，而必测项目采用正离子模式扫描。如果一次进样分析需要正负离子切换，由于切换速度的影响，正负切换时的两个化合物必须完全基线分离，而且保留时间偏离也会影响切换[63]。2-硝基苯胺虽然采用正离子模式扫描，但是基线较高，响应信号较弱。考虑到这些因素，标准编制组放弃了 2,4-二硝基苯胺、2,6-二硝基苯胺、3,5- 二硝基苯胺、2,6-二氯硝基苯胺和 2-硝基苯胺的分析。

同时参考了《水和废水监测分析方法》、《空气和废气监测分析方法》及 EPA 8131 中的测试项目有 2-甲氧基苯胺、2-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、3-氯苯胺和 4-氯苯胺等，还参考了芳香胺类化合物的毒性及欧盟禁止使用在还原条件下分解会产生 24 种致癌芳香胺的偶氮染料，对人体有致癌性的芳香胺有联苯胺、2-萘胺和 2-甲基苯胺，对动物有致癌性、对人体有可疑致癌性的芳香胺有 4-氯苯胺、2-甲氧基苯胺、2,6-二甲基苯胺、3,3'-二氯联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺和3,3'-二甲氧基联苯胺等。方法研究过程中发现3,3'-二甲基联苯胺与3,3'-二甲氧基联苯胺没有自己的同位素化合物，与其他内标物也不匹配，所以不纳入本标准的讨论范围。

综上所述，本标准最终确定的苯胺类与联苯胺类化合物为联苯胺、苯胺、4-甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、3-甲基苯胺、2-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、4-硝基苯胺、3-硝基苯胺、4-氯苯胺、2-萘胺、2,6-二甲基苯胺、3-氯苯胺、3,3'-二氯联苯胺和 N-亚硝基二苯胺共 15 种。

5.5 试剂和材料

5.5.1 试剂

标准研究过程中主要试剂有二氯甲烷、正己烷、丙酮、甲醇、甲酸、氨水、三氯乙酸、五水合硫代硫酸钠等。其中五水合硫代硫酸钠为分析纯，其余试剂均为色谱纯，实验用水为新制备的不含目标物的纯水。

5.5.2 标准溶液

可购买市售有证标准溶液（溶剂为甲醇），组分为联苯胺、苯胺、4-甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、3-甲基苯胺、2-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、4-硝基苯胺、3-硝基苯胺、4-氯苯胺、2-萘胺、2,6-二甲基苯胺、3-氯苯胺、3,3'-二氯联苯胺和N-亚硝基二苯胺。也可用标准物质配制，标准物质的纯度大于99%。贮备液于-18℃冷冻、密封、避光保存或参照制造商的产品说明。使用时应恢复至室温并摇匀。标准中间液的保存时间根据实验结果确定（5.8.3.3）。

5.5.3 内标物

内标物为联苯胺-D_8、苯胺-D_5、4-甲基苯胺-D_9、2-甲氧基苯胺-D_3、2-甲基苯胺-D_9、2,4-二甲基苯胺-D_6、3-硝基苯胺-D_4、4-氯苯胺-D_2、2-萘胺-D_7、2,6-二甲基苯胺-D_6、3-氯苯胺-D_3、3,3’-二氯联苯胺-D_6和N-亚硝基二苯胺-D_6。可购买市售有证标准溶液（溶剂为甲醇）或用甲醇稀释固体标准物质制备。贮备液于-18℃冷冻、密封、避光保存或参照制造商的产品说明。使用时应恢复至室温并摇匀。内标中间液的保存时间根据实验结果确定（5.8.3.3）。

5.5.4 石英砂

石英砂用于空白试样的制备，粒径在0.150 mm～0.450 mm（100目～40目）之间，要求不含影响目标物测定的干扰物，同时目标物含量低于方法检出限，使用前应在马弗炉中400℃烘烤4 h，检验确认无干扰。

5.5.5 干燥剂

用作干燥剂的无水硫酸钠为分析纯，使用前应在马弗炉中400℃烘烤4 h，以除去水分和干扰物，冷却后置于磨口玻璃瓶中密封，于干燥器中保存。

5.5.6 固相萃取小柱

土壤和沉积物的基质复杂，干扰较多。参考文献资料，标准编制组在酸性萃取体系中选择阳离子交换固相萃取柱作为净化柱（5.8.1.2）；在碱性萃取体系中比较了弗罗里、C_{18}、聚合物（HLB、PEP、Plexa）、硅胶和碱性氧化铝五类固相萃取小柱的净化效果（5.8.2.2）。

5.6 仪器和设备

按照HJ 168的相关要求，列出了本标准直接涉及的必要仪器设备。

5.7 样品

5.7.1 样品的采集

土壤样品的采集按照HJ/T 166的相关要求进行，水体沉积物样品的采集按照HJ 494的

相关要求进行，海洋沉积物样品的采集按照 GB 17378.3 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。

5.7.2 样品的保存

样品保存在事先清洗洁净的聚四氟乙烯衬垫棕色螺口玻璃瓶中，运输过程中应避光、密封、冷藏，尽快运回实验室分析。如暂不能分析，应在-18℃冷冻保存。由于苯胺类和联苯胺类化合物的性质差别较大，所以各目标物的保存时间不完全相同，需要根据样品稳定性检验的结果而定。

5.7.3 样品的制备

5.7.3.1 干燥剂法

称取 5 g（精确至 0.01 g）的新鲜样品于烧杯中，加入适量无水硫酸钠，充分拌匀直至散粒状，全部转移至离心管中待用。

5.7.3.2 冻干法

采用冷冻干燥机对样品进行脱水，将冻干后的样品进行研磨、过筛，均化处理成约 1mm 的颗粒，保存在事先清洗洁净的聚四氟乙烯衬垫棕色螺口玻璃瓶中，-18℃冷冻保存。由于样品性质不稳定，建议选用不易发热的球形研磨机和较低的研磨速度。

5.7.4 样品的稳定性检验

本标准拟以样品加标回收率作为稳定性检验的指标。当样品加标回收率在 70%～130%之间，确认样品无明显变化，最长测试时间间隔即为相应目标物的保存时间。

5.7.4.1 冷藏

称取含水率为 20%的新鲜样品 5 g（精确至 0.01 g）于烧杯中，按照 20.0 μg/kg（以苯胺计）的量加入标准溶液，加入适量无水硫酸钠，充分拌匀直至散粒状，全部转移至离心管中。加标样品共六个，记为 A 测试组。A 组样品按照顺序加入所需试剂与内标物后，密封振荡混匀，其余分析步骤参照 5.8.6 进行。称取同一新鲜样品 5 g（精确至 0.01 g）于离心管中，按照 20.0 μg/kg（以苯胺计）的量加入标准溶液，密封离心管，4℃冷藏保存。加标样品共六个，记为 B 测试组。24h 后采用干燥剂法制备 B 组样品，其余分析步骤与 A 组相同。表 6 为相关测试结果（内标法）。

表 6 冷藏样品的稳定性检验（内标法）

化合物名称	样品测定值（μg/kg）	样品加标回收率（%）		变化率（%）
		A 测试组	B 测试组	
联苯胺	0.0	41.9	16.1	-61.6
苯胺	0.0	57.7	37.8	-34.5
4-甲基苯胺	0.0	55.8	36.5	-34.6
2-甲氧基苯胺	0.0	62.3	21.7	-65.2
3-甲基苯胺	0.0	53.0	36.4	-31.3

化合物名称	样品测定值（μg/kg）	样品加标回收率（%）		变化率（%）
		A 测试组	B 测试组	
2-甲基苯胺	0.0	59.2	52.0	-12.2
2,4-二甲基苯胺	0.0	60.5	40.2	-33.6
4-硝基苯胺	0.0	76.8	69.1	-10.0
3-硝基苯胺	0.0	86.3	85.2	-1.3
4-氯苯胺	0.0	72.3	58.5	-19.1
2-萘胺	0.0	62.2	28.8	-53.7
2,6-二甲基苯胺	0.0	63.0	56.1	-11.0
3-氯苯胺	0.0	71.2	64.1	-10.0
3,3’-二氯联苯胺	0.0	79.4	68.8	-13.4
N-亚硝基二苯胺	0.0	86.0	113	31.4

注：变化率=（B 组测定值-A 组测定值）/A 组测定值 x100%

A 测试组的结果表明：新鲜样品经干燥剂法脱水后直接进行测试，15 种目标化合物中仅 4-硝基苯胺、3-硝基苯胺、4-氯苯胺、3-氯苯胺、3,3’-二氯联苯胺和 N-亚硝基二苯胺的回收率在 70%以上，其它 9 种目标物的回收率范围为 41.9～63.0，联苯胺的回收率最低。所以本标准不适合采用新鲜样品直接进行分析。

从表 6 可看出：新鲜样品冷藏 24h 后进行分析，联苯胺、2-甲氧基苯胺、2-萘胺、4-甲基苯胺、苯胺、2,4-二甲基苯胺、3-甲基苯胺等目标化合物的回收率降低 30%以上。所以本标准的新鲜样品冷藏保存的时间小于 24h。

5.7.4.2 冷冻

称取不含目标物的冻干黄壤样品（已研磨过筛）5 g（精确至 0.01 g）于离心管中，按照 20.0 μg/kg（以苯胺计）的量加入标准溶液，密封离心管，-18℃冷冻保存。加标样品共 30 个，分为 5 组，每组 6 个，分别在第 0、7、14、21 和 28 天按照分析步骤测试一组样品，测试结果（内标法）见图 2。图 2 的结果表明 2-萘胺的保存时间小于 7 天，所以需要重新进行 2-萘胺的稳定性检验，检验的时间间隔调整为 0、1、3、4 和 7 天，测试结果（内标法）见图 3。根据图 2～图 3 的测试结果，汇总各目标物的保存时间，具体见表 7。

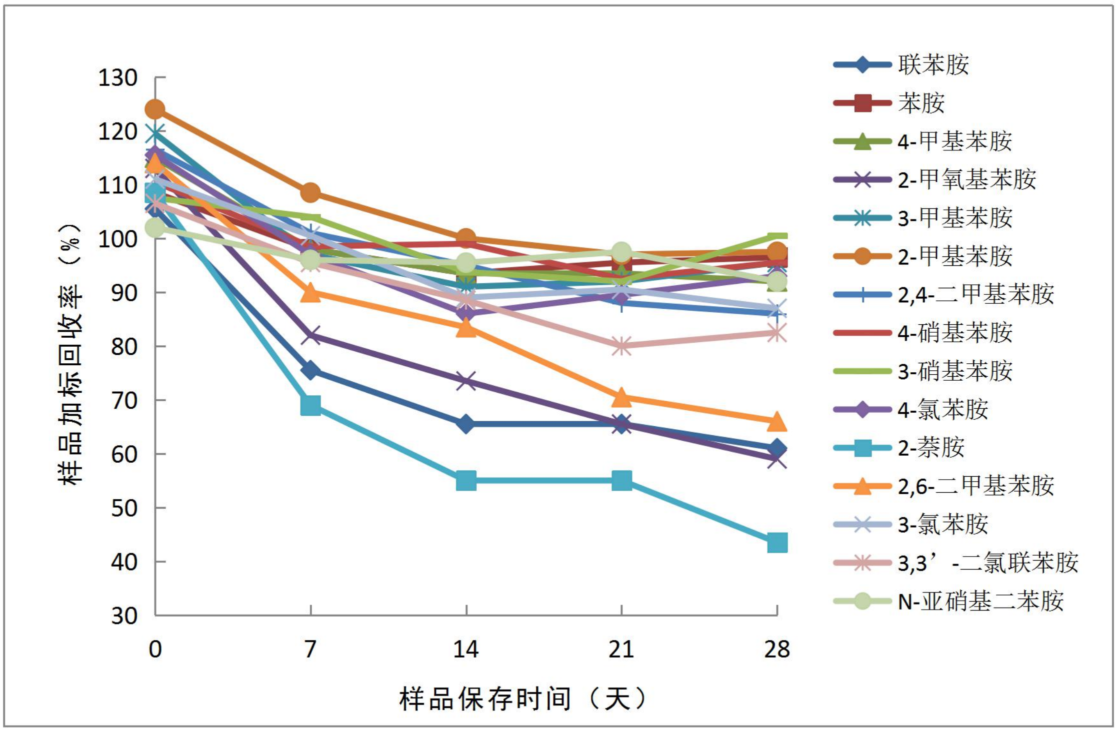


图 2　冷冻样品的稳定性检验-1（内标法）

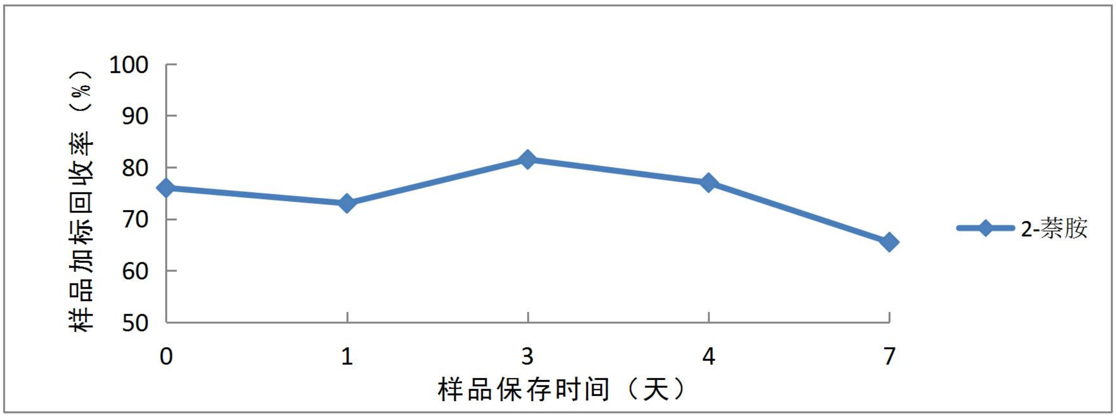


图 3　冷冻样品的稳定性检验-2（内标法）

表 7　样品保存时间汇总

化合物名称	保存时间
2-萘胺	4 d
联苯胺	7 d
2-甲氧基苯胺	14 d
2,6-二甲基苯胺	21 d
苯胺、4-甲基苯胺、3-甲基苯胺，2-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、4-硝基苯胺、3-硝基苯胺、4-氯苯胺、3-氯苯胺、3,3’-二氯联苯胺、N-亚硝基二苯胺	28 d

5.8 分析步骤

5.8.1 酸性萃取体系

5.8.1.1 提取

称取 2 g（精确至 0.01 g）冻干试样于离心管中，按照 20.0 μg/kg（以苯胺计）的量加入标准溶液，加入 0.1 mol/L 三氯乙酸溶液 8.0 ml，振荡 5 min 至试样分散均匀，再加入 2.0 ml 乙腈，振荡 5 min 后，6000 r/min 离心 10 min，上清液经 0.45 μm 针式滤器过滤。准确移取过滤后的上清液 2.00 ml，加入 0.1 mol/L 三氯乙酸溶液 8.0 ml，旋涡混匀，待净化[35]。

5.8.1.2 净化

将阳离子交换固相萃取小柱固定在固相萃取装置上，依次用 10 ml 甲醇、10 ml 纯水活化净化柱。将待净化溶液转移至固相萃取小柱中，用 0.1 mol/L 三氯乙酸溶液 5 ml 洗涤，抽至近干后，用 5%氨化甲醇溶液 5 ml 洗脱，接收洗脱液至完全流出。整个固相萃取过程流速不超过 1 ml/min。

5.8.1.3 浓缩

采用氮吹浓缩法。室温下，开启氮气至溶剂表面有细微涟漪（避免形成气涡），将净化后的洗脱液浓缩并用甲醇准确定容至 1 ml，转入 2 ml 棕色样品瓶。准确移取 250 μl 浓缩后的净化洗脱液，加入 750 μl 新鲜去离子水，混匀，用 0.22 μm 针式滤器过滤后转入棕色小瓶，上机分析。表 8 为相关测试结果（外标法）。

表 8 酸性萃取体系下 15 种目标物的加标回收率（外标法）

单位：%

化合物名称	样品类型		
	石英砂	土壤	沉积物
联苯胺	12.7	0.5	1.1
苯胺	26.6	21.4	15.0
4-甲基苯胺	44.2	29.1	25.2
2-甲氧基苯胺	54.3	27.5	38.8
3-甲基苯胺	65.8	43.2	34.4
2-甲基苯胺	77.9	52.5	48.6
2,4-二甲基苯胺	76.8	45.0	42.0
4-硝基苯胺	97.9	57.4	65.3
3-硝基苯胺	88.2	56.7	51.5
4-氯苯胺	85.0	60.0	37.4
2-萘胺	63.6	14.9	11.7
2,6-二甲基苯胺	61.2	37.7	51.5

化合物名称	样品类型		
	石英砂	土壤	沉积物
3-氯苯胺	76.2	54.8	31.8
3,3’-二氯联苯胺	26.6	2.8	5.6
N-亚硝基二苯胺	0.0	0.0	0.0

由表 8 可知，石英砂、土壤和沉积物三类样品中的 N-亚硝基二苯胺的加标回收率均为 0。因为 N-亚硝基二苯胺 N 上的氢原子被亚硝基所取代，不再具有碱性，无法与酸反应生成盐类，所以不能被阳离子交换柱保留。因此与 N-亚硝基二苯胺类似，即氨基上发生取代或衍生的苯胺类化合物用酸性萃取体系无法进行有效提取。苯胺、联苯胺与 3,3’-二氯联苯胺这三种重要的目标物在酸性体系的提取效果也不好。联苯胺在土壤和沉积物样品中的加标回收率<2%，3,3’-二氯联苯胺在实际样品中的加标回收率<6%，苯胺在石英砂、土壤和沉积物三类样品中的加标回收率最高为 26.6%。其余 11 种苯胺类化合物在石英砂中的加标回收率尚可，但在土壤和沉积物样品中的加标回收率显著下降，表明这些目标物在酸性体系中的提取效率受基质影响很大，无法有效消除干扰。综上所述，本标准不适合采用酸性萃取体系。

5.8.2 中性或碱性萃取体系

5.8.2.1 提取

（1）萃取模式

在空白石英砂中加入定量苯胺-D_5 与联苯胺-D_8，比较加压流体萃取、探头式超声与超声波清洗器三种萃取模式，比较结果见表 9。

表 9 萃取模式比较

萃取模式	加压流体萃取	探头式超声	超声波清洗器
萃取温度	80℃～100℃	常温，工作时探头温度高	＜25℃
萃取次数	1 次	2-3 次	1 次
处理批量样品/次	可以	不可以	可以
萃取溶剂消耗量	50 ml	150 ml	10 ml
浓缩	全部萃取液	全部萃取液	部分或全部萃取液
联苯胺-D_8 回收率	80℃时，<20%； 90℃时，<10%； 100℃时，几乎没有	/	40%左右

结论：因为苯胺类和联苯胺类化合物大多热不稳定，并且联苯胺在浓缩过程中极易损失，所以标准编制组选择超声波清洗器萃取模式，容易实现低温萃取以减少提取过程的损失，同时最小的浓缩体积可以缩短浓缩时间从而尽量减少浓缩过程的损失。

（2）萃取溶剂

取一不含目标物的冻干土壤样品，按照 20.0 μg/kg（以苯胺计）的量加标，通过加标回收实验比较正己烷-丙酮混合溶剂（1+1）、甲醇、乙腈、丙酮、甲基叔丁基醚、乙酸乙酯和二氯甲烷 7 种溶剂的萃取效果，相关测试结果（内标法）见表 10。

表 10　萃取溶剂比较（内标法）

<table>
<tr><th rowspan="2">化合物名称</th><th colspan="7">萃取溶剂</th></tr>
<tr><th>正己烷-丙酮（1+1）</th><th>甲醇</th><th>乙腈</th><th>丙酮</th><th>甲基叔丁基醚</th><th>乙酸乙酯</th><th>二氯甲烷</th></tr>
<tr><td>联苯胺</td><td rowspan="15">1. 回收率94.5%～129%
2.萃取液离心后澄清、无色；
3. 用0.22 μm滤头易过滤，与样品易分离。</td><td rowspan="15">1. 回收率87.0%～117%
2.萃取液离心后仍浑浊，颜色较深；
3. 用0.22 μm滤头.无法过滤，与样品不易分离。</td><td rowspan="15">1. 回收率88.2%～105%
2.萃取液离心后较浑浊，颜色较浅；
3. 用0.22 μm滤头难过滤，与样品不易分离。</td><td rowspan="15">1.回收率105%～139%
2.萃取液离心后澄清，无色；
3. 用0.22 μm滤头易过滤，与样品易分离。</td><td rowspan="15">1. 回收率85.0%～116%
2.萃取液离心后澄清、无色；
3. 用0.22 μm滤头易过滤，与样品易分离；
4.溶剂毒性较大。</td><td>138%</td><td>109%</td></tr>
<tr><td>苯胺</td><td>114%</td><td>100%</td></tr>
<tr><td>4-甲基苯胺</td><td>166%</td><td>51.8%</td></tr>
<tr><td>2-甲氧基苯胺</td><td>202%</td><td>32.2%</td></tr>
<tr><td>3-甲基苯胺</td><td>182%</td><td>38.5%</td></tr>
<tr><td>2-甲基苯胺</td><td>199%</td><td>41.2%</td></tr>
<tr><td>2,4-二甲基苯胺</td><td>185%</td><td>19.8%</td></tr>
<tr><td>4-硝基苯胺</td><td>200%</td><td>61.4%</td></tr>
<tr><td>3-硝基苯胺</td><td>203%</td><td>0%</td></tr>
<tr><td>4-氯苯胺</td><td>194%</td><td>0%</td></tr>
<tr><td>2-萘胺</td><td>169%</td><td>9.3%</td></tr>
<tr><td>2,6-二甲基苯胺</td><td>191%</td><td>14.4%</td></tr>
<tr><td>3-氯苯胺</td><td>218%</td><td>27.1%</td></tr>
<tr><td>3,3’-二氯联苯胺</td><td>111%</td><td>96.5%</td></tr>
<tr><td>N-亚硝基二苯胺</td><td>103%</td><td>0%</td></tr>
<tr><td colspan="8">注：内标物为苯胺-D_5、N-亚硝基二苯胺-D_6、联苯胺-D_8和3,3’-二氯联苯胺-D_6</td></tr>
</table>

由表 10 可知，参与比较的 7 种溶剂中，二氯甲烷萃取 3-硝基苯胺、4-氯苯胺和 N-亚硝基二苯胺的加标回收率为 0。乙酸乙酯萃取时，仅苯胺、N-亚硝基二苯胺、联苯胺和 3,3’-二氯联苯胺 4 种化合物的加标回收率<140%，其余 11 种苯胺类化合物的回收率在 166%～218%之间。说明乙酸乙酯萃取苯胺类化合物时，各化合物的提取效率差异很大，不能使用苯胺-D_5作为同一个内标物。正己烷-丙酮混合溶剂（1+1）、甲醇、乙腈、丙酮和甲基叔丁基醚萃取目标物的加标回收率都可以接受。甲醇与乙腈的萃取液离心后仍浑浊，且颜色较深，不利于后续的净化。综上所述，参与比较的 7 种溶剂，正己烷-丙酮混合溶剂（1+1）、丙酮和甲基叔丁基醚 3 种溶剂符合要求。但是丙酮的回收率普遍偏高，甲基叔丁基醚毒性较大，所以标准编制组最终选用正己烷-丙酮混合溶剂（1+1）作为萃取溶剂。

（3）萃取体系的 pH 值

因为苯胺类和联苯胺类化合物多为弱碱性物质，在碱性条件下萃取效率较高，而我国土壤的 pH 值大多在 4.5～8.5 的范围内,在地理分布上有“东南酸西北碱(南酸北碱)”的规律性。氢氧化钠和氨水常用于调节萃取体系的 pH 值。氢氧化钠是一种强碱，容易与土壤或沉积物样品中的金属离子生成难溶的沉淀。氨水是一种弱碱，具有一定的络合性，与 Ag^{+}、Cu^{2+}、Cr^{3+}、Zn^{2+}等离子能发生络合反应，土壤或沉积物样品中加入氨水不易生成沉淀。因此标准编制组选择氨水来调节正己烷-丙酮（1+1）萃取体系的 pH 值，相关测试结果见图 4。由图 4 可知，正己烷-丙酮（1+1）萃取体系呈弱酸性，pH 值为 5.65。在 10 ml 萃取溶剂中加入

50 μl 氨水，即可将萃取体系调至强碱性。

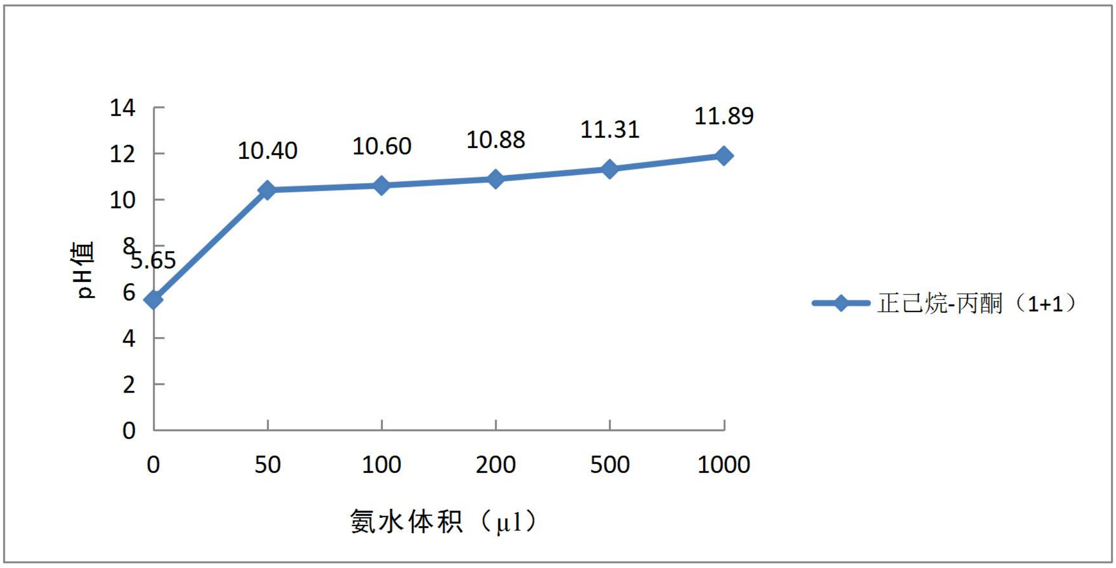


图 4　氨水对正己烷-丙酮（1+1）萃取体系 pH 值的影响

取一不含目标物的冻干红壤样品（pH=4.45），按照 20.0 μg/kg（以苯胺计）的量加标，通过加标回收实验研究萃取体系中氨水体积对 15 种目标物的影响，相关测试结果（外标法）见图 5。

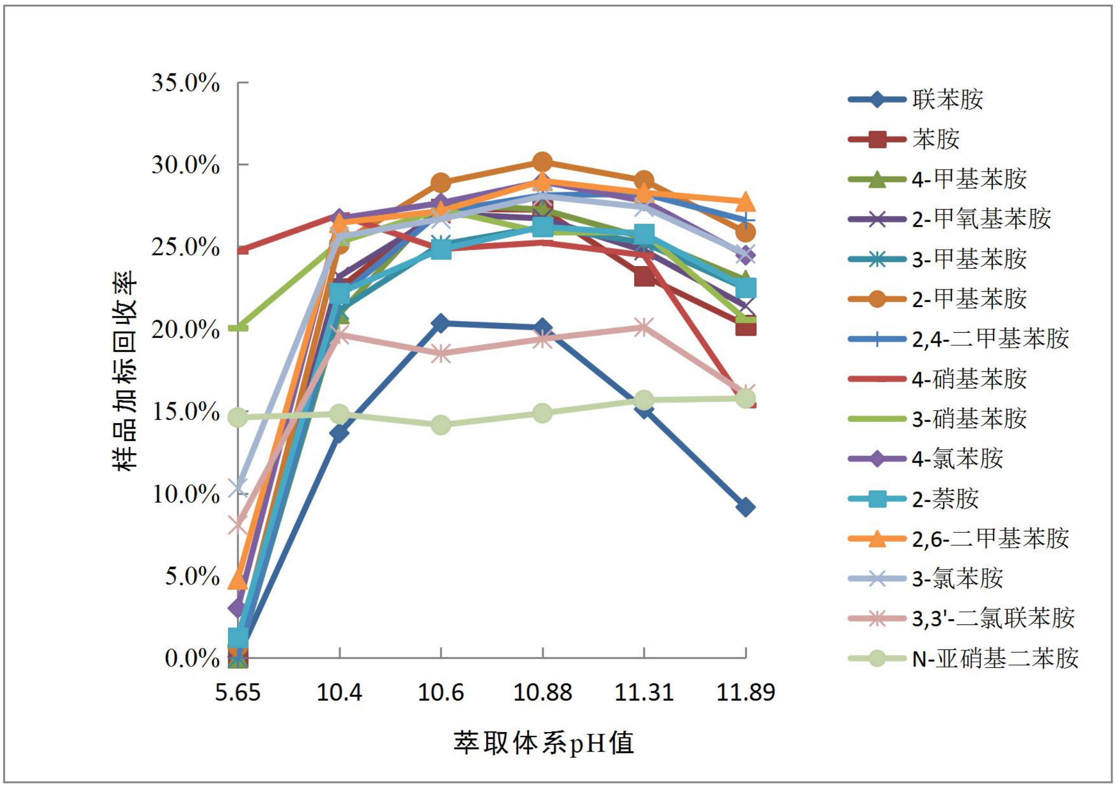


图 5　萃取体系 pH 值对 15 种目标物加标回收率的影响（外标法）

由图 5 可知，萃取体系 pH 值对实际样品中各目标物的影响差别较大，特别是酸性土壤。

当 pH 值在 5.65～11.89 之间，N-亚硝基二苯胺的加标回收率无明显变化。当 pH 值在 5.65～11.31 之间，4-硝基苯胺的加标回收率无明显变化，而 pH 值为 11.89 时，其回收率则下降约 40%。当 pH 值在 10.40～11.31 之间，3-硝基苯胺的加标回收率无明显变化，pH 值为 5.65 或 11.89 时，其回收率下降约 20%。当 pH 值为 5.65 时，3-氯苯胺与 3,3'-二氯联苯胺的加标回收率<10%，其余 10 种目标物的加标回收率<5%，表明弱酸性溶剂体系无法有效提取绝大部分目标化合物。萃取时加入 100 µl～200 µl 氨水，此时溶剂的 pH 值在 10.60～10.88 之间，所有目标物获得的加标回收率相对较好。由于后续步骤仅选择部分提取液进行净化，并非提取液全量转移，所以需要准确的萃取总体积。标准编制组选择加入氨水的体积为 100 µl，此时对萃取总体积的影响为 1%（可忽略不计）。

（4）还原剂

由于苯胺类和联苯胺类化合物容易氧化，为了抑制氧化作用需要在萃取体系中加入还原剂。常用的还原剂有抗坏血酸和硫代硫酸钠，抗坏血酸适用于酸性体系，硫代硫酸钠则适用于碱性体系。取一不含目标物的冻干红壤样品（pH=4.45），按照 20.0 µg/kg（以苯胺计）的量加标，通过加标回收实验研究五水合硫代硫酸钠对各目标化合物的影响，相关测试结果（外标法）见图 6。

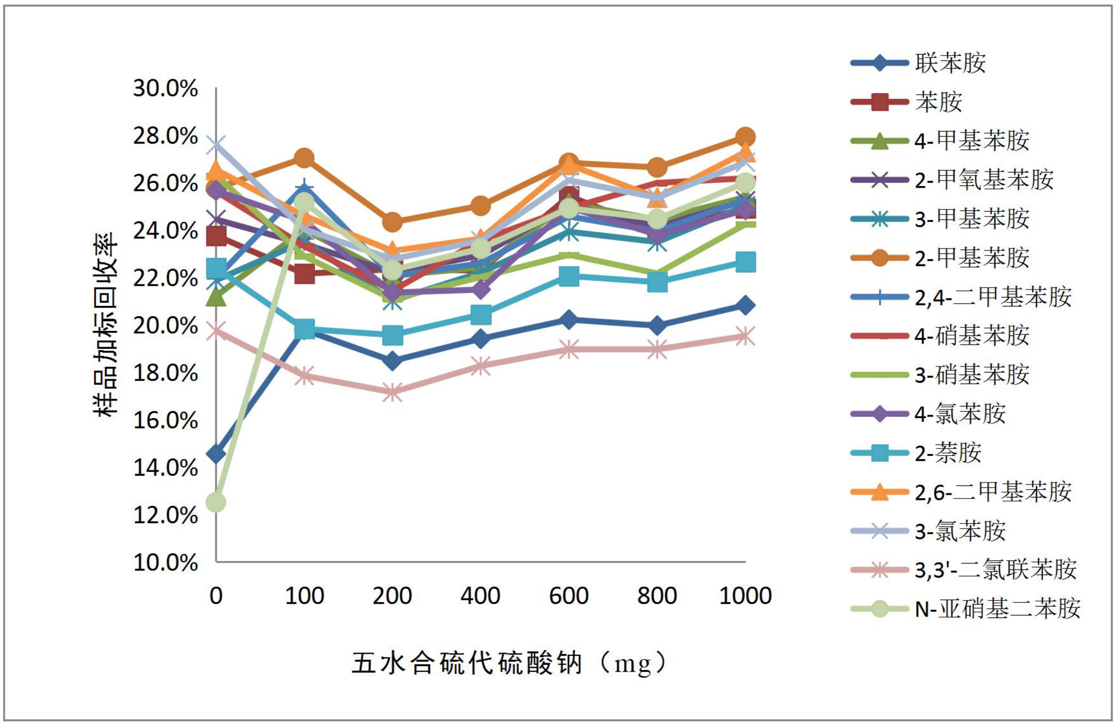


图 6　五水合硫代硫酸钠对 15 种目标物加标回收率的影响（外标法）

由图 6 可知，N-亚硝基二苯胺与联苯胺容易氧化，加入还原剂五水合硫代硫酸钠能有效抑制氧化作用，显著提高加标回收率。五水合硫代硫酸钠的添加量在 100～1000 mg 之间，所有目标化合物的加标回收率无明显变化，考虑到样品基质的复杂性，标准编制组选择加入过量的还原剂，即 1 g 五水合硫代硫酸钠。无水硫代硫酸钠也有同样的抗氧化效果，图 7 为两种还原剂均为 1g 时的相关测试结果（内标法）。

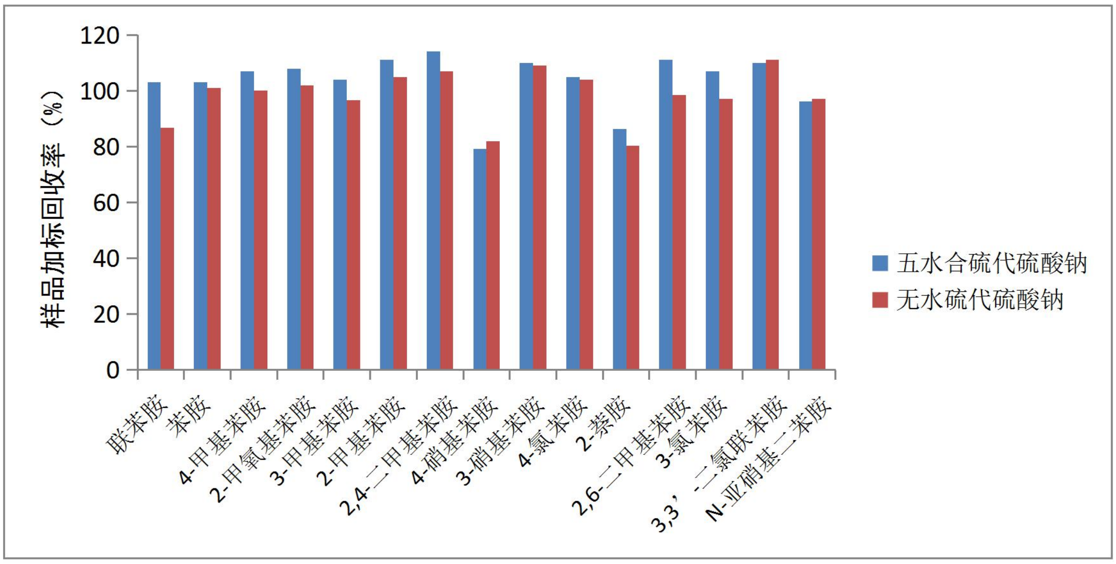


图 7　两种还原剂对 15 种目标物加标回收率的影响（内标法）

（5）萃取次数

超声提取是利用超声波具有的机械效应和空化效应，通过增大溶剂分子的运动速度和溶剂的穿透力，使溶剂快速地进入固体中，将固体所含的可溶性组分尽可能完全地溶于溶剂之中，得到多成分混合提取液，再将不溶性固体与提取液分离，其实质是可溶性组分由固相传递至液相的传质过程。通常一次超声提取不能完全提尽，需要采取不同的超声次数进行对比，确定最佳超声次数。标准编制组选取一个土壤样品和一个沉积物样品，按照 20.0 μg/kg（以苯胺计）的量加标，分别超声 1 次和 2 次，不同萃取次数的测试结果（外标法）见表 11。

表 11　萃取次数对 15 种目标物加标回收率的影响（外标法）

化合物名称	样品加标回收率（%）			
	土壤萃取 1 次	土壤萃取 2 次	沉积物萃取 1 次	沉积物萃取 2 次
联苯胺	34.3	33.8	26.4	25.7
苯胺	43.3	43.0	41.4	38.1
4-甲基苯胺	45.5	45.9	41.8	39.8
2-甲氧基苯胺	44.3	43.6	43.7	42.2
3-甲基苯胺	45.7	47.7	44.0	42.8
2-甲基苯胺	46.9	43.2	46.4	44.0
2,4-二甲基苯胺	47.8	46.4	46.3	44.0
4-硝基苯胺	40.2	43.4	45.2	44.9
3-硝基苯胺	40.4	46.6	45.5	45.9
4-氯苯胺	44.0	43.7	44.5	43.9
2-萘胺	42.0	43.2	40.8	39.4

化合物名称	样品加标回收率（%）			
	土壤萃取 1 次	土壤萃取 2 次	沉积物萃取 1 次	沉积物萃取 2 次
2,6-二甲基苯胺	44.5	44.8	49.5	49.0
3-氯苯胺	44.3	43.9	44.0	43.7
3,3'-二氯联苯胺	30.4	30.8	34.6	36.2
N-亚硝基二苯胺	34.2	32.8	35.5	32.6

测试结果表明：样品萃取 1 次或 2 次所获得的加标回收率水平相当，而萃取 2 次不仅增加了溶剂消耗量，过程也更为繁琐，耗时更长，所以标准编制组选择 1 次萃取。

5.8.2.2 净化

由于土壤和沉积物的基质复杂，干扰较多，提取液如果不经过净化直接上机极易造成色谱柱的堵塞和污染，而且样品基质直接影响目标物的电离，进而影响质谱检测的准确性。参考文献资料，提取液的净化一般采用固相萃取小柱净化。标准编制组采用土壤和沉积物加标回收实验对弗罗里、C_{18}、聚合物（HLB、PEP、Plexa）、硅胶和碱性氧化铝五类固相萃取小柱进行研究，加标浓度为 20 μg/kg（以苯胺计）。

（1）弗罗里固相萃取小柱

用 5 ml 二氯甲烷冲洗净化柱，再用 8 ml 正己烷平衡净化柱，分别用 5 ml 二氯甲烷和甲醇洗脱。二氯甲烷洗脱液采用氮吹浓缩法。室温下，开启氮气至溶剂表面有细微涟漪（避免形成气涡）。将净化后的洗脱液浓缩至约 1 ml 时，加入 5 ml 甲醇，继续浓缩至约 1 ml，重复加入甲醇并浓缩 2 次，确保二氯甲烷充分去除，用甲醇准确定容至 1.0 ml，转入 2 ml 棕色样品瓶。甲醇洗脱液也采用氮吹浓缩法。标准编制组测试了 CNW、Agela 和 Agilent 三个品牌的弗罗里固相萃取小柱，由于测试结果差别不大，采用均值进行研究。表 12 为内标物的相关测试结果（外标法），表 13 为 15 种目标物的相关测试结果（内标法）。

表 12　弗罗里柱对内标物加标回收率的影响（外标法）

单位：%

化合物名称	二氯甲烷洗脱		甲醇洗脱	
	土壤	沉积物	土壤	沉积物
联苯胺-D_8	36.8	30.8	46.6	40.6
苯胺-D_5	41.2	39.6	53.4	53.6
4-甲基苯胺-D_9	44.8	41.0	57.8	54.4
2-甲氧基苯胺-D_3	44.5	47.6	55.5	60.6
2-甲基苯胺-D_9	44.6	47.2	56.3	61.4
2,4-二甲基苯胺-D_6	43.0	43.7	55.4	57.6
3-硝基苯胺-D_4	51.0	61.9	55.2	68.2
4-氯苯胺-D_2	44.7	49.3	54.1	60.6

化合物名称	二氯甲烷洗脱		甲醇洗脱	
	土壤	沉积物	土壤	沉积物
2-萘胺-D_7	44.3	44.0	53.1	52.4
2,6-二甲基苯胺-D_6	40.6	45.7	51.0	59.9
3-氯苯胺-D_3	42.2	47.9	50.2	58.4
3,3’-二氯联苯胺-D_6	46.5	50.3	45.8	54.3
N-亚硝基二苯胺-D_6	37.5	42.9	43.8	51.1

表 13　弗罗里柱对 15 种目标物加标回收率的影响（内标法）

单位：%

化合物名称	二氯甲烷洗脱				甲醇洗脱			
	4 种内标		13 种内标		4 种内标		13 种内标	
	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物
联苯胺	99.3	107	99.3	107	98.7	110	98.7	110
苯胺	110	130	110	130	108	126	108	126
4-甲基苯胺	105	110	96.7	107	105	109	97.2	107
2-甲氧基苯胺	112	142	105	118	107	134	103	119
3-甲基苯胺	105	122	105	122	105	118	105	118
2-甲基苯胺	110	141	92.8	110	112	142	97.3	114
2,4-二甲基苯胺	103	127	99.0	115	104	127	100	118
4-硝基苯胺	148	217	148	217	119	175	119	175
3-硝基苯胺	132	190	106	122	110	157	107	123
4-氯苯胺	106	147	97.9	119	100	135	98.9	120
2-萘胺	111	127	104	115	104	114	105	117
2,6-二甲基苯胺	105	146	105	125	100	141	102	125
3-氯苯胺	107	150	105	124	99.4	135	105	123
3,3’-二氯联苯胺	97.8	118	97.8	118	107	122	107	122
N-亚硝基二苯胺	100	118	100	118	100	121	100	121

由表 12 可知，甲醇的洗脱效果略优于二氯甲烷，并且二氯甲烷洗脱液浓缩时，需要将溶剂置换成甲醇，过程繁琐且耗时较长。由表 13 可知，采用 13 种内标定量模式，甲醇洗脱时目标物的加标回收率为 97.2%～175%，二氯甲烷洗脱时目标物的加标回收率为 92.8%～217%；采用 4 种内标定量模式，甲醇洗脱时目标物的加标回收率为 98.7%～175%，二氯甲烷洗脱时目标物的加标回收率为 97.8%～217%，甲醇洗脱目标物获得的回收率明显更好。在本方法研究中，采用甲醇作为弗罗里柱的洗脱溶剂更为合适。

（2）C_{18}固相萃取小柱

用 5 ml 二氯甲烷冲洗净化柱，再用 5 ml 甲醇平衡净化柱，用 5 ml 甲醇洗脱，洗脱液采用氮吹浓缩法。标准编制组测试了 Waters、SUPELCO、Thermo、CNW、Agela 和 Agilent 六个品牌的 C_{18}固相萃取小柱，由于测试结果差别较大，所以选取同一样品的最小值与最大值进行研究。表 14 为内标物的相关测试结果（外标法），表 15～表 18 为 15 种目标物的相关测试结果（内标法）。

表 14　C_{18}柱对内标物加标回收率的影响（外标法）

单位：%

化合物名称	土壤		沉积物	
	最小值	最大值	最小值	最大值
联苯胺-D_8	28.6	57.3	22.7	45.9
苯胺-D_5	46.3	91.8	34.8	67.7
4-甲基苯胺-D_9	48.7	94.8	38.4	72.5
2-甲氧基苯胺-D_3	44.4	83.6	37.7	71.6
2-甲基苯胺-D_9	47.9	87.2	43.8	83.0
2,4-二甲基苯胺-D_6	46.3	90.1	42.9	81.5
3-硝基苯胺-D_4	43.8	77.1	38.1	56.3
4-氯苯胺-D_2	44.0	75.1	42.5	73.0
2-萘胺-D_7	41.7	72.3	33.6	60.4
2,6-二甲基苯胺-D_6	43.7	71.3	43.7	60.9
3-氯苯胺-D_3	43.9	72.7	40.2	57.0
3,3’-二氯联苯胺-D_6	37.1	60.8	32.5	44.1
N-亚硝基二苯胺-D_6	37.0	67.9	60.6	94.7

表 15　C_{18}柱对土壤中 15 种目标物加标回收率的影响（4 种内标）

化合物名称	加标回收率（%）					
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Thermo	Agilent
联苯胺	92.9	94.0	99.0	97.3	101	92.5
苯胺	88.3	91.8	90.7	88.8	89.5	88.3
4-甲基苯胺	97.7	101	102	99.8	101	103
2-甲氧基苯胺	92.1	94.3	85.1	90.5	90.7	85.9
3-甲基苯胺	93.1	96.9	91.8	96.3	95.2	96.8
2-甲基苯胺	103	104	97.5	106	96.7	98.5
2,4-二甲基苯胺	102	104	101	108	105	109

化合物名称	加标回收率（%）					
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Thermo	Agilent
4-硝基苯胺	105	66.7	84.6	108	64.5	64.4
3-硝基苯胺	102	66.1	88.8	101	63.9	65.2
4-氯苯胺	94.5	82.3	86.4	99.0	85.3	69.7
2-萘胺	90.4	87.1	78.8	96.5	86.1	65.7
2,6-二甲基苯胺	98.3	74.1	86.9	100	71.1	73.8
3-氯苯胺	97.4	74.4	89.1	99.3	74.5	68.3
3,3’-二氯联苯胺	103	117	106	103	108	106
N-亚硝基二苯胺	101	110	107	106	109	108

表 16　C_{18}柱对土壤中 15 种目标物加标回收率的影响（13 种内标）

化合物名称	加标回收率（%）					
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Thermo	Agilent
联苯胺	92.9	94.0	99.0	97.3	101	92.5
苯胺	88.3	91.8	90.7	88.8	89.5	88.3
4-甲基苯胺	95.1	98.5	95.9	95.4	101	95.3
2-甲氧基苯胺	95.5	105	96.9	94.5	99.7	95.6
3-甲基苯胺	93.1	96.9	91.8	96.3	95.2	96.8
2-甲基苯胺	102	106	105	102	103	101
2,4-二甲基苯胺	103	106	105	107	108	107
4-硝基苯胺	105	66.7	84.6	108	64.5	64.4
3-硝基苯胺	98.2	111	112	106	108	105
4-氯苯胺	99.6	109	101	105	105	103
2-萘胺	103	110	107	107	109	104
2,6-二甲基苯胺	103	110	104	106	105	107
3-氯苯胺	99.8	111	103	105	105	106
3,3’-二氯联苯胺	103	117	106	103	108	106
N-亚硝基二苯胺	101	110	107	106	109	108

表 17　C_{18}柱对沉积物中 15 种目标物加标回收率的影响（4 种内标）

化合物名称	加标回收率（%）					
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Thermo	Agilent
联苯胺	105	103	102	104	103	103
苯胺	113	113	119	115	118	115
4-甲基苯胺	111	109	115	108	111	115
2-甲氧基苯胺	127	122	116	122	119	119
3-甲基苯胺	121	115	116	118	114	117
2-甲基苯胺	128	127	127	129	128	124
2,4-二甲基苯胺	128	124	121	125	124	129
4-硝基苯胺	144	99.4	118	133	85.9	96.5
3-硝基苯胺	135	88.3	108	133	89.4	87.8
4-氯苯胺	126	118	113	128	118	107
2-萘胺	111	95.9	102	111	100	93.1
2,6-二甲基苯胺	129	114	112	130	99.0	110
3-氯苯胺	126	112	111	127	97.9	100
3,3’-二氯联苯胺	117	119	115	118	117	117
N-亚硝基二苯胺	110	111	114	119	117	115

表 18　C_{18}柱对沉积物中 15 种目标物加标回收率的影响（13 种内标）

化合物名称	加标回收率（%）					
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Thermo	Agilent
联苯胺	105	103	102	104	103	103
苯胺	113	113	119	115	118	115
4-甲基苯胺	102	103	101	98.0	103	101
2-甲氧基苯胺	115	111	111	113	112	110
3-甲基苯胺	121	115	116	118	114	117
2-甲基苯胺	113	110	112	109	105	103
2,4-二甲基苯胺	112	111	108	110	110	110
4-硝基苯胺	144	99.4	118	133	85.9	96.5
3-硝基苯胺	114	107	109	121	127	117
4-氯苯胺	109	108	106	109	109	110
2-萘胺	113	104	114	116	116	116

化合物名称	加标回收率（%）					
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Thermo	Agilent
2,6-二甲基苯胺	115	116	112	113	110	113
3-氯苯胺	117	117	119	121	118	121
3,3’-二氯联苯胺	117	119	115	118	117	117
N-亚硝基二苯胺	110	111	114	119	117	115

由表 14 可知，使用不同品牌的 C_{18} 固相萃取小柱对同一样品进行净化，同一内标物的加标回收率差别较大。表 15～表 18 的测试结果表明，采用 13 种内标定量模式，土壤中目标物的加标回收率为 64.4%～117%，沉积物中目标物的加标回收率为 85.9%～144%。采用 4 种内标定量模式，土壤中目标物的加标回收率为 63.9%～117%，沉积物中目标物的加标回收率为 85.9%～144%。

（3）聚合物柱（HLB、PEP、Plexa）

净化、浓缩方式同 C_{18} 柱。标准编制组测试了 Waters、SUPELCO、Thermo、CNW、Agela 和 Agilent 六个品牌的性质相近的聚合物固相萃取小柱，由于测试结果差别较大，所以选取同一样品的最小值与最大值进行研究。表 19～表 20 为内标物的相关测试结果（外标法），表 21～表 24 为 15 种目标物的相关测试结果（内标法）。

表 19　HLB 柱对内标物加标回收率的影响（外标法）

单位：%

化合物名称	土壤		沉积物	
	最小值	最大值	最小值	最大值
联苯胺-D_8	39.9	56.8	28.9	40.7
苯胺-D_5	42.9	67.3	38.5	60.8
4-甲基苯胺-D_9	42.3	63.8	34.3	51.1
2-甲氧基苯胺-D_3	45.3	66.7	38.3	58.7
2-甲基苯胺-D_9	42.1	63.8	39.4	60.7
2,4-二甲基苯胺-D_6	40.2	59.8	36.5	55.0
3-硝基苯胺-D_4	45.1	80.6	48.0	78.6
4-氯苯胺-D_2	44.7	69.9	40.8	65.1
2-萘胺-D_7	43.6	74.7	38.1	63.4
2,6-二甲基苯胺-D_6	41.2	60.5	41.4	60.6
3-氯苯胺-D_3	46.9	72.2	44.4	68.7
3,3’-二氯联苯胺-D_6	51.0	64.8	48.3	61.9
N-亚硝基二苯胺-D_6	36.5	48.1	38.7	55.2

表 20　PEP 与 Plexa 柱对内标物加标回收率的影响（外标法）

单位：%

化合物名称	土壤			沉积物		
	Agela	Thermo	Agilent	Agela	Thermo	Agilent
联苯胺-D_8	51.0	27.9	45.2	35.3	19.2	36.1
苯胺-D_5	60.2	27.4	43.7	47.9	28.7	40.0
4-甲基苯胺-D_9	57.4	29.5	46.5	41.5	26.9	40.6
2-甲氧基苯胺-D_3	61.4	28.2	43.1	46.8	30.1	44.0
2-甲基苯胺-D_9	56.6	29.8	46.9	46.4	30.3	47.0
2,4-二甲基苯胺-D_6	53.8	28.8	45.0	43.8	28.6	44.2
3-硝基苯胺-D_4	63.3	27.0	43.9	64.0	34.3	49.3
4-氯苯胺-D_2	59.3	28.0	44.2	50.4	30.6	46.2
2-萘胺-D_7	61.9	27.9	45.0	50.9	26.8	44.7
2,6-二甲基苯胺-D_6	51.9	26.8	41.7	49.5	31.9	46.9
3-氯苯胺-D_3	57.8	27.6	42.8	54.4	31.3	46.8
3,3’-二氯联苯胺-D_6	63.1	26.0	39.1	60.3	29.1	41.4
N-亚硝基二苯胺-D_6	49.3	37.4	56.5	51.8	30.6	69.0

表 21　聚合物柱对土壤中 15 种目标物加标回收率的影响（4 种内标）

单位：%

化合物名称	HLB			PEP		Plexa
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Thermo	Agilent
联苯胺	97.9	91.3	92.3	92.7	90.5	92.3
苯胺	101	93.5	91.0	97.3	68.6	79.9
4-甲基苯胺	98.4	88.8	87.9	92.4	96.4	95.5
2-甲氧基苯胺	104	90.9	92.9	99.7	99.0	96.9
3-甲基苯胺	102	90.9	91.3	94.9	87.4	88.4
2-甲基苯胺	110	98.9	98.3	104	97.8	98.2
2,4-二甲基苯胺	98.7	89.0	88.9	93.1	81.1	81.3
4-硝基苯胺	146	133	150	145	100	104
3-硝基苯胺	125	106	128	117	92.2	101
4-氯苯胺	110	94.0	103	102	93.2	92.8
2-萘胺	114	97.9	115	109	98.9	101

化合物名称	HLB			PEP		Plexa
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Thermo	Agilent
2,6-二甲基苯胺	108	92.8	96.6	98.9	91.0	89.9
3-氯苯胺	117	96.7	108	102	102	102
3,3’-二氯联苯胺	111	102	104	108	92.7	95.6
N-亚硝基二苯胺	111	104	103	107	106	101

表 22　聚合物柱对土壤中 15 种目标物加标回收率的影响（13 种内标）

单位：%

化合物名称	HLB			PEP		Plexa
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Thermo	Agilent
联苯胺	97.9	91.3	92.3	92.7	90.5	92.3
苯胺	101	93.5	91.0	97.3	68.6	79.9
4-甲基苯胺	99.5	93.9	92.7	96.8	92.1	92.8
2-甲氧基苯胺	98.6	93.6	93.8	97.6	98.6	98.2
3-甲基苯胺	102	90.9	91.3	94.9	87.4	88.4
2-甲基苯胺	110	106	104	111	88.2	91.1
2,4-二甲基苯胺	105	101	100	104	90.4	92.8
4-硝基苯胺	146	133	150	145	100	104
3-硝基苯胺	119	109	106	111	93.0	99.9
4-氯苯胺	105	96.7	98.9	104	92.8	93.5
2-萘胺	114	105	105	108	97.6	97.4
2,6-二甲基苯胺	112	106	108	115	92.9	94.1
3-氯苯胺	106	100	101	106	101	104
3,3’-二氯联苯胺	111	102	104	108	92.7	95.6
N-亚硝基二苯胺	111	104	103	107	106	101

表 23　聚合物柱对沉积物中 15 种目标物加标回收率的影响（4 种内标）

单位：%

化合物名称	HLB			PEP		Plexa
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Thermo	Agilent
联苯胺	86.8	86.3	84.8	86.7	84.4	83.3
苯胺	93.7	94.7	97.5	98.5	90.3	85.0
4-甲基苯胺	75.8	73.4	72.8	76.0	78.2	91.3

化合物名称	HLB			PEP		Plexa
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Thermo	Agilent
2-甲氧基苯胺	93.5	91.2	88.0	91.5	102	115
3-甲基苯胺	85.7	85.6	84.6	87.4	90.9	98.3
2-甲基苯胺	102	100	101	102	110	123
2,4-二甲基苯胺	92.3	83.5	88.5	87.7	95.5	96.5
4-硝基苯胺	136	147	145	151	116	151
3-硝基苯胺	141	138	132	131	115	131
4-氯苯胺	96.8	96.3	96.2	95.5	88.2	118
2-萘胺	79.0	82.1	85.4	75.8	83.7	107
2,6-二甲基苯胺	104	101	96.7	103	106	124
3-氯苯胺	113	112	113	111	108	129
3,3’-二氯联苯胺	102	103	103	103	101	112
N-亚硝基二苯胺	102	101	102	100	102	110

表 24　聚合物柱对沉积物中 15 种目标物加标回收率的影响（13 种内标）

单位：%

化合物名称	HLB			PEP		Plexa
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Thermo	Agilent
联苯胺	86.8	86.3	84.8	86.7	84.4	83.3
苯胺	93.7	94.7	97.5	98.5	90.3	85
4-甲基苯胺	85.0	84.6	86.4	86.0	83.3	92.8
2-甲氧基苯胺	93.8	98.6	96.0	93.7	100	105
3-甲基苯胺	85.7	85.6	84.6	87.4	90.9	98.3
2-甲基苯胺	97.7	103	99.5	101	102	101
2,4-二甲基苯胺	97.0	90.0	97.4	96.0	95.7	103
4-硝基苯胺	136	147	145	151	116	151
3-硝基苯胺	113	115	102	97.4	96.7	106
4-氯苯胺	91.3	91.3	89.7	90.8	82.9	105
2-萘胺	93.8	92.8	93.2	91.9	96.1	95.7
2,6-二甲基苯胺	96.5	97.6	97.3	100	95.1	106
3-氯苯胺	97.1	98.1	99.6	97.5	98.4	111
3,3’-二氯联苯胺	102	103	103	103	101	112

化合物名称	HLB			PEP		Plexa
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Thermo	Agilent
N-亚硝基二苯胺	102	101	102	100	102	110

由表 19～表 20 可知，使用性质相近的聚合物固相萃取小柱（HLB、PEP、Plexa）对同一样品进行净化，同一内标物的加标回收率差别较大。表 21～表 24 的测试结果表明，采用 13 种内标定量模式，土壤中目标物的加标回收率为 68.6%～150%，沉积物中目标物的加标回收率为 82.9%～151%。采用 4 种内标定量模式，土壤中目标物的加标回收率为 68.6%～150%，沉积物中目标物的加标回收率为 72.8%～151%。

（4）硅胶柱

净化、浓缩方式同 C_{18} 柱。标准编制组测试了 Waters、SUPELCO、Thermo、CNW、Agela 和 Agilent 六个品牌的硅胶固相萃取小柱，由于测试结果差别不大，采用均值进行研究。表 25 为内标物的相关测试结果（外标法），表 26 为 15 种目标物的相关测试结果（内标法）。

表 25　硅胶柱对内标物加标回收率的影响（外标法）

单位：%

化合物名称	土壤	沉积物
联苯胺-D_8	57.8	41.3
苯胺-D_5	83.6	72.5
4-甲基苯胺-D_9	89.5	76.5
2-甲氧基苯胺-D_3	83.8	85.1
2-甲基苯胺-D_9	92.1	93.4
2,4-二甲基苯胺-D_6	86.4	86.5
3-硝基苯胺-D_4	82.4	86.2
4-氯苯胺-D_2	86.1	86.9
2-萘胺-D_7	74.9	65.5
2,6-二甲基苯胺-D_6	84.2	88.9
3-氯苯胺-D_3	84.0	84.3
3,3’-二氯联苯胺-D_6	67.5	66.7
N-亚硝基二苯胺-D_6	45.5	46.4

表 26　硅胶柱对 15 种目标物加标回收率的影响（内标法）

单位：%

化合物名称	4 种内标		13 种内标	
	土壤	沉积物	土壤	沉积物
联苯胺	98.0	98.5	98.0	98.5

化合物名称	4 种内标		13 种内标	
	土壤	沉积物	土壤	沉积物
苯胺	107	115	107	115
4-甲基苯胺	103	103	96.1	96.0
2-甲氧基苯胺	101	122	100	102
3-甲基苯胺	102	113	102	113
2-甲基苯胺	109	139	100	108
2,4-二甲基苯胺	104	127	101	105
4-硝基苯胺	111	145	111	145
3-硝基苯胺	108	144	109	118
4-氯苯胺	105	131	102	108
2-萘胺	95.4	99.1	107	108
2,6-二甲基苯胺	100	129	99.3	104
3-氯苯胺	105	132	105	113
3,3’-二氯联苯胺	101	111	101	111
N-亚硝基二苯胺	98.2	108	98.2	108

由表25可知，使用硅胶固相萃取小柱净化，N-亚硝基二苯胺-D_6的加标回收率为45.5%～46.4%，联苯胺-D_8的加标回收率为41.3%～57.8%，其余内标物的加标回收率>65%。表26的测试结果表明，采用13种内标定量模式，土壤中目标物的加标回收率为96.1%～111%，沉积物中目标物的加标回收率为96.0%～145%。采用4种内标定量模式，土壤中目标物的加标回收率为95.4%～111%，沉积物中目标物的加标回收率为98.5%～145%。

（5）碱性氧化铝柱

净化、浓缩方式同C_{18}柱。标准编制组测试了Waters、SUPELCO、CNW、Agela和Agilent五个品牌的碱性氧化铝固相萃取小柱，由于测试结果差别较大，所以选取同一样品的最小值与最大值进行研究。表27为内标物的相关测试结果（外标法），表28～表31为15种目标物的相关测试结果（内标法）。

表27　碱性氧化铝柱柱对内标物加标回收率的影响（外标法）

单位：%

化合物名称	土壤		沉积物	
	最小值	最大值	最小值	最大值
联苯胺-D_8	28.7	46.3	23.8	34.3
苯胺-D_5	28.5	48.7	27.4	43.3
4-甲基苯胺-D_9	31.1	52.0	29.4	45.6
2-甲氧基苯胺-D_3	29.8	50.6	33.0	53.8

化合物名称	土壤		沉积物	
	最小值	最大值	最小值	最大值
2-甲基苯胺-D_9	29.6	51.9	33.0	52.7
2,4-二甲基苯胺-D_6	29.5	49.3	31.9	50.3
3-硝基苯胺-D_4	35.8	66.3	39.7	69.1
4-氯苯胺-D_2	32.4	57.7	35.6	58.9
2-萘胺-D_7	26.6	48.4	27.1	44.4
2,6-二甲基苯胺-D_6	29.8	48.2	32.5	50.1
3-氯苯胺-D_3	32.7	58.9	34.0	55.2
3,3’-二氯联苯胺-D_6	25.2	46.8	29.0	52.0
N-亚硝基二苯胺-D_6	15.0	30.4	16.4	25.7

表 28　碱性氧化铝柱对土壤中 15 种目标物加标回收率的影响（4 种内标）

化合物名称	加标回收率（%）				
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Agilent
联苯胺	86.2	85.0	107	85.4	111
苯胺	102	101	104	92.0	109
4-甲基苯胺	97.1	99.1	103	102	102
2-甲氧基苯胺	103	115	104	103	99.1
3-甲基苯胺	100	102	105	102	100
2-甲基苯胺	83.8	91.7	107	108	97.7
2,4-二甲基苯胺	104	103	102	104	99.0
4-硝基苯胺	161	184	133	129	170
3-硝基苯胺	151	156	111	120	118
4-氯苯胺	117	111	109	105	109
2-萘胺	102	106	102	95.0	105
2,6-二甲基苯胺	99.4	95.7	97.4	98.8	90.8
3-氯苯胺	121	112	107	113	112
3,3’-二氯联苯胺	97.8	100	101	97.3	101
N-亚硝基二苯胺	92.0	94.3	101	96.8	99.5

表 29　碱性氧化铝柱对土壤中 15 种目标物加标回收率的影响（13 种内标）

化合物名称	加标回收率（%）				
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Agilent
联苯胺	86.2	85.0	107	85.4	111
苯胺	102	101	104	92.0	109
4-甲基苯胺	90.4	91.2	98.1	93.6	96.3
2-甲氧基苯胺	97.9	99.1	104	98.3	102
3-甲基苯胺	100	102	101	102	94.9
2-甲基苯胺	82.5	84.9	103	104	92.4
2,4-二甲基苯胺	101	95.6	102	101	101
4-硝基苯胺	161	184	133	129	170
3-硝基苯胺	109	105	101	95.3	112
4-氯苯胺	97.4	96.8	105	92.4	100
2-萘胺	102	105	110	99.4	116
2,6-二甲基苯胺	99.6	97.3	105	96.8	99.9
3-氯苯胺	98.8	98.0	105	98.9	109
3,3’-二氯联苯胺	97.8	100	101	97.3	101
N-亚硝基二苯胺	92.0	94.3	101	96.8	99.5

表 30　碱性氧化铝柱对沉积物中 15 种目标物加标回收率的影响（4 种内标）

化合物名称	加标回收率（%）				
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Agilent
联苯胺	90.4	89.6	92.2	90.9	123
苯胺	110	113	114	111	122
4-甲基苯胺	100	100	91.4	99.1	108
2-甲氧基苯胺	132	139	99.3	127	113
3-甲基苯胺	114	114	95.2	118	113
2-甲基苯胺	115	115	111	136	124
2,4-二甲基苯胺	125	130	100	119	113
4-硝基苯胺	226	262	146	182	192
3-硝基苯胺	193	197	118	187	146
4-氯苯胺	146	140	109	137	132
2-萘胺	109	110	88.1	104	113

化合物名称	加标回收率（%）				
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Agilent
2,6-二甲基苯胺	120	129	101	121	114
3-氯苯胺	145	153	111	136	131
3,3’-二氯联苯胺	112	111	99.8	109	103
N-亚硝基二苯胺	108	109	101	109	101

表 31　碱性氧化铝柱对沉积物中 15 种目标物加标回收率的影响（13 种内标）

化合物名称	加标回收率（%）				
	Waters	SUPELCO	CNW	Agela	Agilent
联苯胺	90.4	89.6	92.2	90.9	123
苯胺	110	113	114	111	122
4-甲基苯胺	95.1	96.5	91	92.2	106
2-甲氧基苯胺	106	105	93.8	105	101
3-甲基苯胺	114	114	78.7	118	85.5
2-甲基苯胺	94.6	91.9	91.3	114	93.6
2,4-二甲基苯胺	107	109	94.2	102	102
4-硝基苯胺	226	262	146	182	192
3-硝基苯胺	120	126	106	128	120
4-氯苯胺	107	107	97.9	105	109
2-萘胺	106	107	100	105	127
2,6-二甲基苯胺	103	101	98.3	102	100
3-氯苯胺	114	111	106	110	116
3,3’-二氯联苯胺	112	111	99.8	109	103
N-亚硝基二苯胺	108	109	101	109	101

由表 27 可知，使用不同品牌的碱性氧化铝固相萃取小柱对同一样品进行净化，同一内标物的加标回收率差别较大；使用同一品牌小柱，不同内标物获得的加标回收率差别很大。表 28～表 31 的测试结果表明，采用 13 种内标定量模式，土壤中目标物的加标回收率为 82.5%～184%，沉积物中目标物的加标回收率为 78.7%～262%。采用 4 种内标定量模式，土壤中目标物的加标回收率为 83.8%～184%，沉积物中目标物的加标回收率为 88.1%～262%。

根据表 12～表 31 的测定结果，汇总弗罗里、C_{18}、聚合物（HLB、PEP、Plexa）、硅胶和碱性氧化铝五类固相萃取小柱对 15 种目标物加标回收率的影响，对比其优缺点，具体见表 32。

表 32　固相萃取小柱比较汇总

名　称		弗罗里柱*	C_{18} 柱	聚合物柱	硅胶柱*	碱性氧化铝柱
规　格		1 g/6 ml	1 g/6 ml	200 mg/ 6 ml	1 g/6 ml	1 g/6 ml
价　格		普通	普通	昂贵	普通	普通
品牌差异		较小	较大	较大	较小	较大
内标物回收率（%）		较好	普通	较差	较好	较差
4 种内标物定量	土壤加标回收率	60%～130%	60%～130%	4-硝基苯胺：100%～150%； 其余目标物：60%～130%	60%～130%	4-硝基苯胺：129%～184%； 3-硝基苯胺：111%～156%； 其余目标物：60%～130%
	沉积物加标回收率	4 个目标物回收率>135%； 其余目标物：60%～135%	4-硝基苯胺：85.9%～144%； 其余目标物：60%～135%	4-硝基苯胺：116%～151%； 3-硝基苯胺：115%～141%； 其余目标物：60%～135%	3 个目标物回收率>135%； 其余目标物：60%～135%	6 个目标物回收率>135%； 其余目标物：60%～135%
13 种内标物定量	土壤加标回收率	60%～130%之间	60%～130%之间	4-硝基苯胺：100%～150%； 其余目标物：60%～130%	60%～130%之间	4-硝基苯胺：129%～184%； 其余目标物：60%～130%
	沉积物加标回收率	4-硝基苯胺：175% 其余目标物：60%～135%之间	4-硝基苯胺：85.9%～144%； 其余目标物：60%～135%	4-硝基苯胺：116%～151%； 其余目标物：60%～135%	4-硝基苯胺：145% 其余目标物：60%～135%之间	4-硝基苯胺：146%～262%； 其余目标物：60%～130%
注 1：*取不同品牌固相萃取小柱的均值						
注 2：内标物回收率=样品中内标物的峰面积/标准溶液中内标物的峰面积×100%						

由表 32 可知，两种内标定量模式下，土壤样品的净化可选择弗罗里柱、C_{18} 柱或硅胶柱；沉积物样品的净化适用 C_{18} 柱。

（6）洗脱液的体积

标准编制组采用 C_{18} 固相萃取小柱作为净化柱。用 5 ml 二氯甲烷冲洗净化柱，再用 5 ml 甲醇活化平衡净化柱，甲醇作为洗脱液。为了达到较好的净化效果，通过加标回收实验研究洗脱液体积对目标物加标回收率的影响，加标浓度为 20.0 μg/kg（以苯胺计）。相关测试结果见图 8。

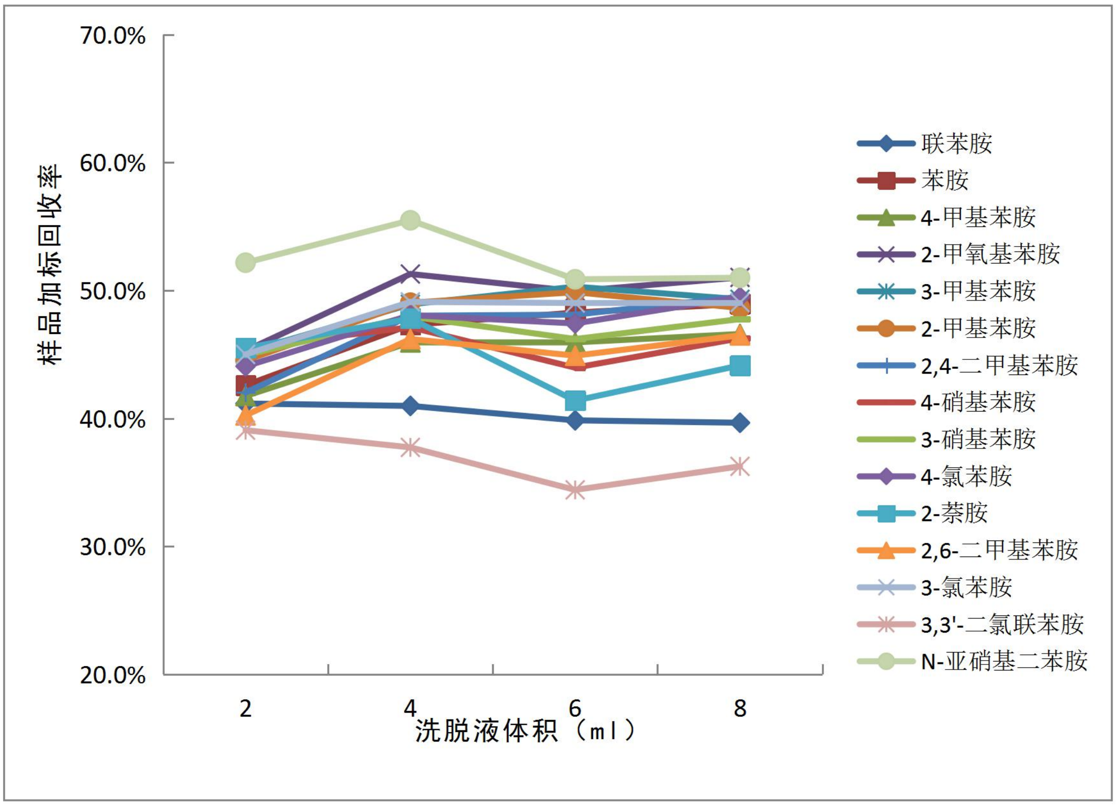


图 8　洗脱液体积对 15 种目标物加标回收率的影响

由图 8 可知：洗脱液体积为 4～8 ml 时，15 种目标物的加标回收率无显著变化。由于联苯胺在浓缩过程中极易损失，为了减少该损失倾向于选择尽可能小的浓缩体积，所以标准编制组选择 5 ml 洗脱液。

5.8.2.3 浓缩

由于土壤和沉积物样品的前处理过程繁琐，耗时较长，且大部分是手工操作，每日处理的样品量有限，远远不能满足液相色谱-三重四极杆质谱仪的分析能力。为了充分发挥仪器分析的高效率，标准编制组对样品浓缩净化液进行稳定性检验，从而确定合理的仪器分析周期。稳定性检验选择 2 组样品浓缩净化液，每组 6 个。测试组 1 在 4℃冷藏保存，分别在 0、1、2、3、5、7 天稀释后上机分析，相关测试结果见图 9。测试组 2 在-18℃冷冻保存，分别在 0、7、14、21、28 天稀释后上机分析，测试结果见图 10。

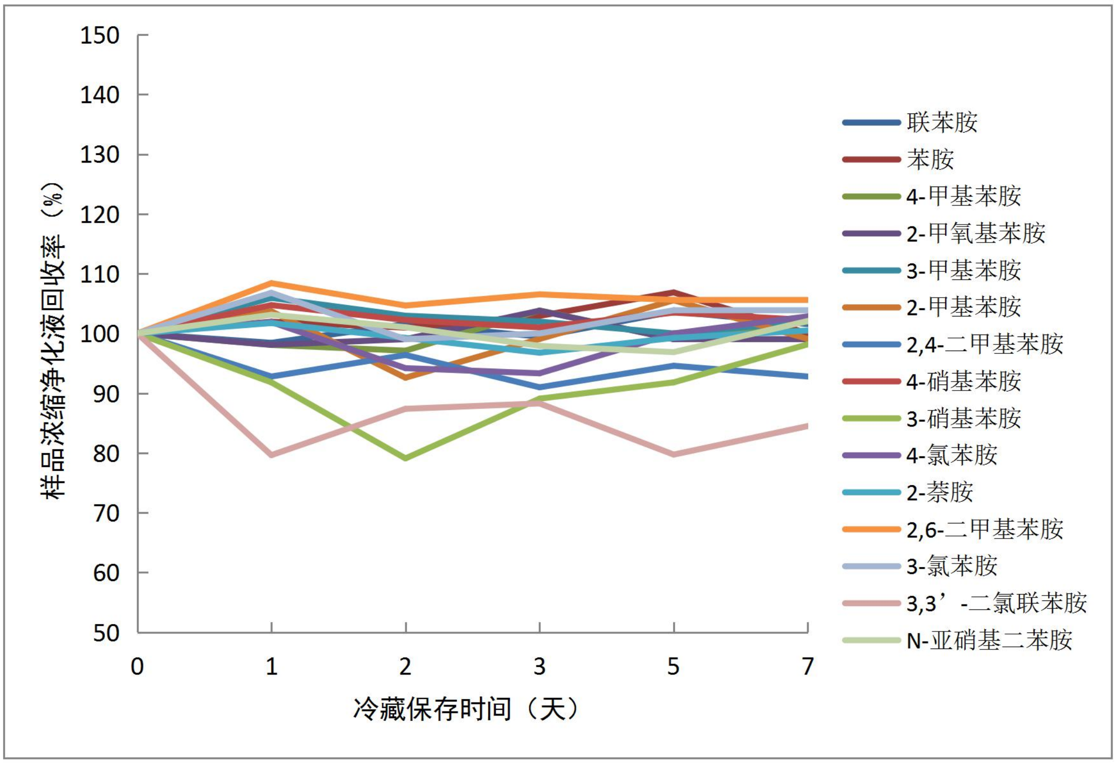


图 9　样品浓缩净化液稳定性检验-1

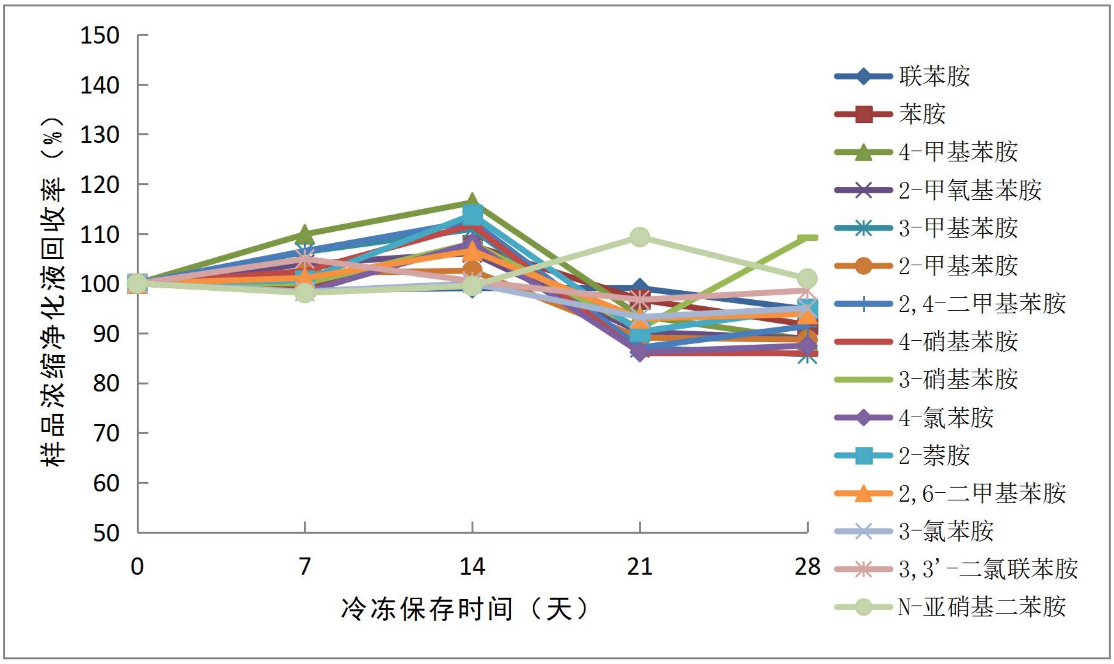


图 10　样品浓缩净化液稳定性检验-2

注：样品浓缩净化液回收率=当天测定值/0 天测定值 x100%

本标准拟参考仪器的允许波动范围±20%作为稳定性检验的指标。当变化率在 80%～120%之间，确认样品浓缩净化液无明显变化，最长测试时间间隔即为相应目标物的保存时间。图 9～图 10 的测试结果表明：样品浓缩净化液中的各目标物冷藏稳定保存 7 天，冷冻

稳定保存 28 天。

5.8.3 仪器分析条件优化

5.8.3.1 质谱条件优化

（1）目标化合物质谱参数的优化

分别配制浓度为 1.0 mg/L 的 28 种苯胺类和联苯胺类化合物及内标物的单标使用液，采用蠕动泵以 10 μl/min 的流速连续进样，对其质谱条件进行优化，包括母离子、子离子、去簇电压、碰撞能量、碰撞室出口电压等参数（不同的厂家参数不同）。由于苯胺类和联苯胺类化合物具有一定的极性，选择 ESI 正离子模式进行扫描，多反应监测模式（MRM）分析。母离子 Q1（m/z）为化合物精确质量+1。定性定量离子的选择原则：响应强度最高的 Q3 作为定量离子，次高者为定性离子。上述目标化合物中，只有 3-硝基苯胺因为响应强度最高的离子基线太高，不适合定量而改作定性离子使用，选择响应强度次高的离子作为定量离子，其余化合物均遵循这一原则。质谱优化参数结果见表 33。

表 33 苯胺类和联苯胺类化合物的多反应监测条件

序号	化合物名称	母离子 Q1（m/z）	子离子 Q3（m/z）	去簇电压 DP（V）	碰撞电压 CE（V）	碰撞室出口电压 CXP（V）
1	联苯胺	185.0	167.9*	80	26	10
			141.0		35	10
2	苯胺	93.9	77.1*	60	26	14
			51.1		42	10
3	4-甲基苯胺	108.0	91.0*	60	26	8
			65.1		36	12
4	2-甲氧基苯胺	124.2	109.0*	50	23	6
			80.0		41	16
5	3-甲基苯胺	108.1	91.1*	60	25	10
			65.1		35	12
6	2-甲基苯胺	108.0	91.0*	57	24	16
			65.1		35	12
7	2,4-二甲基苯胺	122.1	107.0*	52	22	10
			79.1		31	15
8	4-硝基苯胺	139.0	122.1*	56	16	8
			92.0		29	6
9	3-硝基苯胺	139.0	76.2*	60	40	7
			93.1		24	10
10	4-氯苯胺	128.0	93.1*	50	25	6
			111.0		31	7

序号	化合物名称	母离子 Q1（m/z）	子离子 Q3（m/z）	去簇电压 DP（V）	碰撞电压 CE（V）	碰撞室出口电压 CXP（V）
11	2-萘胺	144.0	127.0*	57	30	13
			77.1		48	15
12	2,6-二甲基苯胺	122.1	105.0*	46	24	17
			79.0		28	15
13	3-氯苯胺	128.0	93.1*	50	25	6
			111.0		31	7
14	3,3'-二氯联苯胺	253.0	217.0*	80	28	14
			182.1		40	12
15	N-亚硝基二苯胺	199.1	169.0*	63	16	11
			66.1		36	13
16	联苯胺-D_8	193.0	174.2*	80	31	12
17	苯胺-D_5	99.0	82.1*	50	29	6
18	4-甲基苯胺-D_9	115.1	97.9	50	28	6
19	2-甲氧基苯胺-D_3	127.0	109.0	62	23	7
20	2-甲基苯胺-D_9	114.9	97.9	74	28	20
21	2,4-二甲基苯胺-D_6	128.1	110.1	78	27	7
22	3-硝基苯胺-D_4	143.2	97.1	65	23	6
23	4-氯苯胺-D_2	130.0	94.9	67	30	12
24	2-萘胺-D_7	151.2	131.9	67	34	9
25	2,6-二甲基苯胺-D_6	128.1	111.0	60	25	8
26	3-氯苯胺-D_3	131.1	96.0	52	25	10
27	3,3'-二氯联苯胺-D_6	259.2	160.1*	120	52	14
28	N-亚硝基二苯胺-D_6	205.3	175.1*	61	18	13
注 1：*为定量离子						
注 2：不同型号仪器的最佳测定条件不同，可根据仪器使用说明书自行优化						

（2）离子源参数优化

在色谱条件和化合物质谱参数确定的情况下，用 50.0 μg/L 的混合标准溶液优化离子源各项参数。优化后的离子源参数为：气帘气：35 psi；雾化气：60 psi；辅助气：60 psi；辅助气温度：600℃。离子喷雾电压：5500 V；碰撞气：6 psi；所用气体均为氮气。不同厂家、不同型号仪器的最佳测定条件不同，可根据仪器使用说明书自行优化。

5.8.3.2 液相色谱条件的优化

（1）色谱柱

苯胺类和联苯胺类化合物为弱碱性物质，水溶性较强，不同的色谱柱对分离的影响也较大。标准编制组测试了①kromasil 100-5 C_{18}（2.1mm×150mm×5μm）；②Shimadzu Shim-Pack FC-ODS（75mm×4.6mm×3μm）；③Agilent Poroshell 120 EC-C_{18}（4.6mm×50m×5μm）；④Agilent ZORBAX Eclipse Plus C_{18}（4.6mm×50mm×1.8μm）4 种色谱柱。色谱柱①与色谱柱③无法将 2-甲基苯胺和 3-甲基苯胺分开，色谱柱②与色谱柱④的比较见表 34。

表 34　色谱柱比较

化合物名称	峰形对比		信号对比 （柱②信号为 X；柱④信号为 Y）
	色谱柱②	色谱柱柱④	
联苯胺	相似		Y=2X
苯胺	相似		相似
4-甲基苯胺	相似		相似
2-甲氧基苯胺	相似		相似
3-甲基苯胺	相似		相似
2-甲基苯胺	相似		相似
2,4-二甲基苯胺	相似		相似
4-硝基苯胺	相似		相似
3-硝基苯胺	相似		Y=1.5X
4-氯苯胺	相似		相似
2-萘胺	相似		相似
2,6-二甲基苯胺	相似		相似
3-氯苯胺	相似		相似
3,3’-二氯联苯胺	相似		相似
N-亚硝基二苯胺	相似		相似
注：响应差别在 1.1～1.3 倍以内的都标注为信号相似			

比较结果表明：用于分析碱性化合物的 C_{18} 柱能实现上述化合物的完全分离，峰形对称，响应信号强。本标准推荐的的色谱柱规格为：4.6 mm×50 mm×1.8 μm，也可使用其它等效色谱柱或根据仪器配置及工作需要确定柱长、柱内径和柱粒径。

（2）流动相

本标准的研究对象中包含了多种同分异构体和同位素内标物，需要调整流动相的组成与梯度，以实现所有化合物的完全分离。

①选定色谱柱后，选择通用的 0.1%甲酸溶液为水相，有机相分别选用甲醇和乙腈，用 50.0 μg/L 单标使用液进行测试。测试结果表明与乙腈相比，甲醇为有机相时，峰形更好，响应信号更强。

②选定甲醇为有机相后，水相分别选用浓度为：0.005%、0.01%、0.05%、和 0.1%的甲酸溶液，用 50.0 μg/L 的混合标准溶液进行测试。测试结果表明：0.05%和 0.1%的甲酸溶液为水相时，4-甲基苯胺与 3-甲基苯胺不能完全分离；0.005%与 0.01%的甲酸溶液为水相时，

4-甲基苯胺与 3-甲基苯胺能完全分离，并且 0.01%甲酸溶液的响应值更强，所以选择 0.01%甲酸水溶液为水相。

③苯胺类和联苯胺类化合物为弱碱性有机化合物，流动相的 pH 值对其保留时间影响较大。为了保持整个梯度洗脱过程中流动相的 pH 值恒定，最终的流动相为：甲酸-甲醇溶液 1+10000，甲酸水溶液 1+10000。

（3）柱温

研究 30℃、35℃和 40℃对化合物的响应值和分离度的影响。研究发现：35℃时所有化合物都可以得到很好地分离。不同的色谱柱，可能有不同的最佳柱温。

（4）流速

由于流速太高，离子化效率会降低；流速太低，分析时间长，峰易拖尾，因此在 0.2～0.7 ml/min 之间进行比较。经测试：流速为 0.3 ml/min 时，4-甲基苯胺、3-甲基苯胺和 2-甲基苯胺能有效分离。不同的仪器配置，其最佳流速可以不同。

（5）配制标准曲线系列溶液的溶剂

实验过程中发现配制标准曲线系列溶液使用的溶剂对色谱峰形影响很大，分别用体积分数为 0、10%、25％、30％、40％、50％、100％的甲醇水溶液配制 50.0 μg/Ｌ 的混合标准溶液，在上述色谱和质谱条件下进样测试。测试结果表明：当使用 5%甲醇作溶剂时，所有化合物的峰形对称且尖锐，响应强度高；25%甲醇作溶剂时，峰形和响应强度可接受。土壤和沉积物样品的净化浓缩液需要稀释后才能上机分析，较小的稀释倍数可以获得较低的检出限。标准编制组选定 25%的甲醇水溶液作为配制标准曲线系列溶液的溶剂。

（6）优化后的色谱条件

色谱柱：Agilent ZORBAX Eclipse Plus C_{18}（4.6 mm×50 mm×1.8 μm）；

进样量：10 μl；柱温：35℃；流速：0.3 ml/min；

流动相 A：甲酸-甲醇溶液 1+10000；流动相 B：甲酸水溶液 1+10000

表 35　梯度洗脱程序

时间（min）	A（%）	B（%）
0	35	65
5	95	5
7	95	5
7.1	35	65
14	35	65

注：如果自动进样器具有控温功能，温度可设为 4 ℃。

5.8.3.3 标准中间液、内标中间液的存放时间

苯胺类和联苯胺类化合物标准中间液（ρ= 5.0～10.0 mg/L）：吸取适量的苯胺类和联苯胺类化合物标准贮备液，用甲醇稀释，3-硝基苯胺的浓度为 10.0 mg/L，其余化合物浓度为 5.0 mg/L，标准中间液于-18 ℃以下冷冻、避光保存。N-亚硝基二苯胺的存放时间为 1 个月，

其余目标物中间液的存放时间为 3 个月。使用时应恢复至室温，并摇匀。

本方法对标准中间液的存放时间进行了研究，存放 1 个月、3 个月，结果见图 11。存放 1 个月时，15 种目标物的回收率在 81.7 %～109 %，降解不明显，随着存放时间延长，N-亚硝基二苯胺降解明显。所以 N-亚硝基二苯胺中间液的存放时间为 1 个月，其余目标物中间液的存放时间为 3 个月。

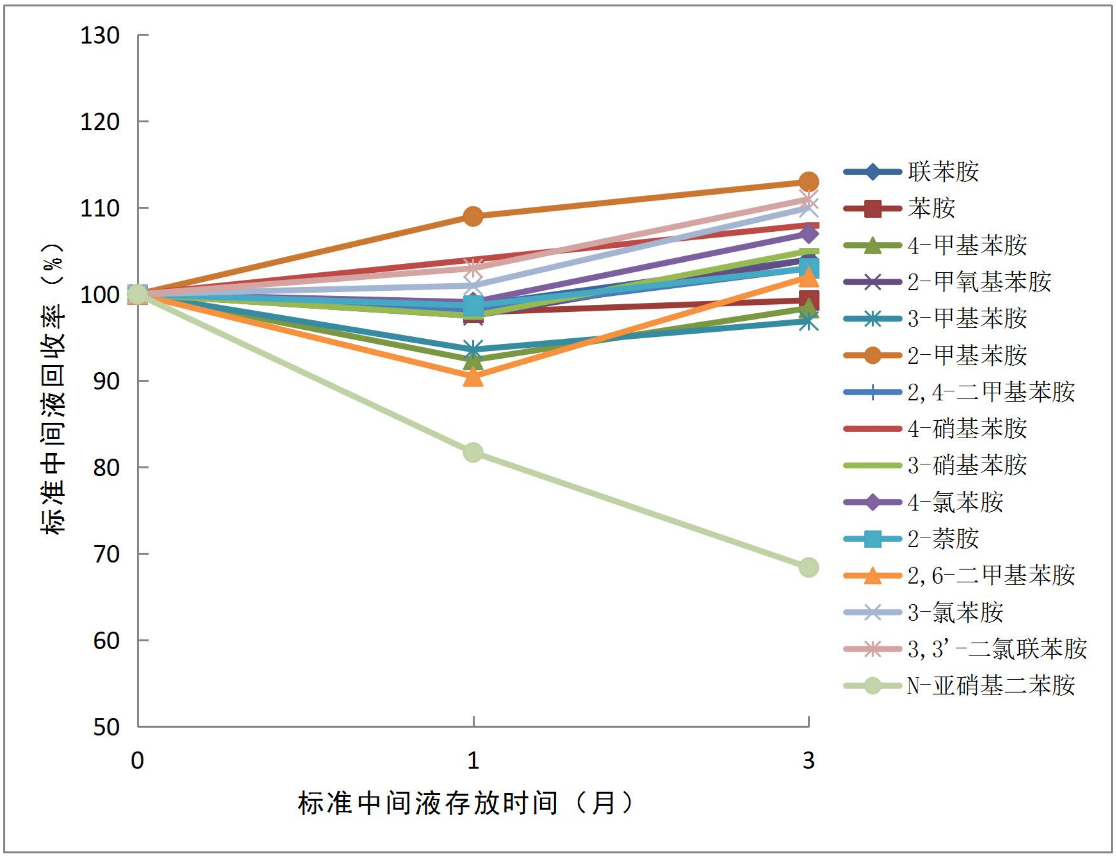


图 11　标准中间液的存放时间

由于同位素内标与目标物的性质非常相似，因此浓度水平近似，基质相同的内标中间液与标准中间液具有相似的稳定性，即 N-亚硝基二苯胺-D_6 中间液的存放时间为 1 个月，其余内标中间液的存放时间为 3 个月。

5.8.4 内标物的确定

同位素与待测组分在样品预处理、色谱分离及质谱检测的全过程中具有相似的行为，受基质效应的影响也一致。如果每种化合物都用其同位素作为内标物，则同位素内标法是补偿基质效应最理想的方法。同位素化合物不仅价格昂贵，而且不易得到，很多化合物并没有自己的同位素。同时，内标法要求加入内标物的量一定要恒定，否则引起的计算误差更大。

在 15 种苯胺类和联苯胺类化合物中，3-甲基苯胺没有自己的同位素化合物。方法研究过程中发现 4-硝基苯胺-D_4 易受基质干扰，严重时甚至影响目标物 4-硝基苯胺的准确定量。标准编制组采用 4 种内标与 13 种内标两种定量模式，分别计算实验室内检出限、测定下限、精密度与准确度。目标物与其匹配定量内标见表 36～表 37。

表 36　15 种目标物与 4 种定量内标

化合物名称	定量内标
联苯胺	联苯胺-D_8
苯胺、4-甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、3-甲基苯胺、2-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、4-硝基苯胺、3-硝基苯胺、4-氯苯胺、2-萘胺、2,6-二甲基苯胺、3-氯苯胺	苯胺-D_5
3,3’-二氯联苯胺	3,3’-二氯联苯胺-D_6
N-亚硝基二苯胺	N-亚硝基二苯胺-D_6

表 37　15 种目标物与 13 种定量内标

化合物名称	定量内标
联苯胺	联苯胺-D_8
苯胺、3-甲基苯胺、4-硝基苯胺	苯胺-D_5
4-甲基苯胺	4-甲基苯胺-D_9
2-甲氧基苯胺	2-甲氧基苯胺-D_3
2-甲基苯胺	2-甲基苯胺-D_9
2,4-二甲基苯胺	2,4-二甲基苯胺-D_6
3-硝基苯胺	3-硝基苯胺 D_4
4-氯苯胺	4-氯苯胺-D_2
2-萘胺	2-萘胺-D_7
2,6-二甲基苯胺	2,6-二甲基苯胺-D_6
3-氯苯胺	3-氯苯胺 D_3
3,3’-二氯联苯胺	3,3’-二氯联苯胺-D_6
N-亚硝基二苯胺	N-亚硝基二苯胺-D_6

5.8.5 校准

5.8.5.1 标准系列的配制

配制至少 6 个浓度点的标准系列，贮存在棕色样品瓶中。标准溶液中内标物浓度为 50.0 μg/L，甲醇比例为 25%，目标物参考质量浓度见表 38。

表 38　苯胺类和联苯胺类标准曲线参考质量浓度点

目标化合物	浓度（μg /L）						
联苯胺	0.50	1.0	2.0	5.0	10.0	50.0	100
苯胺	0.50	1.0	2.0	5.0	10.0	50.0	100
4-甲基苯胺	0.50	1.0	2.0	5.0	10.0	50.0	100
2-甲氧基苯胺	0.50	1.0	2.0	5.0	10.0	50.0	100
3-甲基苯胺	0.50	1.0	2.0	5.0	10.0	50.0	100
2-甲基苯胺	0.50	1.0	2.0	5.0	10.0	50.0	100
2,4-二甲基苯胺	0.50	1.0	2.0	5.0	10.0	50.0	100
4-硝基苯胺	0.50	1.0	2.0	5.0	10.0	50.0	100
3-硝基苯胺	1.0	2.0	4.0	10.0	20.0	100	200
4-氯苯胺	0.50	1.0	2.0	5.0	10.0	50.0	100
2-萘胺	0.50	1.0	2.0	5.0	10.0	50.0	100
2,6-二甲基苯胺	0.50	1.0	2.0	5.0	10.0	50.0	100
3-氯苯胺	0.50	1.0	2.0	5.0	10.0	50.0	100
3,3’-二氯联苯胺	0.50	1.0	2.0	5.0	10.0	50.0	100
N-亚硝基二苯胺	0.50	1.0	2.0	5.0	10.0	50.0	100
注：部分化合物由于检出限较低，需要增加浓度点 0.20 μg/L（以苯胺计）							

5.8.5.2 标准曲线的建立

按照仪器参考条件，由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进行分析，以标准系列溶液中目标物的浓度为横坐标，以目标物的峰面积（或峰高）与对应内标物峰面积（或峰高）的比值为纵坐标建立标准曲线。标准曲线的线性范围和相关系数见表 39～表 40。

表 39　苯胺类和联苯胺类化合物标准曲线（4 种内标定量）

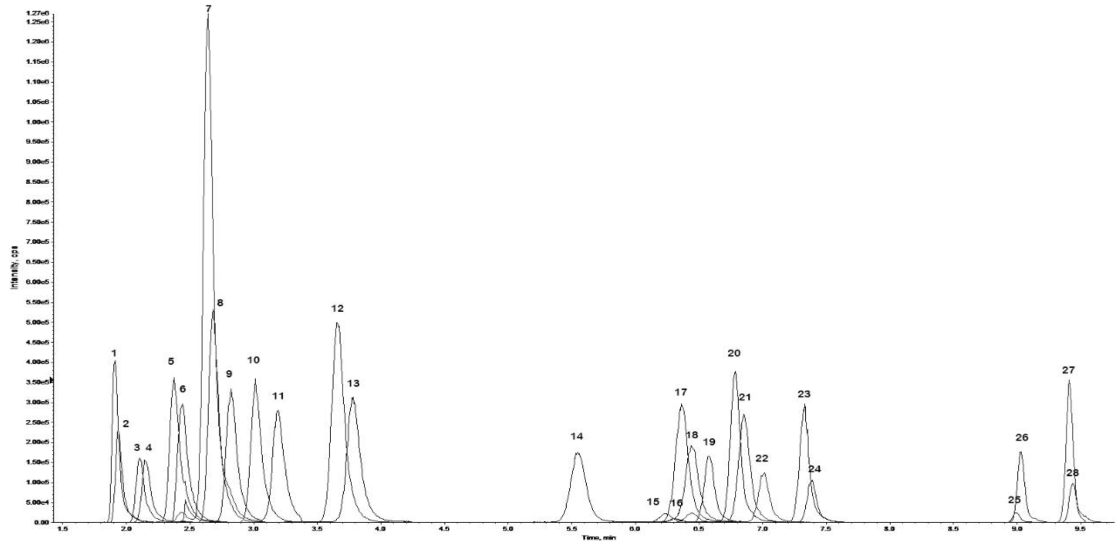
序号	化合物名称	线性范围（μg /L）	线性方程	R
1	联苯胺	0.5-100	y=0.0326x-0.000416	0.9999
2	苯胺	0.5-100	y=0.0419x-0.000384	0.9998
3	4-甲基苯胺	0.5-100	y=0.0678x-0.00336	0.9999
4	2-甲氧基苯胺	0.5-100	y=0.161x-0.00243	0.9997
5	3-甲基苯胺	0.5-100	y=0.089x-0.0014	0.9996
6	2-甲基苯胺	0.5-100	y=0.0684x-0.00131	0.9997
7	2,4-二甲基苯胺	0.5-100	y=0.11x-0.00858	0.9997
8	4-硝基苯胺	0.5-100	y=0.0581x-0.00354	0.9992

序号	化合物名称	线性范围（μg /L）	线性方程	R
9	3-硝基苯胺	1.0-200	y=0.00188x-0.000215	0.9994
10	4-氯苯胺	0.5-100	y=0.0727x-0.00304	0.9992
11	2-萘胺	0.5-100	y=0.0967x-0.0018	0.9991
12	2,6-二甲基苯胺	0.5-100	y=0.0383x-0.00127	0.9994
13	3-氯苯胺	0.5-100	y=0.0304x-0.000255	0.9995
14	3,3'-二氯联苯胺	0.5-100	y=0.358x-0.00372	0.9998
15	N-亚硝基二苯胺	0.5-100	y=0.0149x+0.000417	0.9996

表 40　苯胺类和联苯胺类化合物标准曲线（13 种内标定量）

序号	化合物名称	线性范围（μg /L）	线性方程	R
1	联苯胺	0.5-100	y=0.0326x-0.000416	0.9999
2	苯胺	0.5-100	y=0.0419x-0.000384	0.9998
3	4-甲基苯胺	0.5-100	y=0.0325x-0.00174	0.9999
4	2-甲氧基苯胺	0.5-100	y=0.0224x+0.000664	0.9999
5	3-甲基苯胺	0.5-100	y=0.089x-0.0014	0.9996
6	2-甲基苯胺	0.5-100	y=0.0306x-0.00125	0.9995
7	2,4-二甲基苯胺	0.5-100	y=0.0292x-0.00274	0.9999
8	4-硝基苯胺	0.5-100	y=0.0581x-0.00354	0.9992
9	3-硝基苯胺	1.0-200	y=0.0259x-0.0029	0.9995
10	4-氯苯胺	0.5-100	y=0.377x-0.00585	0.9998
11	2-萘胺	0.5-100	y=0.107x-0.000913	1.0000
12	2,6-二甲基苯胺	0.5-100	y=0.0203x-0.00067	0.9999
13	3-氯苯胺	0.5-100	y=0.0191x+0.000143	0.9999
14	3,3'-二氯联苯胺	0.5-100	y=0.358x-0.00372	0.9998
15	N-亚硝基二苯胺	0.5-100	y=0.0149x+0.000417	0.9996

5.8.5.3 标准样品的总离子流图



出峰顺序：1：联苯胺-D_8；2：联苯胺；3：苯胺-D_5；4：苯胺；5：4-甲基苯胺-D_9；6：4-甲基苯胺；7：2-甲氧基苯胺-D_3；8：2-甲氧基苯胺；9：3-甲基苯胺；10：2-甲基苯胺-D_9；11：2-甲基苯胺；12：2,4-二甲基苯胺-D_6；13：2,4-二甲基苯胺；14：4-硝基苯胺；15：3-硝基苯胺-D_4；16：3-硝基苯胺；17：4-氯苯胺-D_2；18：4-氯苯胺；19：2-萘胺-D_7；20：2-萘胺；21：2,6-二甲基苯胺-D_6；22：2,6-二甲基苯胺；23：3-氯苯胺-D_3；24：3-氯苯胺；25：3,3'-二氯联苯胺-D_6；26：3,3'-二氯联苯胺；27：N-亚硝基二苯胺-D_6；28：N-亚硝基二苯胺。

图 12　15 种苯胺类和联苯胺类化合物及 13 种内标物的总离子流图

5.8.6 试样的预处理

5.8.6.1 提取

称取 5 g （精确至 0.01 g ）冻干样品至离心管中，加入 1 g 五水合硫代硫酸钠，依次加入 50.0 µl 混合内标使用液 20.0 mg/L、10.00 ml 正己烷-丙酮混合溶剂和 100 µl 氨水，密封旋涡混匀。超声提取 30 min（水槽中放置冰盒，确保水浴温度始终低于 25℃），6000 r/min 离心 10 min，取上清液经 0.22 µm 针式滤器过滤，滤液待净化。

5.8.6.2 净化

（1）C_{18}柱

将 C_{18} 固相萃取小柱固定在固相萃取装置上。用 5 ml 二氯甲烷冲洗固相萃取小柱，再用 5 ml 甲醇平衡固相萃取小柱，待柱充满后关闭流速控制阀浸润 5 min，缓慢打开控制阀，弃去流出液。在溶剂流干之前，准确移取 2.00 ml 过滤后的样品提取液转入柱内，弃去流出液。在溶剂流干之前，关闭控制阀，加入 5 ml 甲醇，5 min 后缓慢打开控制阀，接收洗脱液至完全流出。

（2）硅胶柱

具体步骤与 C_{18} 柱相同。

（3）弗罗里柱

将弗罗里固相萃取小柱固定在固相萃取装置上。用 5 ml 二氯甲烷冲洗固相萃取小柱，再用 8ml 正己烷平衡固相萃取小柱，待柱充满后关闭流速控制阀浸润 5 min，缓慢打开控制

阀，弃去流出液。在溶剂流干之前，准确移取 2.00 ml 过滤后的样品提取液转入柱内，弃去流出液。在溶剂流干之前，关闭控制阀，加入 5 ml 甲醇，5 min 后缓慢打开控制阀，接收洗脱液至完全流出。

注 1：每批次新购买的固相萃取小柱，均需做空白检验，确定其不含影响测定的杂质干扰时方可使用。

注 2：土壤样品的净化可选择弗罗里柱、C_{18}柱或硅胶柱；沉积物样品的净化适用 C_{18}柱。

5.8.6.3 浓缩

采用氮吹浓缩法。室温下，开启氮气至溶剂表面有细微涟漪（避免形成气涡）。将净化后的洗脱液浓缩至不少于 0.8 ml，用甲醇定容至 1 ml，转入 2 ml 棕色样品瓶。冷藏保存 7 d 内完成分析，冷冻保存 28 d 内完成分析。

5.8.6.4 测试溶液的制备

准确移取 250μl 浓缩后的净化洗脱液，加入 750 μl 新鲜去离子水，混匀，用 0.22 μm 针式滤器过滤后转入棕色小瓶，上机分析。

5.8.7 空白试样的预处理

用石英砂代替实际样品，按照与试样的预处理的相同步骤制备空白试样。

5.9 方法特性参数

5.9.1 实验室内检出限与测定下限

称取空白石英砂 5 g（精确至 0.01 g）共 7 份至离心管中，加入 50.0 μl 混合内标使用液 20.0 mg/L 与适量的苯胺类和联苯胺类混合标准使用液 5.0 mg/L（以苯胺计），其余按照样品分析的步骤进行平行测定。

将各测定结果换算为样品中的浓度，计算平均值、标准偏差、检出限及测定下限，计算方式参照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）的相关规定。用公式：$MDL = t_{(n-1,0.99)} \times S$ 计算方法检出限（平行测定 7 个样品，置信度为 99%时，$t_{(6,0.99)} = 3.143$。测定下限为 4 倍检出限。标准编制组采用 4 种内标与 13 种内标两种定量模式，分别计算实验室内检出限与测定下限，数据结果见表 41～表 42。

表 41 方法检出限与测定下限测试数据（4 种内标定量）

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
联苯胺	1.3	1.3	1.0	1.1	1.1	1.2	1.3	1.2	0.1	0.3	1.2
苯胺	1.9	2.0	2.1	2.4	1.9	1.9	2.0	2.1	0.2	0.6	2.4
4-甲基苯胺	1.4	1.2	1.2	1.3	1.2	1.4	1.2	1.3	0.1	0.3	1.2
2-甲氧基苯胺	2.1	2.7	2.4	2.2	2.4	2.2	2.1	2.3	0.2	0.7	2.8
3-甲基苯胺	1.3	1.2	1.1	1.0	1.0	1.0	1.2	1.1	0.1	0.4	1.6

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
2-甲基苯胺	1.3	1.0	1.3	1.3	1.4	1.3	1.2	1.2	0.1	0.4	1.6
2,4-二甲基苯胺	1.1	1.2	1.2	1.2	1.4	1.4	1.3	1.3	0.1	0.4	1.6
4-硝基苯胺	1.1	1.1	1.4	1.4	1.1	1.4	1.3	1.3	0.1	0.4	1.6
3-硝基苯胺	6.1	5.7	6.9	6.1	7.1	6.2	5.6	6.3	0.6	2.0	8.0
4-氯苯胺	2.0	2.1	1.8	1.7	1.7	1.8	1.7	1.8	0.1	0.5	2.0
2-萘胺	1.0	1.1	1.1	1.0	1.1	1.1	1.2	1.1	0.1	0.3	1.2
2,6-二甲基苯胺	1.0	0.9	1.0	1.0	1.1	1.0	0.9	1.0	0.1	0.3	1.2
3-氯苯胺	1.0	1.2	1.0	1.0	1.1	1.0	1.1	1.0	0.1	0.3	1.2
3,3’-二氯联苯胺	1.4	1.4	1.3	1.2	1.4	1.3	1.3	1.3	0.1	0.3	1.2
N-亚硝基二苯胺	1.1	1.3	1.1	1.1	1.2	1.3	1.2	1.2	0.1	0.3	1.2

表 42　方法检出限与测定下限测试数据（13 种内标定量）

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
联苯胺	1.3	1.3	1.0	1.1	1.1	1.2	1.3	1.2	0.1	0.3	1.2
苯胺	1.9	2.0	2.1	2.4	1.9	1.9	2.0	2.1	0.2	0.6	2.4
4-甲基苯胺	1.4	1.2	1.1	1.3	1.2	1.3	1.2	1.2	0.1	0.3	1.2
2-甲氧基苯胺	2.1	2.5	2.4	2.1	2.3	2.3	2.1	2.3	0.2	0.5	2.0
3-甲基苯胺	1.3	1.2	1.1	1.0	1.0	1.0	1.2	1.1	0.1	0.4	1.6
2-甲基苯胺	1.3	1.1	1.3	1.2	1.4	1.4	1.4	1.3	0.1	0.4	1.6
2,4-二甲基苯胺	1.2	1.3	1.0	1.1	1.3	1.3	1.3	1.2	0.1	0.4	1.6
4-硝基苯胺	1.1	1.1	1.4	1.4	1.1	1.4	1.3	1.3	0.1	0.4	1.6
3-硝基苯胺	4.2	4.2	4.5	4.1	4.7	4.2	5.0	4.4	0.4	1.2	4.8
4-氯苯胺	1.0	1.1	1.2	1.1	1.2	1.2	1.3	1.2	0.1	0.4	1.6
2-萘胺	1.0	1.1	1.1	1.0	1.2	1.2	1.3	1.1	0.1	0.3	1.2
2,6-二甲基苯胺	1.1	0.9	1.0	1.1	1.1	1.0	1.1	1.0	0.1	0.3	1.2
3-氯苯胺	1.2	1.4	1.1	1.2	1.2	1.1	1.2	1.2	0.1	0.3	1.2
3,3’-二氯联苯胺	1.4	1.4	1.3	1.2	1.4	1.3	1.3	1.3	0.1	0.3	1.2
N-亚硝基二苯胺	1.1	1.3	1.1	1.1	1.2	1.3	1.2	1.2	0.1	0.3	1.2

根据《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）的相关规定，对于多组分的分析方法，一般要求至少有 50%的被分析物样品浓度在 3～5 倍计算出的方法检出限

的范围内，同时，至少 90%的被分析物样品浓度在 1～10 倍计算出的方法检出限的范围内，其余不多于 10%的被分析物样品浓度不应超过 20 倍计算出的方法检出限。上述结果表明，采用 4 种内标与 13 种内标两种定量模式得到的检出限中，13 种化合物的测定均值在 3～5 倍计算出的方法检出限的范围内，1 种化合物的测定均值在 1～10 倍计算出的方法检出限的范围内。由此可见，本实验室的方法检出限的确定方法与结果是合理的，满足 HJ 168-2010 的要求。

5.9.2 精密度与准确度

标准编制组选择空白石英砂、土壤和沉积物实际样品进行加标实验。空白石英砂的加标浓度为 20.0 μg/kg、200 μg/kg、360 μg/kg；壤土样品的加标浓度为 20.0 μg/kg；砂土样品的加标浓度为 360 μg/kg；河流沉积物样品的加标浓度为 200 μg/kg；海洋沉积物样品的加标浓度为 20.0 μg/kg；所有加标浓度均以苯胺计。上述加标样品进行 6 次平行测定，分别计算不同浓度样品的平均值、标准偏差、相对标准偏差和加标回收率等参数。相关精密度与准确度测试数据见表 43～表 56。

5.9.2.1 采用 4 种内标定量计算的精密度与准确度

表 43　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度和准确度数据

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
联苯胺	0.0	18.7	18.2	19.0	19.3	17.8	18.8	18.6	0.57	3.0	93.2
苯胺	0.0	18.1	18.3	18.3	20.3	18.6	18.6	18.7	0.81	4.3	93.5
4-甲基苯胺	0.0	17.1	17.8	17.1	18.1	17.0	17.8	17.5	0.48	2.7	87.3
2-甲氧基苯胺	0.0	19.0	18.9	19.4	19.4	19.2	18.9	19.1	0.23	1.2	95.6
3-甲基苯胺	0.0	18.5	18.3	19.6	19.2	18.8	18.4	18.8	0.49	2.6	93.9
2-甲基苯胺	0.0	19.4	19.6	19.7	20.4	19.4	20.0	19.7	0.41	2.1	98.7
2,4-二甲基苯胺	0.0	18.6	18.8	19.3	19.6	18.6	18.7	18.9	0.41	2.1	94.7
4-硝基苯胺	0.0	17.8	18.8	18.0	17.7	17.3	17.8	17.9	0.51	2.8	89.5
3-硝基苯胺	0.0	39.2	39.0	41.6	37.1	38.6	38.3	39.0	1.5	3.8	97.4
4-氯苯胺	0.0	18.0	18.5	18.8	18.8	18.1	19.5	18.6	0.57	3.1	93.1
2-萘胺	0.0	18.8	17.2	19.1	19.1	17.6	17.8	18.3	0.83	4.6	91.3
2,6-二甲基苯胺	0.0	17.6	19.2	19.5	18.6	18.5	18.8	18.7	0.66	3.5	93.5
3-氯苯胺	0.0	19.9	21.1	20.0	20.4	19.2	20.2	20.1	0.61	3.0	101
3,3’-二氯联苯胺	0.0	19.6	19.2	19.4	20.2	18.7	18.9	19.3	0.52	2.7	96.7
N-亚硝基二苯胺	0.0	20.4	20.3	20.9	20.4	20.6	21.3	20.6	0.37	1.8	103

表 44　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度和准确度数据

化合物名称	样品测定值(μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
联苯胺	0.0	190	188	190	189	188	188	189	1.2	0.6	94.5
苯胺	0.0	180	183	183	186	178	178	181	3.4	1.9	90.6
4-甲基苯胺	0.0	187	186	188	189	180	179	185	4.1	2.2	92.4
2-甲氧基苯胺	0.0	194	192	194	199	189	186	192	4.4	2.3	96.2
3-甲基苯胺	0.0	199	197	201	203	194	194	198	3.7	1.9	98.9
2-甲基苯胺	0.0	194	194	194	199	188	188	193	4.4	2.2	96.5
2,4-二甲基苯胺	0.0	192	191	191	195	187	185	190	3.7	1.9	95.1
4-硝基苯胺	0.0	180	189	179	180	189	178	182	5.2	2.8	91.2
3-硝基苯胺	0.0	400	393	400	408	408	385	399	8.9	2.2	99.8
4-氯苯胺	0.0	194	187	190	202	190	184	191	6.1	3.2	95.6
2-萘胺	0.0	186	192	197	182	174	173	184	10	5.3	91.9
2,6-二甲基苯胺	0.0	211	214	218	217	210	206	213	4.8	2.2	106
3-氯苯胺	0.0	199	207	204	224	226	212	212	11	5.1	106
3,3’-二氯联苯胺	0.0	199	193	198	198	190	194	196	3.8	1.9	97.8
N-亚硝基二苯胺	0.0	194	193	194	195	190	191	193	1.7	0.9	96.4

表 45　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度和准确度数据

化合物名称	样品测定值(μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
联苯胺	0.0	353	356	358	352	359	365	357	4.7	1.3	99.2
苯胺	0.0	318	319	310	312	311	321	315	4.6	1.4	87.6
4-甲基苯胺	0.0	313	318	314	318	310	324	316	5.2	1.6	87.8
2-甲氧基苯胺	0.0	334	340	337	332	329	344	336	5.5	1.6	93.4
3-甲基苯胺	0.0	341	349	346	347	343	354	347	4.6	1.3	96.3
2-甲基苯胺	0.0	330	340	335	338	327	345	336	6.8	2.0	93.3
2,4-二甲基苯胺	0.0	340	348	342	343	336	353	344	6.1	1.8	95.5
4-硝基苯胺	0.0	322	334	336	329	326	342	331	7.3	2.2	92.0
3-硝基苯胺	0.0	660	696	692	668	668	692	679	16	2.3	94.4
4-氯苯胺	0.0	334	344	331	341	323	347	337	8.9	2.6	93.6

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
2-萘胺	0.0	306	334	332	322	308	338	323	14	4.3	89.8
2,6-二甲基苯胺	0.0	335	347	344	341	334	352	342	6.8	2.0	95.0
3-氯苯胺	0.0	350	380	365	360	359	383	366	13	3.4	102
3,3’-二氯联苯胺	0.0	357	358	366	374	361	360	363	6.4	1.7	101
N-亚硝基二苯胺	0.0	362	366	363	366	362	362	363	1.9	0.5	101

表 46　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度和准确度数据

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
联苯胺	0.0	18.2	17.3	17.4	16.4	17.3	17.3	17.3	0.55	3.2	86.5
苯胺	0.0	19.0	18.0	18.5	18.4	18.4	18.7	18.5	0.32	1.7	92.6
4-甲基苯胺	0.0	17.1	17.5	17.6	17.3	16.7	17.0	17.2	0.34	1.9	86.0
2-甲氧基苯胺	0.0	18.7	18.6	18.8	18.1	18.0	17.4	18.3	0.52	2.9	91.3
3-甲基苯胺	0.0	18.8	19.1	19.5	18.8	18.4	17.9	18.7	0.55	3.0	93.7
2-甲基苯胺	0.0	19.4	20.0	20.1	19.6	19.3	19.2	19.6	0.35	1.8	98.0
2,4-二甲基苯胺	0.0	18.5	18.9	19.2	19.0	18.5	18.2	18.7	0.37	2.0	93.6
4-硝基苯胺	0.0	18.0	18.0	17.6	18.2	17.7	16.8	17.7	0.49	2.8	88.6
3-硝基苯胺	0.0	40.8	39.7	44.8	39.4	34.9	34.9	39.1	3.8	9.6	97.7
4-氯苯胺	0.0	17.6	19.3	19.4	18.0	17.0	17.2	18.1	1.1	5.6	90.4
2-萘胺	0.0	16.4	18.3	18.1	17.6	16.8	16.7	17.3	0.80	4.6	86.5
2,6-二甲基苯胺	0.0	17.1	18.5	18.9	19.9	19.1	17.0	18.4	1.2	6.2	92.2
3-氯苯胺	0.0	19.2	20.0	19.4	20.6	18.8	17.7	19.3	1.1	5.2	96.5
3,3’-二氯联苯胺	0.0	19.6	19.3	19.2	19.6	18.4	19.4	19.2	0.44	2.3	96.2
N-亚硝基二苯胺	0.0	21.2	20.6	21.4	21.0	20.5	20.8	20.9	0.36	1.7	105

表 47　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度和准确度数据

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
联苯胺	0.0	436	393	404	379	392	412	403	20	4.9	112
苯胺	0.0	309	311	298	299	299	307	304	5.8	1.9	84.4
4-甲基苯胺	0.0	321	320	306	306	311	316	313	6.8	2.1	87.1
2-甲氧基苯胺	0.0	339	335	324	326	327	337	331	6.5	1.9	92.1
3-甲基苯胺	0.0	365	356	345	349	349	361	354	7.8	2.2	98.3
2-甲基苯胺	0.0	359	361	348	345	346	359	353	7.4	2.1	98.1
2,4-二甲基苯胺	0.0	370	371	351	348	354	369	361	11	3.0	100
4-硝基苯胺	0.0	348	359	350	352	345	366	353	7.0	2.2	98.1
3-硝基苯胺	0.0	740	752	732	732	716	784	743	24	3.2	103
4-氯苯胺	0.0	360	368	353	356	362	366	361	5.8	1.6	100
2-萘胺	0.0	320	337	326	307	319	330	323	11	3.2	89.7
2,6-二甲基苯胺	0.0	325	324	324	308	330	372	330	22	6.6	91.8
3-氯苯胺	0.0	365	365	358	361	364	408	370	19	5.1	103
3,3’-二氯联苯胺	0.0	379	375	377	376	370	392	378	7.2	1.9	105
N-亚硝基二苯胺	0.0	362	356	357	357	361	361	359	2.8	0.8	99.7

表 48　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度和准确度数据

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
联苯胺	0.0	15.0	16.1	14.1	15.3	16.6	15.2	15.4	0.87	5.7	76.8
苯胺	2.33	17.9	18.1	18.3	18.4	19.7	19.1	18.6	0.67	3.6	81.3
4-甲基苯胺	0.0	15.6	14.7	14.9	14.4	16.2	15.8	15.3	0.72	4.7	76.5
2-甲氧基苯胺	0.0	20.2	18.6	19.3	19.4	20.8	20.1	19.7	0.81	4.1	98.7
3-甲基苯胺	0.0	18.6	17.6	17.9	18.4	19.0	18.5	18.3	0.48	2.6	91.6
2-甲基苯胺	0.0	20.8	20.3	20.8	20.5	21.9	21.0	20.9	0.56	2.7	104
2,4-二甲基苯胺	0.0	20.3	19.8	20.7	19.5	20.2	20.6	20.2	0.48	2.4	101
4-硝基苯胺	0.0	22.5	21.8	21.2	21.8	23.0	22.0	22.0	0.63	2.9	110
3-硝基苯胺	0.0	44.0	41.6	42.0	41.2	40.8	42.0	41.9	1.1	2.7	105

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
4-氯苯胺	0.0	19.9	18.4	19.4	18.7	18.8	18.8	19.0	0.55	2.9	94.9
2-萘胺	0.0	16.4	15.4	15.1	15.4	16.3	15.5	15.7	0.54	3.4	78.4
2,6-二甲基苯胺	0.0	20.1	20.5	20.4	19.3	20.6	20.9	20.3	0.57	2.8	102
3-氯苯胺	0.0	21.0	19.2	20.9	20.0	20.4	20.2	20.3	0.66	3.3	102
3,3’-二氯联苯胺	0.0	19.0	19.2	19.5	18.9	19.6	18.7	19.1	0.35	1.9	95.7
N-亚硝基二苯胺	0.0	21.4	20.8	21.2	21.5	21.4	20.9	21.2	0.29	1.3	106

表 49　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度和准确度数据

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
联苯胺	3.18	191	183	184	188	185	202	189	7.1	3.7	92.9
苯胺	15.2	178	168	182	170	170	184	175	6.8	3.9	80.0
4-甲基苯胺	2.64	178	171	178	172	176	190	178	7.0	3.9	87.5
2-甲氧基苯胺	0.0	205	194	198	198	200	221	203	9.9	4.9	101
3-甲基苯胺	0.0	202	194	204	200	202	220	204	8.8	4.3	102
2-甲基苯胺	2.05	207	197	204	201	206	228	207	11	5.2	103
2,4-二甲基苯胺	0.0	215	206	208	212	214	237	215	12	5.2	108
4-硝基苯胺	0.0	230	214	216	226	231	246	227	12	5.1	114
3-硝基苯胺	0.0	374	350	354	416	372	444	385	38	9.7	96.3
4-氯苯胺	2.79	188	175	186	191	185	209	189	12	5.9	93.1
2-萘胺	1.20	176	177	172	176	180	208	181	14	7.2	90.1
2,6-二甲基苯胺	0.0	186	183	176	181	176	208	185	12	6.4	92.5
3-氯苯胺	14.7	212	206	216	201	208	232	212	11	5.2	98.9
3,3’-二氯联苯胺	1.63	226	210	218	224	207	217	217	7.3	3.4	108
N-亚硝基二苯胺	0.0	196	181	202	199	181	197	193	9.1	4.7	96.3

5.9.2.2 采用 13 种内标定量计算的精密度与准确度

表 50　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度和准确度数据

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
联苯胺	0.0	18.7	18.2	19.0	19.3	17.8	18.8	18.6	0.6	3.0	93.2
苯胺	0.0	18.1	18.3	18.3	20.3	18.6	18.6	18.7	0.8	4.3	93.5
4-甲基苯胺	0.0	16.1	16.6	16.2	16.8	15.9	16.5	16.3	0.3	2.0	81.7
2-甲氧基苯胺	0.0	19.2	18.8	19.6	19.5	19.3	19.8	19.4	0.4	1.9	96.8
3-甲基苯胺	0.0	18.5	18.3	19.6	19.2	18.8	18.4	18.8	0.5	2.6	93.9
2-甲基苯胺	0.0	19.2	18.9	19.0	19.4	19.2	19.6	19.2	0.3	1.5	96.1
2,4-二甲基苯胺	0.0	18.4	18.2	18.8	19.1	18.3	18.7	18.6	0.3	1.7	92.9
4-硝基苯胺	0.0	17.8	18.8	18.0	17.7	17.3	17.8	17.9	0.51	2.8	89.5
3-硝基苯胺	0.0	37.4	37.5	37.9	35.7	38.4	39.1	37.7	1.1	3.0	94.2
4-氯苯胺	0.0	18.5	18.1	18.6	19.0	19.0	19.5	18.8	0.5	2.6	93.9
2-萘胺	0.0	19.5	19.2	20.0	19.3	18.4	20.1	19.4	0.6	3.1	97.0
2,6-二甲基苯胺	0.0	16.5	18.2	18.1	18.1	17.8	18.9	17.9	0.8	4.3	89.7
3-氯苯胺	0.0	19.7	19.8	19.4	20.1	19.2	20.0	19.7	0.4	1.8	98.6
3,3’-二氯联苯胺	0.0	19.6	19.2	19.4	20.2	18.7	18.9	19.3	0.5	2.7	96.7
N-亚硝基二苯胺	0.0	20.4	20.3	20.9	20.4	20.6	21.3	20.6	0.4	1.8	103

表 51　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度和准确度数据

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
联苯胺	0.0	190	188	190	189	188	188	189	1.2	0.6	94.5
苯胺	0.0	180	183	183	186	178	178	181	3.4	1.9	90.6
4-甲基苯胺	0.0	180	178	176	177	174	171	176	3.0	1.7	88.0
2-甲氧基苯胺	0.0	199	195	197	198	192	194	196	2.5	1.3	97.9
3-甲基苯胺	0.0	199	197	201	203	194	194	198	3.7	1.9	98.9
2-甲基苯胺	0.0	198	198	194	196	194	192	195	2.7	1.4	97.7
2,4-二甲基苯胺	0.0	192	191	188	191	185	185	189	3.3	1.7	94.3
4-硝基苯胺	0.0	180	189	179	180	189	178	182	5.2	2.8	91.2
3-硝基苯胺	0.0	380	388	364	372	390	398	382	13	3.3	95.5

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
4-氯苯胺	0.0	192	194	190	200	191	192	193	3.5	1.8	96.6
2-萘胺	0.0	197	194	196	196	187	194	194	3.5	1.8	97.0
2,6-二甲基苯胺	0.0	199	201	206	201	200	198	201	2.6	1.3	100
3-氯苯胺	0.0	202	194	201	193	196	191	196	4.3	2.2	98.0
3,3’-二氯联苯胺	0.0	199	193	198	198	190	194	196	3.7	1.9	97.8
N-亚硝基二苯胺	0.0	194	193	194	195	190	191	193	1.7	0.9	96.4

表 52　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度和准确度数据

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
联苯胺	0.0	353	356	358	352	359	365	357	4.7	1.3	99.2
苯胺	0.0	318	319	310	312	311	321	315	4.6	1.4	87.6
4-甲基苯胺	0.0	313	309	311	312	312	318	313	2.9	0.9	86.8
2-甲氧基苯胺	0.0	359	364	371	358	356	367	363	5.8	1.6	101
3-甲基苯胺	0.0	341	349	346	347	343	354	347	4.5	1.3	96.3
2-甲基苯胺	0.0	356	352	356	355	348	354	353	3.0	0.9	98.2
2,4-二甲基苯胺	0.0	347	348	350	350	348	352	349	2.0	0.6	97.0
4-硝基苯胺	0.0	322	334	336	329	326	342	331	7.3	2.2	92.0
3-硝基苯胺	0.0	732	752	752	728	748	748	743	11	1.4	103
4-氯苯胺	0.0	349	354	348	362	343	360	353	7.3	2.1	98.0
2-萘胺	0.0	342	359	350	354	343	350	350	6.5	1.9	97.1
2,6-二甲基苯胺	0.0	350	355	350	352	355	356	353	2.8	0.8	98.1
3-氯苯胺	0.0	361	378	369	362	360	377	368	8.2	2.2	102
3,3’-二氯联苯胺	0.0	357	358	366	374	361	360	363	6.3	1.7	101
N-亚硝基二苯胺	0.0	362	366	363	366	362	362	363	1.9	0.5	101

表 53　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度和准确度数据

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
联苯胺	0.0	18.2	17.3	17.4	16.4	17.3	17.3	17.3	0.5	3.2	86.5
苯胺	0.0	19.0	18.0	18.5	18.4	18.4	18.7	18.5	0.3	1.7	92.6
4-甲基苯胺	0.0	16.4	16.4	16.3	16.0	16.2	16.4	16.3	0.2	1.0	81.5
2-甲氧基苯胺	0.0	19.8	19.2	19.4	18.6	18.7	18.3	19.0	0.6	2.9	95.0
3-甲基苯胺	0.0	18.8	19.1	19.5	18.8	18.4	17.9	18.7	0.6	3.0	93.7
2-甲基苯胺	0.0	19.3	18.9	19.0	19.0	18.7	19.0	19.0	0.2	1.0	94.9
2,4-二甲基苯胺	0.0	18.5	18.4	18.8	18.9	18.7	18.3	18.6	0.2	1.3	92.9
4-硝基苯胺	0.0	18.0	18.0	17.6	18.2	17.7	16.8	17.7	0.49	2.8	88.6
3-硝基苯胺	0.0	43.2	40.8	42.0	41.6	38.2	39.5	40.9	1.8	4.4	102
4-氯苯胺	0.0	19.4	19.0	18.5	18.9	19.2	18.8	19.0	0.3	1.7	94.8
2-萘胺	0.0	19.6	19.6	19.2	18.6	18.7	19.2	19.2	0.4	2.2	95.8
2,6-二甲基苯胺	0.0	17.3	18.1	18.5	18.8	18.9	17.4	18.2	0.7	4.0	90.8
3-氯苯胺	0.0	19.9	20.8	19.1	19.5	19.4	19.6	19.7	0.6	2.9	98.6
3,3’-二氯联苯胺	0.0	19.6	19.3	19.2	19.6	18.4	19.4	19.2	0.4	2.3	96.2
N-亚硝基二苯胺	0.0	21.2	20.6	21.4	21.0	20.5	20.8	20.9	0.4	1.7	105

表 54　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度和准确度数据

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
联苯胺	0.0	436	393	404	379	392	412	403	20	4.9	112
苯胺	0.0	309	311	298	299	299	307	304	5.7	1.9	84.4
4-甲基苯胺	0.0	312	307	312	304	309	308	309	3.2	1.0	85.8
2-甲氧基苯胺	0.0	399	385	400	388	395	404	395	7.5	1.9	110
3-甲基苯胺	0.0	365	356	345	349	349	361	354	7.7	2.2	98.3
2-甲基苯胺	0.0	363	358	367	357	360	366	362	4.1	1.1	101
2,4-二甲基苯胺	0.0	359	354	352	345	350	361	354	5.8	1.6	98.2
4-硝基苯胺	0.0	348	359	350	352	345	366	353	7.0	2.2	98.1
3-硝基苯胺	0.0	728	700	724	692	704	744	715	20	2.8	99.4

化合物名称	样品测定值(μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
4-氯苯胺	0.0	347	356	344	353	365	354	353	7.4	2.1	98.1
2-萘胺	0.0	346	357	375	353	368	364	360	11	2.9	100
2,6-二甲基苯胺	0.0	354	313	336	316	333	362	336	20	5.8	93.2
3-氯苯胺	0.0	380	378	378	381	375	378	378	2.0	0.5	105
3,3'-二氯联苯胺	0.0	379	375	377	376	370	392	378	7.2	1.9	105
N-亚硝基二苯胺	0.0	362	356	357	357	361	361	359	2.7	0.8	99.7

表 55　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度和准确度数据

化合物名称	样品测定值(μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
联苯胺	0.0	15.0	16.1	14.1	15.3	16.6	15.2	15.4	0.9	5.7	76.8
苯胺	2.33	17.9	18.1	18.3	18.4	19.7	19.1	18.6	0.7	3.6	81.3
4-甲基苯胺	0.0	15.6	14.5	14.7	14.3	16.4	15.5	15.2	0.8	5.4	75.9
2-甲氧基苯胺	0.0	18.7	18.3	17.9	18.3	19.2	18.4	18.5	0.4	2.3	92.4
3-甲基苯胺	0.0	18.6	17.6	17.9	18.4	19.0	18.5	18.3	0.5	2.6	91.6
2-甲基苯胺	0.0	18.5	18.8	18.6	18.5	18.9	18.6	18.6	0.2	0.9	93.2
2,4-二甲基苯胺	0.0	17.2	17.0	17.4	16.8	17.0	17.6	17.2	0.3	1.7	85.9
4-硝基苯胺	0.0	22.5	21.8	21.2	21.8	23.0	22.0	22.0	0.63	2.9	110
3-硝基苯胺	0.0	39.2	37.8	36.1	37.2	38.6	37.8	37.8	1.1	2.8	94.5
4-氯苯胺	0.0	18.2	17.2	18.4	17.8	18.3	18.7	18.1	0.5	2.9	90.6
2-萘胺	0.0	17.8	17.5	16.6	17.2	17.6	17.7	17.4	0.4	2.5	87.1
2,6-二甲基苯胺	0.0	17.0	18.6	18.3	17.2	18.3	19.3	18.1	0.9	4.8	90.6
3-氯苯胺	0.0	19.6	19.0	19.9	18.6	20.0	19.6	19.5	0.5	2.7	97.3
3,3'-二氯联苯胺	0.0	19.0	19.2	19.5	18.9	19.6	18.7	19.1	0.4	1.9	95.7
N-亚硝基二苯胺	0.0	21.4	20.8	21.2	21.5	21.4	20.9	21.2	0.3	1.3	106

表 56　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度和准确度数据

化合物名称	样品测定值(μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	标准偏差 S_i (μg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)	回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6				
联苯胺	3.18	191	183	184	188	185	202	189	7.0	3.7	92.9
苯胺	15.2	178	168	182	170	170	184	175	6.8	3.9	80.0
4-甲基苯胺	2.61	177	167	172	172	170	184	174	6.0	3.5	85.6
2-甲氧基苯胺	0.0	196	170	196	194	178	196	188	12	6.0	94.2
3-甲基苯胺	0.0	202	194	204	200	202	220	204	8.8	4.3	102
2-甲基苯胺	2.2	204	190	208	201	188	208	200	9.0	4.5	98.8
2,4-二甲基苯胺	0.0	194	177	190	190	180	194	188	7.2	3.9	93.8
4-硝基苯胺	0.0	230	214	216	226	231	246	227	12	5.1	114
3-硝基苯胺	0.0	382	379	397	412	392	404	394	13	3.2	98.6
4-氯苯胺	2.76	189	179	192	185	181	180	184	5.4	2.9	90.9
2-萘胺	1.26	200	193	185	208	176	218	197	16	7.9	97.7
2,6-二甲基苯胺	0.0	189	157	187	189	167	174	177	14	7.6	88.5
3-氯苯胺	13.3	209	200	226	213	200	219	211	11	4.8	99.0
3,3’-二氯联苯胺	1.63	226	210	218	224	207	217	217	7.3	3.4	108
N-亚硝基二苯胺	0.0	196	181	202	199	181	197	193	9.1	4.7	96.3

从表 43～表 49 可以看出，采用 4 种内标定量计算，各添加浓度样品的平均加标回收率在 76.5%～114%之间，相对标准偏差在 0.50%～9.7%之间。从表 50～表 56 可以看出，采用 13 种内标定量计算，各添加浓度样品的平均加标回收率在 75.9%～114%之间，相对标准偏差在 0.50%～7.9%之间。两类计算模式获得的精密度与准确度并无显著差别。

5.9.3 内标物回收率

本标准采用内标法定量，同位素内标与待测组分在样品预处理、色谱分离及质谱检测的全过程中具有相似的行为，受基质效应的影响也一致。标准编制组汇总了实验室内检出限、精密度与准确度实验的内标物回收率测试数据，包含了石英砂、壤土、砂土、河流沉积物与海洋沉积物 5 种基质，具体见表 57。

表 57　内标物回收率测试数据汇总

化合物名称	回收率（%）			
	石英砂	土壤	沉积物	汇总
联苯胺-D_8	30.7～44.8	17.9～37.7	14.2～27.0	14.2～44.8
苯胺-D_5	44.3～54.3	43.5～55.6	23.3～49.2	23.3～55.6

化合物名称	回收率（%）			
	石英砂	土壤	沉积物	汇总
4-甲基苯胺-D_9	45.0～58.1	44.1～58.1	23.6～51.0	23.6～58.1
2-甲氧基苯胺 D_3	42.8～54.1	37.0～52.9	23.5～52.4	23.5～54.1
2-甲基苯胺-D_9	40.5～55.2	42.7～54.3	22.3～59.7	22.3～55.2
2,4-二甲基苯胺-D_6	43.0～56.0	45.1～55.7	25.2～56.6	25.2～56.6
3-硝基苯胺-D_4	42.7～56.2	43.7～51.1	21.4～56.7	21.4～56.7
4-氯苯胺-D_2	40.4～54.0	44.0～54.8	21.9～50.9	21.9～54.8
2-萘胺-D_7	39.4～52.7	37.5～49.4	21.6～42.6	21.6～52.7
2,6-二甲基苯胺-D_6	36.5～57.7	39.2～57.2	22.2～55.4	22.2～57.7
3-氯苯胺-D_3	35.3～56.2	40.8～57.8	23.6～51.2	23.6～57.8
3,3’-二氯联苯胺-D_6	31.0～40.1	30.6～41.0	19.2～41.1	19.2～41.1
N-亚硝胺二苯胺-D_6	40.1～56.9	47.9～50.6	27.5～56.1	27.5～56.9

从表 57 可看出，内标物（联苯胺-D_8除外）在土壤和石英砂中的回收率无显著差别，沉积物中的内标回收率普遍较低，并且波动范围较大。由于添加的内标物浓度较高，所以当内标回收率>10%时，样品中的内标物峰形正常，有足够的响应值，可以确保待测物测定结果的准确性。

5.10 标准的适用范围

土壤是地球陆地的表面由矿物质、有机质、水、空气和生物组成的具有肥力的、能生长植物的未固定的结构层。我国土壤资源丰富、类型繁多、世界罕见，不同地区土壤的理化性质也差异较大。为了检验标准的适用性，标准编制组对我国东西南北中 6 个省份的典型土壤样品进行加标回收测试实验，测定结果见表 58～表 59。

表 58　不同地区土壤的测试-1

地区 / 化合物名称	加标回收率（%）					
	黑龙江		山东		河南	
	黑土	风沙土	潮土	褐土	盐土	碱土
pH	7.03	7.71	7.17	6.14	7.96	7.81
联苯胺	76.8	122	122	124	126	132
苯胺	111	115	116	103	112	125
4-甲基苯胺	99.0	117	118	112	118	125
2-甲氧基苯胺	99.0	119	114	112	115	117
3-甲基苯胺	98.8	120	116	112	115	118

地区 / 化合物名称	加标回收率（%）					
	黑龙江		山东		河南	
	黑土	风沙土	潮土	褐土	盐土	碱土
2-甲基苯胺	104	118	119	120	126	125
2,4-二甲基苯胺	105	115	113	111	122	117
4-硝基苯胺	95.6	106	108	106	102	124
3-硝基苯胺	103	110	110	101	110	112
4-氯苯胺	103	103	118	116	122	118
2-萘胺	87.6	113	95.0	101	110	107
2,6-二甲基苯胺	103	116	121	116	117	117
3-氯苯胺	105	119	112	109	123	115
3,3'-二氯联苯胺	102	110	109	106	113	109
N-亚硝基二苯胺	95.8	103	108	104	105	110
联苯胺-D_8	15.1	23.2	24.5	24.7	19.3	33.8
苯胺-D_5	47.9	39.1	38.9	40.5	37.2	43.5
3,3'-二氯联苯胺-D_6	43.5	33.4	28.9	30.3	26.8	36.3
N-亚硝基二苯胺-D_6	35.7	51.2	42.5	43.4	55.0	37.9
注 1：目标物采用 4 种内标定量						
注 2：内标物的回收率采用外标法计算						

表 59　不同地区土壤的测试-2

地区 / 化合物名称	加标回收率（%）					
	甘肃		四川		海南	
	黑垆土	灰钙土	紫色土	暗棕壤	赤红壤	滨海砂土
pH	8.22	8.44	7.74	7.68	4.93	6.11
联苯胺	102	123	92.8	110	107	68.3
苯胺	115	107	110	125	97.6	96.1
4-甲基苯胺	114	116	105	118	101	105
2-甲氧基苯胺	116	114	106	118	101	82.5
3-甲基苯胺	111	113	101	118	96.4	106
2-甲基苯胺	119	122	102	122	105	120
2,4-二甲基苯胺	110	112	103	120	99.8	111
4-硝基苯胺	110	101	96.8	109	91.4	107

化合物名称 \ 地区	加标回收率（%）					
	甘肃		四川		海南	
	黑垆土	灰钙土	紫色土	暗棕壤	赤红壤	滨海砂土
3-硝基苯胺	108	102	109	108	96.3	109
4-氯苯胺	118	118	102	122	103	106
2-萘胺	101	97.6	98.6	114	85.0	75.1
2,6-二甲基苯胺	120	119	102	117	103	113
3-氯苯胺	116	112	104	124	106	115
3,3’-二氯联苯胺	109	103	101	119	99.6	104
N-亚硝基二苯胺	110	107	94.2	105	97.2	110
联苯胺-D_8	22.8	17.0	25.1	27.2	27.5	7.8
苯胺-D_5	38.3	38.1	48.2	38.0	36.0	41.0
3,3’-二氯联苯胺-D_6	30.7	28.9	44.4	28.3	27.1	24.3
N-亚硝基二苯胺-D_6	45.2	42.5	36.7	54.8	43.6	38.5
注 1：目标物采用 4 种内标定量						
注 2：内标物的回收率采用外标法计算						

从表 58～表 59 可以看出，标准编制组选取的黑龙江、山东、河南、甘肃、四川及海南 6 个省的 12 种典型土壤加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）时，目标物的加标回收率范围为 68.3%～132%。由此可见，本方法对不同类型土壤样品适用性均良好。

5.11 结果计算与表示

5.11.1 定性分析

目标化合物定性确证方法参考欧盟指令 2002/657/EC。指令规定：在相同的实验条件下，试样中目标组分的保留时间与标准样品中该组分的保留时间比较，相对偏差应在±2.5%的范围；且对待测样品中各组分定性离子的相对丰度（K_{sam}，见公式 1）与浓度接近的标准溶液中对应的定性离子相对丰度（K_{std}，见公式 2）进行比较，偏差不超过表 60 规定的范围，则可判定为样品中存在对应的待测物。15 种苯胺类和联苯胺类化合物及 13 种内标物总离子流图见图 12。

$$K_{sam} = \frac{A_2}{A_1} \times 100 \tag{1}$$

式中：K_{sam}——样品中某组分定性离子的相对丰度，%；

A_2——样品中某组分二级质谱定性离子的峰面积（或峰高）；

A_1——样品中某组分二级质谱定量离子的峰面积（或峰高）。

$$K_{std}=\frac{A_{std2}}{A_{std1}}\times100\qquad（2）$$

式中：K_{std}——标准溶液中某组分定性离子的相对丰度，%；

A_{std2}——标准溶液中某组分二级质谱定性离子的峰面积（或峰高）；

A_{std1}——标准溶液中某组分二级质谱定量离子的峰面积（或峰高）。

表 60　定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

K_{std}（%）	K_{sam}最大允许偏差（%）
K_{std}＞50	20
20＜K_{std}≤50	25
10＜K_{std}≤20	30
K_{std}≤10	50

5.11.2 定量分析

目标化合物经定性鉴别后，根据定量离子的峰面积（或峰高），用内标法定量。

5.11.3 结果计算

5.11.3.1 土壤样品的结果计算

土壤样品中的目标化合物含量 w_1（μg/kg），按照公式（3）进行计算。

$$w_1=\frac{\rho_1\times V_1\times F_1}{m_1\times w_{dm}}\qquad（3）$$

式中：w_1——土壤样品中的目标化合物含量，μg/kg；

ρ_1——由标准曲线计算所得试样中目标化合物的质量浓度，μg/L；

V_1——试样的定容体积，ml；

F_1——试样的稀释倍数；

m_1——称取样品的质量，g；

w_{dm}——样品的干物质含量，%。

5.11.3.2 沉积物样品的结果计算

沉积物样品中的目标化合物含量 w_2（μg/kg），按照公式（4）进行计算。

$$w_2=\frac{\rho_2\times V_2\times F_2}{m_2\times\left(1-w\right)}\qquad（4）$$

式中：w_2——沉积物样品中的目标化合物含量，μg/kg；

ρ_2——由标准曲线计算所得试样中目标化合物的质量浓度，μg/L；

V_2——试样的定容体积，ml；

F_2——试样的稀释倍数；

m_2——称取样品的质量，g；

w——沉积物样品的含水率，%。

5.11.3.3 内标物的回收率（%），按照公式（5）进行计算。

$$P_i = \frac{A_{sam}}{A_{std}} \times 100 \tag{5}$$

式中：

P_i——样品中内标物 i 的回收率，%；

A_{sam}——样品中内标物 i 的峰面积（或峰高）；

A_{std}——与样品组分浓度接近的标准溶液中内标物 i 的峰面积（或峰高）。

5.11.4 结果表示

测定结果保留整数，最多保留 3 位有效数字。

5.12 质量保证与质量控制

5.12.1 空白试验

每批次样品（不超过 20 个）至少测定一个实验室空白，以检查可能存在的干扰，其目标化合物的测定值应低于方法的检出限。否则应查找原因，至实验室空白检验合格后，才能继续进行样品分析。

5.12.2 校准

5.12.2.1 初始校准

每批样品应建立标准曲线，进行初始校准。标准曲线的相关系数应≥0.995，否则重新建立标准曲线。

5.12.2.2 连续校准

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）须用标准曲线的中间浓度点进行一次连续校准。连续校准的相对误差应≤20%，否则应查找原因，或重新建立校准曲线。

5.12.3 平行样测定

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）至少测定一个平行样。平行样评价以相对偏差形式进行。在本标准制订研究和 6 家实验室验证的数据统计中显示，相对标准偏差最大值为 17%；以同一浓度多次测定的最大值与最小值计算平行样的相对偏差，结果显示相对偏差在 0.60%～33.5%之间，因此文本中规定平行样的相对偏差应≤35%。

5.12.4 空白加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）至少测定一个空白加标样品，加标样与原样品在完全相同的测试条件下进行分析。本实验室采用 4 种内标定量计算，空白的平均加标回收率在 87.3%～106%之间，采用 13 种内标定量计算，空白的平均加标回收率在 81.7%～103%之间。6 家实验室采用 4 种内标定量计算，空白的平均加标回收率 71.4%～128%之间；采用 13 种内标定量计算，空白的平均加标回收率在 69.1%～126%之间。

综合以上数据，本标准规定空白加标回收率范围应在 65%～130%之间，否则应查明原因，直至回收率满足质控要求后，才能继续进行样品分析。

5.12.5 样品加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）至少测定一个加标样品，加标样与原样品在完全相同的测试条件下进行分析。本实验室采用 4 种内标定量计算，土壤的平均加标回收率在 84.4%～112%之间，沉积物的平均加标回收率在 76.5%～114%之间；采用 13 种内标定量计算，土壤的平均加标回收率在 81.5%～112%之间，沉积物的平均加标回收率在 75.9%～108%之间。6 家实验室采用 4 种内标定量计算，土壤的平均加标回收率 72.4%～124%之间，沉积物的平均加标回收率在 69.2%～122%之间；采用 13 种内标定量计算，土壤的平均加标回收率在 68.5%～124%之间，沉积物的平均加标回收率在 68.1%～114%之间。

综合以上数据，本标准规定土壤加标回收率范围应在 65%～130%之间，沉积物加标回收率范围应在 60%～140%之间，否则应查明原因，直至回收率满足质控要求后，才能继续进行样品分析。

6 方法验证

6.1 方法验证方案

6.1.1 验证单位及验证人员情况

参与方法验证的实验室、验证人员的基本情况见表 61。

表 61　参与验证单位及验证人员基本情况

姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	从事相关分析工作年限	验证单位
胡恩宇	女	41	高级工程师	工业分析	20	南京市环境监测中心站
沈敏	女	33	助理工程师	环境工程	10	
傅彦斌	女	45	高级工程师	分析化学	20	福建省环境监测中心站
林　暾	男	32	工程师	环境工程	4	
陈平钦	女	27	助理工程师	环境工程	1	
周志洪	女	43	高级工程师	有机化学	16	广州市环境监测中心站
李娜	女	36	高级工程师	化学工程与工艺	14	韶关市环境监测中心站
黄成	男	32	工程师	资源与环境微生物学	7	
丁炜炜	男	26	助理工程师	应用化学	5	

姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	从事相关分析工作年限	验证单位
龚勇青	男	33	工程师	环境工程	10	华测检测认证集团股份有限公司
夏佳玮	男	26	助理工程师	海洋科学	1	
申玲玲	女	35	工程师	分析化学	10	岛津企业管理（中国）有限公司上海分析中心

6.1.2 方法验证方案

按照《环境监测 分析方法标准制修定技术导则》（HJ 168）和《国家环境保护标准制修订工作管理办法》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，编制方法验证方案，确定样品类型、含量水平、分析人员、分析设备、分析时间及重复测试次数等。验证数据主要包括检出限、测定下限、精密度和加标回收率。方法验证方案如下：

（1）样品分析步骤：超声波提取-离心-过滤-固相萃取柱净化-氮吹浓缩-稀释-仪器分析全过程。

（2）方法检出限：采用空白石英砂加标的方法确定方法检出限。称样量为 5 g，加标后浓度为 1.2～6.4 μg/kg，按照样品分析步骤平行测定 7 次，计算标准偏差 S，检出限：MDL=3.143×S。

（3）方法测定下限：按照 HJ 168 的规定，以 4 倍方法检出限为方法的测定下限。

（4）方法精密度与准确度

标准编制单位提供一个壤土样品和一个海洋沉积物样品。各验证单位自行提供一个砂土样品和一个河流沉积物样品。按照样品分析的步骤，验证单位对加标浓度分别为 20.0 μg/kg、200 μg/kg、360 μg/kg（以苯胺计）的空白石英砂进行 6 次平行测定；对加标浓度为 20.0 μg/kg（以苯胺计）的壤土样品、海洋沉积物样品进行 6 次平行测定；对加标浓度为 200 μg/kg（以苯胺计）的河流沉积物样品进行 6 次平行测定；对加标浓度为 360 μg/kg（以苯胺计）的砂土样品进行 6 次平行测定。分别计算不同浓度样品的平均值、标准偏差及相对标准偏差等参数，计算精密度，计算方法详见《环境监测分析方法标准值修订技术导则》（HJ 168-2010）中 A.3.1 部分的规定。准确度计算参考《环境监测分析方法标准值修订技术导则》（HJ 168-2010）中 A.4.1 部分的规定。

（5）6 家验证单位采用 4 种内标和 13 种内标两种定量模式，分别计算方法检出限、测定下限、精密度与准确度。

6.2 方法验证过程

（1）通过筛选确定方法验证单位。由于不同品牌、不同型号液相色谱-三重四极杆质谱仪灵敏度可能会有差异，本标准在进行方法验证，尽可能选择了覆盖市场的不同品牌液相色谱-三重四极杆质谱，包括 Waters、Agilent、AB Sciex、SHIMADZU，确保了方法广泛的适用性。

（2）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，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。

（3）《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：考虑到实验室间的差异，检出限选取 7 家实验室测定结果中的最大值。

（2）以本方法确定的 4 倍检出限为目标物的测定下限。

（3）标准编制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。

7 与开题报告差异说明

（1）根据开题论证会专家意见，将标题由《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 液相色谱-质谱法》改为《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 液相色谱-串联质谱法》。在征求意见技术审查会上，专家建议将标题改为《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》。

（2）开题报告中拟测定联苯胺、苯胺、4-甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、2-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、4-硝基苯胺、3-硝基苯胺、4-氯苯胺、2-萘胺、2,6-二甲基苯胺、3-氯苯胺、3,3’-二氯联苯胺、N-亚硝基二苯胺、3,3’-二甲基联苯胺和 3,3’-二甲氧基联苯胺 16 种苯胺类和联苯胺类化合物。方法研究过程中发现 3,3’-二甲基联苯胺与 3,3’-二甲氧基联苯胺没有自己的同位素化合物，与其他内标物也不匹配，所以不再纳入本标准的讨论范围。由于 3-甲基苯胺与 2-甲基苯胺在液相色谱较难分开，两者的毒性和致癌性差异较大，为了避免出现误判，需要将 3-甲基苯胺列入本标准的讨论范围。

8 参考文献

[1] EPA Method 8131 Aniline and selected derivatives by gas chromatography [S] // USEPA, 1996

[2] EPA Method 8270D Semivolatile Organic Compounds By Gas Chromatography/Mass Spectrometry [S] // USEPA, 2014

[3] EPA Method 8325 Solvent Extractable Nonvolatile Compounds by High Performance Liquid Chromatography/Particle Beam/Mass Spectrometry (HPLC/PB/MS) [S] // USEPA,1996

[4] EPA Method 553 Determination of benzidines and nitrogen-containing pesticides in water by liquid-liquid extraction or liquid-solid extraction and reverse phase high performance liquid chromatography/particle beam/mass spectrometry [S] // USEPA,1992

[5] EPA Method 3550B Ultrasonic extraction [S] // USEPA, 1996

[6] EPA Method 3600C Cleanup [S] // USEPA, 1996

[7] EPA Method 3610B Alumina Cleanup [S] // USEPA, 1996

[8] EPA Method 3620C Florisil Cleanup [S] // USEPA, 2014

[9] EPA Method 3630C Silica Gel Cleanup [S] // USEPA, 1996

[10] EN 14362-1 2012 Textiles - Methods for determination of certain aromatic amines derived from azo colorants - Part 1: Detection of the use of certain azo colorants accessible with and without extracting the fibres [S] // European Committee for Standardization, 2012

[11] EN 14362-3 2012 Textiles - Methods for determination of certain aromatic amines derived

from azo colorants - Part 3: Detection of the use of certain azo colorants, which may release 4-aminoazobenzene [S] // European Committee for Standardization, 2012

[12] ISO 24362-1:2014 Textiles -- Methods for determination of certain aromatic amines derived from azo colorants -- Part 1: Detection of the use of certain azo colorants accessible with and without extracting the fibre [S] // International Organization of Standardization, 2014

[13] ISO 24362-3:2014 Textiles -- Methods for determination of certain aromatic amines derived from azo colorants -- Part 3: Detection of the use of certain azo colorants, which may release 4-aminoazobenzene [S] // International Organization of Standardization, 2014

[14] BS 24362-1:2014 Textiles -- Methods for determination of certain aromatic amines derived from azo colorants -- Part 1: Detection of the use of certain azo colorants accessible with and without extracting the fibre [S] // British Standards Institution, 2014

[15] BS 24362-3:2014 Textiles -- Methods for determination of certain aromatic amines derived from azo colorants -- Part 3: Detection of the use of certain azo colorants, which may release 4-aminoazobenzene [S] // British Standards Institution, 2014

[16] ISO 17234-1:2015 Leather -- Chemical tests for the determination of certain azo colorants in dyed leathers -- Part 1: Determination of certain aromatic amines derived from azo colorants [S] // International Organization of Standardization, 2015

[17] ISO 17234-2:2011 Leather -- Chemical tests for the determination of certain azo colorants in dyed leathers -- Part 2: Determination of 4-aminoazobenzene [S] // International Organization of Standardization, 2011

[18] EN 17234-1:2015 Leather -- Chemical tests for the determination of certain azo colorants in dyed leathers -- Part 1: Determination of certain aromatic amines derived from azo colorants ［S］ // European Committee for Standardization, 2015

[19] EN 17234-2:2011 Leather -- Chemical tests for the determination of certain azo colorants in dyed leathers -- Part 2: Determination of 4-aminoazobenzene ［S］// European Committee for Standardization, 2011

[20] BS 17234-1:2015 Leather -- Chemical tests for the determination of certain azo colorants in dyed leathers -- Part 1: Determination of certain aromatic amines derived from azo colorants ［S］ // British Standards Institution, 2015

[21] BS 17234-2:2011 Leather -- Chemical tests for the determination of certain azo colorants in dyed leathers -- Part 2: Determination of 4-aminoazobenzene［S］// British Standards Institution, 2011

[22] JIS L1940-1:2014 (ISO 24362-1:2014)Textiles -- Methods for determination of certain aromatic amines derived from azo colorants -- Part 1: Detection of the use of certain azo colorants accessible with and without extracting the fibres［S］// Japanese Standard Association, 2014

[23] JIS L1940-3:2014 (ISO 24362-3:2014)Textiles -- Methods for determination of certain aromatic amines derived from azo colorants -- Part 3: Detection of the use of certain azo colorants, which may release 4-aminoazobenzene ［S］// Japanese Standard Association, 2014

[24] 《家用产品有害物质管控法案》日本厚生劳动省(MHLW)，2015

[25] GB/T 11889-1989 水质 苯胺类化合物的测定 N-(1-萘基)乙二胺偶氮分光光度法[S]

[26] HJ 822-2017 水质 苯胺类化合物的测定 气相色谱质谱法[S]

[27] GB/T 15502-1995 空气质量 苯胺类的测定 盐酸萘乙二胺分光光度法[S]

[28] HJ/T 68-2001 大气固定污染源 苯胺类的测定 气相色谱法[S]

[29] HJ/T166-2004 土壤环境监测技术规范[S]

[30] GB 5085.3-2007 危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别[S]

[31] HJ 834-2017 土壤和沉积物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法[S]

[32] GB 36600-2018 土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）[S]

[33] 国家环境保护总局水和废水监测分析方法编委会．水和废水监测分析方法（第四版增补版）[M]//北京：中国环境科学出版社，2002：598-601

[34] 国家环境保护总局空气和废气监测分析方法编委会．空气和废气监测分析方法（第四版增补版）[M]// 北京：中国环境科学出版社，2007：619-620

[35] GB/T 30930-2014 化妆品中联苯胺等 9 种禁用芳香胺的测定 高效液相色谱-串联质谱法

[36] GB/T 24800.12-2009 化妆品中对苯二胺、邻苯二胺和间苯二胺的测定

[37] GB/T 19942-2005 皮革和毛皮 化学试验 禁用偶氮染料的测定

[38] GB/T 33392-2016 皮革和毛皮 化学试验 禁用偶氮染料中 4-氨基偶氮苯的测定

[39] GB/T 17592-2011 纺织品 禁用偶氮染料的测定

[40] SN/T 1045.1-2010 进出口染色纺织品和皮革制品中禁用偶氮染料的测定 第 1 部分：液相色谱法

[41] SN/T 3622-2013 出口食品中 2-氯苯胺含量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

[42] SN/T 3045-2011 出口食品接触材料 高分子材料 有害芳香胺迁移量的检测方法 高效液相色谱法

[43] SN/T 3829-2014 进出口氧化型染发剂中 2-硝基-p-苯二胺及其盐类测定 高效液相色谱法

[44] SN/T 3791-2014 电子电气产品中芳香族伯胺的测定 液相色谱-质谱法

[45] SN/T 3792-2014 电子电气产品中偶氮染料的测定 液相色谱-质谱法

[46] 孙翠香，王首君，毕鸿亮，等.土壤中芳香胺 3,3'-二氯联苯胺的测定研究[J].生态环境学报，2015，24(3)：529 -532

[47] 李利荣，吴宇峰，杨家凤，等.土壤中 64 种痕量半挥发性有机物的分析方法研究[J].分析试验室，2007，26(1)：79-84

[48] 阿加尔古丽，赛依提，周梦春，等.土壤中苯胺类污染物的液相色谱测定[J].新疆环境保护，2011，33(1)：22-26

[49] 陈烨，许秀艳，于洪，等.土壤中痕量氯代苯胺的ＭＡＥ-ＳＰＭＥ-ＧＣ/ＱＱＱ测定[J].环境化学，2015，34(10)：1964－1968

[50] 洪小燕，温裕云，林芳，等.土壤及沉积物中 25 种芳香胺的固-液-液萃取及气相色谱-质谱测定方法初步研究[J].分析测试学报，2010，29(1)：31-34

[51] 陈昀，王方园，洪华嫦，等.环境样品中苯胺类化合物检测方法的研究进展[J].广州化工，2012，40（1）：12-15

[52] 王方园，陈昀，洪华嫦，等.液相色谱测定土壤中 4 种硝基苯胺类化合物[J].分析试验室，2012，31（8）：55-58

[53] 邓延慧，何忠，齐静娴，等.顶空气相色谱法快速测定土壤中苯、苯胺和硝基苯[J].环境监测管理与技术，2009，21（1）： 22-24

[54] 张思慧，冯慧芳.土壤中苯胺类污染物测定的探讨[J].中国环境监测，1992，8（5）： 5-7

[55] 王卉卉，牛增元，叶曦雯，等.染色纺织品与皮革制品中23种禁用偶氮染料的高效液相色谱法测定[J]. 分析测试学报，2009，28(8)：944-948

[56] 王佩珍，陈芸，朱维芳，等.高效液相色谱法测定纺织品上禁用偶氮染料[J].化学世界，2001，42(7):353-355

[57] 徐颖，肖海龙，蔡曹盛，等.液相色谱-串联质谱法测定化妆品中9种禁用芳香胺[J].理化检验-化学分册，2014，50(6): 715-719

[58] 赵云芝，杨坪，钱蜀.液相色谱-串联质谱法测定水中14种苯胺类化合物[J].色谱，2015，33(5): 508-513

[59] 赵云芝，谢振伟，潘乐丹，等.固相萃取/液相色谱-串联质谱法测定水中苯胺类化合物及基质干扰的消除[J].色谱，2016，34(3):289-298

[60] 曹向禹.含联苯胺废水处理技术的研究进展[J]. 染料与染色,2012,49(4):52-55

[61] 陈庆,康维均.联苯胺类化合物的毒性研究进展[J].河北医科大学学报, 2007,28(6):460-462

[62] 《水质 苯胺类化合物的测定 液液萃取/液相色谱法》（征求意见稿）编制说明

[63] 《水质 苯胺类化合物的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》（征求意见稿）编制说明

附

方法验证报告

方法名称：土壤和沉积物　苯胺类和联苯胺类的测定　液相色谱-三重四极杆质谱法》

项目承担单位：深圳市环境监测中心站

验证单位：南京市环境监测中心站、福建省环境监测中心站、广州市环境监测中心站、韶关市环境监测中心站、华测检测认证集团股份有限公司、岛津企业管理（中国）有限公司上海分析中心

项目负责人及职称：张俊琼（高级工程师）

通讯地址：深圳市福田区上梅林梅坳七路 8 号

电话：0755-33338945

报告编写人及职称：张俊琼（高级工程师）、林晶（工程师）

报告日期：2018 年 10 月 11 日

1 原始测试数据

本方法的 6 家验证实验室依次为：1-南京市环境监测中心站、2-福建省环境监测中心站、3-广州市环境监测中心站、4-韶关市环境监测中心站、5-华测检测认证集团股份有限公司、6-岛津企业管理（中国）有限公司上海分析中心。对《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》进行方法验证的结果进行汇总及统计分析，结果如下：

1.1 实验室基本情况

附表 1-1 参加验证的人员情况登记表

<table>
<tr><th>姓名</th><th>性别</th><th>年龄</th><th>职务或职称</th><th>所学专业</th><th>从事相关分析工作年限</th><th>验证单位</th></tr>
<tr><td>胡恩宇</td><td>女</td><td>41</td><td>高级工程师</td><td>工业分析</td><td>20</td><td rowspan="2">南京市环境监测中心站</td></tr>
<tr><td>沈敏</td><td>女</td><td>33</td><td>助工</td><td>环境工程</td><td>10</td></tr>
<tr><td>傅彦斌</td><td>女</td><td>45</td><td>高级工程师</td><td>分析化学</td><td>20</td><td rowspan="3">福建省环境监测中心站</td></tr>
<tr><td>林 暾</td><td>男</td><td>32</td><td>工程师</td><td>环境工程</td><td>4</td></tr>
<tr><td>陈平钦</td><td>女</td><td>27</td><td>助理工程师</td><td>环境工程</td><td>1</td></tr>
<tr><td>周志洪</td><td>女</td><td>43</td><td>高级工程师</td><td>有机化学</td><td>16</td><td>广州市环境监测中心站</td></tr>
<tr><td>李娜</td><td>女</td><td>36</td><td>高级工程师</td><td>化学工程与工艺</td><td>14</td><td rowspan="3">韶关市环境监测中心站</td></tr>
<tr><td>黄成</td><td>男</td><td>32</td><td>工程师</td><td>资源与环境微生物学</td><td>7</td></tr>
<tr><td>丁炜炜</td><td>男</td><td>26</td><td>助理工程师</td><td>应用化学</td><td>5</td></tr>
<tr><td>龚勇青</td><td>男</td><td>33</td><td>工程师</td><td>环境工程</td><td>10</td><td rowspan="2">华测检测认证集团股份有限公司</td></tr>
<tr><td>夏佳玮</td><td>男</td><td>26</td><td>助理工程师</td><td>海洋科学</td><td>1</td></tr>
<tr><td>申玲玲</td><td>女</td><td>35</td><td>工程师</td><td>分析化学</td><td>10</td><td>岛津企业管理（中国）有限公司上海分析中心</td></tr>
</table>

附表 1-2 使用仪器情况登记表

<table>
<tr><th>仪器名称</th><th>规格型号</th><th>仪器编号</th><th>性能状况</th><th>验证单位</th></tr>
<tr><td>液相色谱三重四极杆质谱仪</td><td>AB API 4000+</td><td>BH 20241203</td><td rowspan="3">良好</td><td rowspan="3">南京市环境监测中心站</td></tr>
<tr><td>超声波清洗器</td><td>Elma S300H</td><td>100248103</td></tr>
<tr><td>离心机</td><td>湘仪 TDZ5-WS</td><td>17400014040272</td></tr>
<tr><td>液相色谱三重四极杆</td><td>Agilent1260/G6460A</td><td>SG12187104</td><td>良好</td><td>福建省环境监测</td></tr>
</table>

仪器名称	规格型号	仪器编号	性能状况	验证单位
质谱仪				中心站
超声波清洗器	KQ-500DE	0014103545		
离心机	TGL-10B	XB-2014112461		
液相色谱三重四极杆质谱仪	Agilent 1290/6420	SG11357002	良好	广州市环境监测中心站
超声波清洗器	KQ5200			
离心机	LD5-2A	L621110063		
液相色谱三重四极杆质谱仪	U-3000& AB API 4000+	Bh21021504	良好	韶关市环境监测中心站
超声波清洗器	AS 5150B	AS 0100170		
离心机	TDL-40B	TDL-40B20141128339		
液相色谱三重四极杆质谱仪	Waters UPLC-XEVO TQ-S Micro	QEA0417	良好	华测检测认证集团股份有限公司
超声波清洗器	SCQ-1000B	170625		
离心机	TDL-5C	08		
液相色谱三重四极杆质谱仪	SHIMADZU LCMS-8050	225-19600-58	良好	岛津企业管理（中国）有限公司上海分析中心
超声波清洗器	DTH10	17030190038		
离心机	Eppendorf5804R	5805FK368227		

附表 1-3　使用试剂及溶剂登记表

名称	生产厂家、规格	纯化处理方法	备注	验证单位
正己烷	TEDIA，光谱纯	/		南京市环境监测中心站
丙酮	Merck，光谱纯	/		
甲醇	Merck，农残级	/		
甲酸	CNW，LC-MS 级	/		
氨水	阿拉丁，色谱级	/		
正己烷	TEDIA、色谱纯	/		福建省环境监测中心站
丙酮	TEDIA、色谱纯	/		
氨水	科密欧、 色谱纯	/		
甲醇	OCEANPAK、色谱纯	/		
甲酸	安捷伦、色谱纯	/		
正己烷	Merck，HPLC 级	/		广州市环境监测

名称	生产厂家、规格	纯化处理方法	备注	验证单位
丙酮	CNW，UV-HPLC	/		中心站
甲醇	Sigma-Aldrich，HPLC 级	/		
甲酸	Fluka，LCMS 级	/		
氨水	广州化学试剂厂，分析纯	/		
正己烷	赛默飞世尔科技 4L，农残	/		韶关市环境监测中心站
丙酮	MREDA，HPLC	/		
甲醇	赛默飞世尔科技，HPLC	/		
甲酸	天津科密欧化学试剂有限公司，HPLC	/		
氨水	天津科密欧化学试剂有限公司，HPLC	/		
正己烷	Honeywell，色谱纯	/		华测检测认证集团股份有限公司
丙酮	Honeywell，色谱纯	/		
甲醇	Honeywell，色谱纯	/		
甲酸	安谱，色谱纯	/		
氨水	国药集团化学试剂有限公司，色谱纯	/		
正己烷	Labscience, HPLC 级	/		岛津企业管理（中国）有限公司上海分析中心
丙酮	Fisher，HPLC 级	/		
甲醇	Merck，HPLC 级	/		
甲酸	Sigma，LCMS 级	/		
氨水	CNW, HPLC 级	/		

附表 1-4 参加验证单位仪器分析条件

<table>
<tr><td colspan="2">类别</td><td colspan="7">内容</td><td>验证单位</td></tr>
<tr><td rowspan="5">液相分析条件</td><td>流动相组成及洗脱程序</td><td colspan="7">流动相：甲酸-甲醇溶液 1+10000（A），甲酸水溶液 1+10000（B）
梯度洗脱程序：0-3min，90% A；3-4min，90%～65%A；4-5.5min，65% A～5% A；5.5-6min，5%～65%A；6.1～7min， 90% A</td><td rowspan="15">南京市环境监测中心站</td></tr>
<tr><td>流速</td><td colspan="7">0.3ml/min</td></tr>
<tr><td>色谱柱</td><td colspan="7">Waters ACQUITY UPLC BEH C_{18} (50mm ×2.1mm，1.7μm)</td></tr>
<tr><td>柱温</td><td colspan="7">40℃</td></tr>
<tr><td>进样量</td><td colspan="7">10μl</td></tr>
<tr><td rowspan="10">质谱条件</td><td>电喷雾质谱参数</td><td colspan="7">电离方式：电喷雾电离，正离子模式（ESI+）；喷雾电压：5.5kV；气帘气压力：25psi；雾化气压力：40psi；辅助气压力：40psi；辅助气温度：600℃；扫描方式：多反应监测模式（MRM）</td></tr>
<tr><td rowspan="9">化合物质谱参数</td><td>化合物名称</td><td>母离子 Q1（m/z）</td><td>子离子 Q3（m/z）</td><td>驻留时间（ms）</td><td>去簇电压 DP(V)</td><td>碰撞能量 CE(V)</td><td>碰撞室出口电压 CXP</td></tr>
<tr><td rowspan="2">联苯胺</td><td rowspan="2">185</td><td>167.9*</td><td rowspan="2">30</td><td rowspan="2">80</td><td>26</td><td>10</td></tr>
<tr><td>141</td><td>35</td><td>10</td></tr>
<tr><td rowspan="2">苯胺</td><td rowspan="2">93.9</td><td>77.1*</td><td rowspan="2">30</td><td rowspan="2">60</td><td>26</td><td>14</td></tr>
<tr><td>51.1</td><td>42</td><td>9.8</td></tr>
<tr><td rowspan="2">4-甲基苯胺</td><td rowspan="2">108</td><td>91.0*</td><td rowspan="2">30</td><td rowspan="2">60</td><td>26</td><td>8</td></tr>
<tr><td>65.1</td><td>36</td><td>12</td></tr>
<tr><td rowspan="2">2-甲氧基苯胺</td><td rowspan="2">124.2</td><td>109.0*</td><td rowspan="2">30</td><td rowspan="2">50</td><td>23</td><td>6</td></tr>
<tr><td>80</td><td>41</td><td>16</td></tr>
</table>

		3-甲基苯胺	108	91.0*	30	57	24	16	
				65.1			35	12	
		2-甲基苯胺	108	91.0*	30	57	24	16	
				65.1			35	2	
		2,4-二甲基苯胺	122.1	107.0*	30	52	22	10	
				79.1			31	15	
		4-硝基苯胺	139	122.1*	30	56	16	8	
				92			29	6	
		3-硝基苯胺	139	76.2*	30	60	40	7	
				93.1			24	10	
		4-氯苯胺	128	93.1*	30	50	25	6	
				111			31	7	
		2-萘胺	144	127.0*	30	57	30	13	
				77.1			48	15	
		2,6-二甲基苯胺	122.1	105.0*	30	46	24	17	
				79			28	15	
		3-氯苯胺	128	93.1*	30	50	25	6	
				111			31	7	
		3,3'-二氯联苯胺	253	217.0*	30	80	28	14	

				182.1			40	12	
		N-亚硝基二苯胺	199.1	169.0*	30	63	16	11	
				66.1			36	13	
		联苯胺-D_8	193	174.2*	30	80	31	12	
		苯胺-D_5	99	82.1*	30	50	29	6	
		4-甲基苯胺-D_9	115.1	97.9	30	50	28	6	
		2-甲氧基苯胺-D_3	127	109	30	62	23	7	
		2-甲基苯胺-D_9	114.9	97.9	30	74	28	20	
		2,4-二甲基苯胺-D_6	128.1	110.1	30	78	27	7	
		3-硝基苯胺-D_4	143.1	97.1	30	65	23	6	
		4-氯苯胺-D_2	130	94.9	30	67	30	12	
		2-萘胺-D_7	151.2	131.9	30	67	34	9	
		2,6-二甲基苯胺-D_6	128.1	111	30	60	25	8	
		3-氯苯胺-D_3	131.1	96	30	52	25	10	
		3,3'-二氯联苯胺-D_6	259.2	160.1*	30	120	52	14	
		N-亚硝基二苯胺-D_6	205.3	175.1*	30	61	18	13	
注：*为定量离子									

附表 1-5　参加验证单位仪器分析条件

<table>
<tr><th colspan="2">类别</th><th colspan="6">内容</th><th>验证单位</th></tr>
<tr><td rowspan="5">液相分析条件</td><td>流动相组成及洗脱程序</td><td colspan="6">流动相：甲酸-甲醇溶液 1+10000（A），甲酸水溶液 1+10000（B）
梯度洗脱程序：<table><tr><th>时间（min）</th><th>A%</th><th>B%</th></tr><tr><td>0</td><td>35</td><td>65</td></tr><tr><td>6.5</td><td>95</td><td>5</td></tr><tr><td>8.0</td><td>95</td><td>5</td></tr><tr><td>8.1</td><td>35</td><td>65</td></tr><tr><td>19.0</td><td>35</td><td>65</td></tr></table></td><td rowspan="11">福建省环境监测中心站</td></tr>
<tr><td>流速</td><td colspan="6">0.3ml/min</td></tr>
<tr><td>色谱柱</td><td colspan="6">ZORBAX Eclipse Plus C_{18}（4.6mm*50mm*1.8μm）</td></tr>
<tr><td>柱温</td><td colspan="6">35℃</td></tr>
<tr><td>进样量</td><td colspan="6">10μl</td></tr>
<tr><td rowspan="6">质谱条件</td><td>电喷雾质谱参数</td><td colspan="6">ESI 正离子模式进行扫描，检测模式为多反应监测（MRM），干燥气温度：350℃，干燥气流速 12ml/min，雾化气压力 35psi，毛细管电压 4000V</td></tr>
<tr><td rowspan="5">化合物质谱参数</td><td>化合物名称</td><td>母离子 Q1（m/z）</td><td>子离子 Q3（m/z）</td><td>碎裂电压</td><td>碰撞能量</td><td>碰撞池加速电压</td></tr>
<tr><td rowspan="2">联苯胺</td><td rowspan="2">185.1</td><td>167.9*</td><td rowspan="2">100</td><td>20</td><td rowspan="2">3</td></tr>
<tr><td>141.0</td><td>30</td></tr>
<tr><td rowspan="2">苯胺</td><td rowspan="2">93.9</td><td>77.1*</td><td rowspan="2">40</td><td>21</td><td rowspan="2">3</td></tr>
<tr><td>51.1</td><td>37</td></tr>
</table>

		4-甲基苯胺	108.1	91.0*	78	19	3	
				65.1		28		
		2-甲氧基苯胺	124.1	109.1*	72	16	3	
				80.2		35		
		3-甲基苯胺	108.1	91.0*	68	20	3	
				65.1		31		
		2-甲基苯胺	108.1	91.0*	67	21	3	
				65.1		30		
		2,4-二甲基苯胺	122.1	107.0*	75	16	3	
				79.0		25		
		4-硝基苯胺	139.0	122.1*	72	14	3	
				92.0		25		
		3-硝基苯胺	139.0	76.2*	70	38	3	
				93.1		20		
		4-氯苯胺	128.0	93.1*	77	20	3	
				111.0		24		
		2-萘胺	144.1	127.0*	76	30	3	
				77.1		40		
		2,6-二甲基苯胺	122.1	105.0*	60	15	3	

				79.1		25		
		3-氯苯胺	128.0	93.1*	77	20	3	
				111.0		24		
		3,3'-二氯联苯胺	253.0	217.0*	95	20	3	
				182.1		32		
		N-亚硝基二苯胺	199.1	169.0*	70	10	3	
				66.1		30		
		联苯胺-D_8	193.2	174.2*	80	31	3	
		苯胺-D_5	99.1	82.1*	50	29	3	
		4-甲基苯胺-D_9	115.1	97.9	65	21	3	
		2-甲氧基苯胺-D_3	127.0	109.0	70	20	3	
		2-甲基苯胺-D_9	114.9	97.9	76	22	3	
		2,4-二甲基苯胺-D_6	128.1	110.1	90	20	3	
		3-硝基苯胺-D_4	143.1	97.1	75	19	3	
		4-氯苯胺-D_2	130.0	94.9	77	20	3	
		2-萘胺-D_7	151.2	131.9	80	27	3	
		2,6-二甲基苯胺-D_6	128.1	111.0	76	19	3	
		3-氯苯胺-D_3	131.1	96.0	65	21	3	
		3,3'-二氯联苯胺-D_6	259.2	160.1*	95	50	3	

		N-亚硝基二苯胺-D_6	205.3	175.1*	68	10	3	
注：*为定量离子								

附表 1-6　参加验证单位仪器分析条件

类别		内容					验证单位
液相分析条件	流动相组成及洗脱程序	流动相：甲酸水溶液 1+10000（A），甲酸-甲醇溶液 1+10000（B） 梯度洗脱程序：0min，35%B；3min，75%B；5min，95%B，保持 1min；6.5min，35%B					广州市环境监测中心站
	流速	0.2 mL/min					
	色谱柱	Zorbax Eclipse Plus C_{18} 3.0mm*100mm，1.8 μm					
	柱温	35 ℃					
	进样量	10 μL					
质谱条件	电喷雾质谱参数	干燥气温度：320℃；流量：10 L/min；雾化压力：30 psi；毛细管电压：3500V；ESI+，MRM					
	化合物质谱参数	化合物名称	母离子 Q1（m/z）	子离子 Q3（m/z）	碎裂电压	碰撞能量	
		联苯胺	185.1	168.0*	124	20	
				141.0	124	48	
		苯胺	94.1	77.1*	48	20	
				51.1	48	36	
		4-甲基苯胺	108.1	91.1*	86	20	
				65.1	86	28	
		2-甲氧基苯胺	124.1	109.1*	86	16	

				80.1	86	36	
		3-甲基苯胺	108.1	91.1*	86	20	
				65.1	86	28	
		2-甲基苯胺	108.1	91.1*	86	20	
				65.1	86	28	
		2,4-二甲基苯胺	122.1	107.1*	124	16	
				77.2	124	36	
		4-硝基苯胺	139.0	122.0*	86	12	
				92.2	86	24	
		3-硝基苯胺	139.0	76.0*	86	40	
				93.2	86	24	
		4-氯苯胺	128.0	93.1*	124	20	
				111.0	124	24	
		2-萘胺	144.1	127.0*	124	24	
				77.1	124	44	
		2,6-二甲基苯胺	122.1	105.2*	124	24	
				77.2	124	36	
		3-氯苯胺	128.0	93.1*	124	20	
				111.0	124	24	

		3,3'-二氯联苯胺	253.0	217.0*	124	24	
				182.0	124	36	
		N-亚硝基二苯胺	199.1	169.0*	86	8	
				66.1	86	28	
		联苯胺-D_8	193.2	174.2*	124	36	
		苯胺-D_5	99.1	54.2*	48	36	
		4-甲基苯胺-D_9	115.1	98.0	122	20	
		2-甲氧基苯胺-D_3	127.0	109.0	98	20	
		2-甲基苯胺-D_9	115.1	98.0	122	20	
		2,4-二甲基苯胺-D_6	128.1	110.1	122	16	
		3-硝基苯胺-D_4	143.1	97.1	117	20	
		4-氯苯胺-D_2	130.8	96.0	117	20	
		2-萘胺-D_7	151.2	134.1	122	28	
		2,6-二甲基苯胺-D_6	128.1	111.0	127	20	
		3-氯苯胺-D_3	131.1	96.1	117	20	
		3,3'-二氯联苯胺-D_6	259.1	222.9*	162	20	
		N-亚硝基二苯胺-D_6	205.1	175.1*	86	8	

注：*为定量离子

附表 1-7　参加验证单位仪器分析条件

<table>
<tr><th colspan="2">类别</th><th colspan="6">内容</th><th>验证单位</th></tr>
<tr><td rowspan="5">液相分析条件</td><td>流动相组成及洗脱程序</td><td colspan="6">流动相：甲酸水溶液 1+10000（A），甲酸-甲醇溶液 1+10000（B）
梯度洗脱程序：
<table><tr><th>时间（min）</th><th>A%</th><th>B%</th></tr><tr><td>0</td><td>65</td><td>35</td></tr><tr><td>5</td><td>5</td><td>95</td></tr><tr><td>7</td><td>5</td><td>95</td></tr><tr><td>7.1</td><td>65</td><td>35</td></tr><tr><td>14</td><td>65</td><td>35</td></tr></table></td><td rowspan="12">韶关市环境监测中心站</td></tr>
<tr><td>流速</td><td colspan="6">0.2 ml/min</td></tr>
<tr><td>色谱柱</td><td colspan="6">Agilent ZORBAX Eclipse Plus C_{18}（4.6 mm×50 mm×1.8μm）</td></tr>
<tr><td>柱温</td><td colspan="6">35℃</td></tr>
<tr><td>进样量</td><td colspan="6">10 μl</td></tr>
<tr><td rowspan="6">质谱条件</td><td>电喷雾质谱参数</td><td colspan="6">离子喷雾电压：5500 V；气帘气为氮气，35 psi；雾化气为氮气，60 psi；辅助气为氮气，60 psi；辅助气温度：600℃；ESI+，MRM</td></tr>
<tr><td rowspan="5">化合物质谱参数</td><td>化合物名称</td><td>母离子 Q1（m/z）</td><td>子离子 Q3（m/z）</td><td>去簇电压 DP（V）</td><td>碰撞能量 CE（V）</td><td>碰撞室出口电压 CXP（V）</td></tr>
<tr><td rowspan="2">联苯胺</td><td rowspan="2">185.0</td><td>167.9*</td><td>80</td><td>26</td><td>10</td></tr>
<tr><td>141.0</td><td>80</td><td>35</td><td>10</td></tr>
<tr><td rowspan="2">苯胺</td><td rowspan="2">93.9</td><td>77.1*</td><td>60</td><td>26</td><td>14</td></tr>
<tr><td>51.1</td><td>60</td><td>42</td><td>9.8</td></tr>
</table>

		4-甲基苯胺	108.0	91.0*	60	26	8	
				65.1	60	36	12	
		2-甲氧基苯胺	124.2	109.0*	50	23	6	
				80.0	50	41	16	
		3-甲基苯胺	108.1	91.1*	60	25	10	
				93.1	70	24	10	
		2-甲基苯胺	108.0	91.0*	51	22	10	
				65.1	52	31	15	
		2,4-二甲基苯胺	122.1	107.0*	60	21	7	
				79.1	60	30	15	
		4-硝基苯胺	139.0	122.1*	56	16	8	
				92.0	56	29	6	
		3-硝基苯胺	139.0	76.2*	60	40	7	
				93.1	58	24	10	
		4-氯苯胺	128.0	93.1*	50	25	6	
				111.0	50	31	7	
		2-萘胺	144.0	127.0*	57	30	13	
				77.1	57	48	15	
		2,6-二甲基苯胺	122.1	105.0*	46	24	17	

				79.0	46	28	15	
		3-氯苯胺	128.0	111.0	50	31	7	
				93.1*	50	25	6	
		3,3'-二氯联苯胺	253.0	217.0*	80	28	14	
				182.1	75	40	12	
		N-亚硝基二苯胺	199.1	169.0*	63	16	11	
				66.1	63	36	13	
		联苯胺-D_8	193.0	174.2	80	31	12	
		苯胺-D_5	99.0	82.1	50	29	6	
		4-甲基苯胺-D_9	115.1	97.9	50	28	6	
		2-甲氧基苯胺-D_3	127.0	109.0	62	23	7	
		2-甲基苯胺-D_9	114.9	97.9	74	28	20	
		2,4-二甲基苯胺-D_6	128.1	110.1	78	27	7	
		3-硝基苯胺-D_4	143.2	97.1	65	23	6	
		4-氯苯胺-D_2	130.0	94.9	68	27	6	
		2-萘胺-D_7	151.2	131.9	67	34	9	
		2,6-二甲基苯胺-D_6	128.1	111.0	60	25	8	
		3-氯苯胺-D_3	131.1	96.0	52	25	10	
		3,3'-二氯联苯胺-D_6	259.2	223.0	85	29	14	

		N-亚硝基二苯胺-D_6	205.3	175.1	61	18	13	
注：*为定量离子								

附表 1-8　参加验证单位仪器分析条件

<table>
<tr><th colspan="2">类别</th><th colspan="5">内容</th><th>验证单位</th></tr>
<tr><td rowspan="5">液相分析条件</td><td>流动相组成及洗脱程序</td><td colspan="5">流动相：甲酸-甲醇溶液 1+10000（A），甲酸水溶液 1+10000（B）
梯度洗脱程序：35%A5min 内升至 95%A，保持 2min，然后 0.1min 内降至 35%A，直到所有峰出完</td><td rowspan="13">华测检测认证集团股份有限公司</td></tr>
<tr><td>流速</td><td colspan="5">0.3ml/min</td></tr>
<tr><td>色谱柱</td><td colspan="5">Kinetex 2.6μm Polar C_{18}(50mm×4.6mm,2.6μm）</td></tr>
<tr><td>柱温</td><td colspan="5">35℃</td></tr>
<tr><td>进样量</td><td colspan="5">10μl</td></tr>
<tr><td rowspan="8">质谱条件</td><td>电喷雾质谱参数</td><td colspan="5">采用 ESI 正离子模式进行扫描，检测模式为多反应监测（MRM）离子化参数：离子喷雾电压：5500V；气帘气为氮气，35psi；雾化气为氮气，60psi；辅助气为氮气，60psi，辅助气温度：600℃</td></tr>
<tr><td rowspan="7">化合物质谱参数</td><td>化合物名称</td><td>母离子 Q1（m/z）</td><td>子离子 Q3（m/z）</td><td>锥孔电压(V)</td><td>碰撞电压(V)</td></tr>
<tr><td rowspan="2">联苯胺</td><td rowspan="2">185</td><td>167*</td><td>80</td><td>26</td></tr>
<tr><td>141</td><td>80</td><td>35</td></tr>
<tr><td rowspan="2">苯胺</td><td rowspan="2">94</td><td>77*</td><td>60</td><td>26</td></tr>
<tr><td>51</td><td>60</td><td>42</td></tr>
<tr><td rowspan="2">4-甲基苯胺</td><td rowspan="2">108</td><td>91*</td><td>60</td><td>26</td></tr>
<tr><td>65</td><td>60</td><td>36</td></tr>
</table>

		2-甲氧基苯胺	124	109*	50	23	
				80	50	41	
		3-甲基苯胺	108	91*	57	24	
				65	57	35	
		2-甲基苯胺	108	91*	57	24	
				65	57	35	
		2,4-二甲基苯胺	122	107*	52	22	
				79	52	31	
		4-硝基苯胺	139	122*	56	16	
				92	56	29	
		3-硝基苯胺	139	76*	60	40	
				93	60	24	
		4-氯苯胺	128	93*	50	25	
				111	50	31	
		2-萘胺	144	127*	57	30	
				77	57	48	
		2,6-二甲基苯胺	122	105*	46	24	
				79	46	28	
		3-氯苯胺	128	93*	50	25	

				111	50	31	
		3,3'-二氯联苯胺	253	217*	80	28	
				182	80	40	
		N-亚硝基二苯胺	199	169*	63	16	
				66	63	36	
		联苯胺-D_8	193	174*	80	31	
		苯胺-D_5	99	82*	50	29	
		4-甲基苯胺-D_9	115	98	50	28	
		2-甲氧基苯胺-D_3	127	109	62	23	
		2-甲基苯胺-D_9	115	98	74	28	
		2,4-二甲基苯胺-D_6	128	110	78	27	
		3-硝基苯胺-D_4	143	97	65	23	
		4-氯苯胺-D_2	131	96	68	27	
		2-萘胺-D_7	151	132	67	34	
		2,6-二甲基苯胺-D_6	128	111	60	25	
		3-氯苯胺-D_3	131	96	52	25	
		3,3'-二氯联苯胺-D_6	259	160*	120	52	
		N-亚硝基二苯胺-D_6	205	175*	61	18	
注：*为定量离子							

附表 1-9　参加验证单位仪器分析条件

<table>
<tr><td colspan="2">类别</td><td colspan="6">内容</td><td>验证单位</td></tr>
<tr><td rowspan="5">液相分析条件</td><td>流动相组成及洗脱程序</td><td colspan="6">流动相：甲酸水溶液 1+10000（A），甲酸-甲醇溶液 1+10000（B）
梯度洗脱程序：0-0.5min，B 保持 15%；0.5-1.2min, B 升至 25%；1.2-2min，B 保持 25%；2-6min, B 升至 95%；6-8minB 保持 95%；8.1minB 降至 15%。</td><td rowspan="14">岛津企业管理（中国）有限公司</td></tr>
<tr><td>流速</td><td colspan="6">0.3 mL/min</td></tr>
<tr><td>色谱柱</td><td colspan="6">Shim-pack GISTC18（2.1 mm I.D.×100 mm L., 2.0 μm）</td></tr>
<tr><td>柱温</td><td colspan="6">50℃</td></tr>
<tr><td>进样量</td><td colspan="6">10 μL</td></tr>
<tr><td rowspan="9">质谱条件</td><td>电喷雾质谱参数</td><td colspan="6">电离方式：电喷雾电离，正模式；雾化气：氮气 3.0 L/min；加热气：氮气 10 L/min；干燥气：氮气 10 L/min；碰撞气：氩气；接口温度：300℃；脱溶剂管温度：270℃；加热模块温度：400℃；检测模式：多反应监测（MRM）。</td></tr>
<tr><td rowspan="8">化合物质谱参数</td><td>化合物名称</td><td>母离子 Q1（m/z）</td><td>子离子 Q3（m/z）</td><td>Q1 预杆电压(V)</td><td>碰撞电压(V)</td><td>Q3 预杆电压(V)</td></tr>
<tr><td rowspan="2">联苯胺</td><td rowspan="2">185</td><td>168*</td><td>-11</td><td>-20</td><td>-17</td></tr>
<tr><td>141</td><td>-11</td><td>-26</td><td>-14</td></tr>
<tr><td rowspan="2">苯胺</td><td rowspan="2">94</td><td>77*</td><td>-11</td><td>-22</td><td>-14</td></tr>
<tr><td>51</td><td>-10</td><td>-32</td><td>-15</td></tr>
<tr><td rowspan="2">4-甲基苯胺</td><td rowspan="2">108</td><td>91*</td><td>-11</td><td>-22</td><td>-28</td></tr>
<tr><td>65</td><td>-10</td><td>-27</td><td>-11</td></tr>
<tr><td>2-甲氧基苯胺</td><td>124</td><td>109*</td><td>-13</td><td>-20</td><td>-11</td></tr>
</table>

				80	-14	-30	-14	
		3-甲基苯胺	108	91*	-10	-19	-16	
				65	-10	-27	-11	
		2-甲基苯胺	108	91*	-11	-20	-15	
				65	-10	-27	-11	
		2,4-二甲基苯胺	122	107*	-13	-22	-19	
				79	-14	-23	-14	
		4-硝基苯胺	139	122*	-14	-18	-22	
				92	-14	-23	-16	
		3-硝基苯胺	139	76*	-11	-30	-22	
				93	-13	-17	-25	
		4-氯苯胺	128	93*	-14	-19	-10	
				111	-14	-25	-11	
		2-萘胺	144	127*	-16	-25	-23	
				77	-10	-37	-13	
		2,6-二甲基苯胺	122	105*	-10	-22	-11	
				79	-10	-23	-14	
		3-氯苯胺	128	93*	-10	-19	-16	
				111	-10	-25	-19	

		3,3'-二氯联苯胺	253	217*	-13	-20	-15	
				182	-12	-28	-18	
		N-亚硝基二苯胺	199	169*	-12	-12	-17	
				66	-10	-26	-12	
		联苯胺-D_8	193	174	-24	-23	-18	
		苯胺-D_5	99	82	-15	-22	-15	
		4-甲基苯胺-D_9	115	97	-13	-22	-17	
		2-甲氧基苯胺-D_3	127	109	-13	-21	-11	
		2-甲基苯胺-D_9	115	98	-13	-22	-17	
		2,4-二甲基苯胺-D_6	128	110	-14	-22	-11	
		3-硝基苯胺-D_4	143	97	-18	-19	-10	
		4-氯苯胺-D_2	130	95	-15	-19	-16	
		2-萘胺-D_7	151	132	-10	-25	-23	
		2,6-二甲基苯胺-D_6	128	111	-15	-22	-11	
		3-氯苯胺-D_3	131	96.	-15	-20	-16	
		3,3'-二氯联苯胺-D_6	259	160	-16	-49	-10	
		N-亚硝基二苯胺-D_6	205	175	-10	-12	-12	
注： *为定量离子								

1.2 方法检出限、测定下限测试数据

1.2.1 采用 4 种内标物定量的方法检出限、测定下限测试数据

附表 1-10～附表 1-15 为 6 家验证实验室对《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》中目标化合物检出限与测定下限的测试数据。

附表 1-10 方法检出限与测定下限测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
联苯胺	4.1	3.5	3.6	4.0	3.5	3.4	4.0	3.7	0.3	0.9	3.6
苯胺	4.2	5.1	4.8	4.9	4.5	4.2	4.6	4.6	0.4	1.1	4.4
4-甲基苯胺	2.1	2.3	2.2	2.3	1.8	1.9	2.3	2.1	0.2	0.7	2.8
2-甲氧基苯胺	2.2	1.9	2.3	2.3	2.0	1.8	2.3	2.1	0.2	0.7	2.8
3-甲基苯胺	2.2	2.1	2.1	2.2	2.2	2.1	2.5	2.2	0.2	0.5	2.0
2-甲基苯胺	2.1	1.8	2.3	2.1	1.9	2.2	2.2	2.1	0.2	0.7	2.8
2,4-二甲基苯胺	2.2	1.7	2.1	2.0	1.9	1.9	2.1	2.0	0.2	0.6	2.4
4-硝基苯胺	2.0	2.0	2.1	2.0	2.0	1.8	1.7	2.0	0.2	0.5	2.0
3-硝基苯胺	7.3	8.3	7.7	7.0	9.1	6.9	7.2	7.6	0.8	2.6	10.4
4-氯苯胺	2.0	1.9	2.1	2.2	2.0	1.9	2.4	2.1	0.2	0.6	2.4
2-萘胺	1.8	1.8	2.0	2.2	2.0	1.8	2.3	2.0	0.2	0.7	2.8
2,6-二甲基苯胺	2.0	1.8	2.2	2.0	1.8	1.7	2.1	1.9	0.2	0.6	2.4
3-氯苯胺	2.3	1.8	2.0	2.1	1.8	1.8	2.1	2.0	0.2	0.6	2.4
3,3’-二氯联苯胺	1.0	0.9	1.0	1.0	1.1	0.9	1.0	1.0	0.1	0.3	1.2
N-亚硝基二苯胺	1.1	1.1	1.2	1.1	1.0	1.0	1.1	1.1	0.1	0.3	1.2

附表 1-11 方法检出限与测定下限测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
联苯胺	2.2	2.2	2.0	1.7	2.0	1.9	2.3	2.0	0.2	0.7	2.8
苯胺	2.3	2.3	1.9	2.1	2.3	2.2	2.0	2.2	0.2	0.5	2.0
4-甲基苯胺	2.2	1.8	1.9	2.0	2.0	2.0	2.2	2.0	0.2	0.5	2.0

2-甲氧基苯胺	2.2	1.9	1.9	2.0	2.1	2.1	1.8	2.0	0.1	0.5	2.0
3-甲基苯胺	1.9	1.8	1.8	1.7	2.0	1.9	1.6	1.8	0.1	0.4	1.6
2-甲基苯胺	2.3	2.8	2.5	2.3	2.5	2.6	2.4	2.5	0.2	0.6	2.4
2,4-二甲基苯胺	2.0	2.0	2.0	2.3	1.9	2.3	2.1	2.1	0.2	0.6	2.4
4-硝基苯胺	1.7	1.8	1.6	1.9	1.5	1.8	1.5	1.7	0.2	0.6	2.4
3-硝基苯胺	3.4	3.5	4.5	3.4	3.8	3.8	3.6	3.7	0.4	1.3	5.2
4-氯苯胺	2.0	1.9	2.0	1.6	1.6	1.8	1.6	1.8	0.2	0.7	2.8
2-萘胺	1.6	1.6	1.4	1.4	1.5	1.7	1.5	1.5	0.1	0.4	1.6
2,6-二甲基苯胺	1.7	1.9	1.8	2.0	1.9	1.8	2.1	1.9	0.1	0.5	2.0
3-氯苯胺	1.9	1.8	2.1	1.8	1.8	1.8	2.0	1.9	0.1	0.5	2.0
3,3’二氯联苯胺	1.6	1.4	1.6	1.8	1.4	1.5	1.7	1.6	0.2	0.6	2.4
N-亚硝基二苯胺	1.8	1.8	1.8	2.0	2.0	2.0	2.3	1.9	0.2	0.7	2.8

附表 1-12　方法检出限与测定下限测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
联苯胺	4.5	4.7	3.7	3.9	3.6	4.1	4.2	4.1	0.4	1.4	5.6
苯胺	4.4	4.6	3.9	4.2	4.7	3.7	3.8	4.2	0.4	1.3	5.2
4-甲基苯胺	3.8	4.4	4.7	4.2	4.8	4.6	4.1	4.4	0.3	1.1	4.4
2-甲氧基苯胺	4.3	4.3	3.6	3.5	4.1	4.0	3.8	3.9	0.3	1.1	4.4
3-甲基苯胺	3.8	3.6	3.6	4.0	4.3	3.8	3.6	3.8	0.3	0.9	3.6
2-甲基苯胺	4.4	3.5	3.5	3.4	3.9	3.6	3.4	3.7	0.3	1.1	4.4
2,4-二甲基苯胺	4.2	3.7	4.7	3.9	4.7	4.3	4.4	4.3	0.4	1.2	4.8
4-硝基苯胺	4.2	3.7	4.0	4.1	4.7	4.7	4.2	4.2	0.4	1.2	4.8
3-硝基苯胺	8.7	7.2	7.2	7.9	8.5	8.4	8.7	8.1	0.7	2.1	8.4
4-氯苯胺	3.7	4.3	4.2	3.6	4.5	3.9	3.7	4.0	0.3	1.1	4.4
2-萘胺	4.9	4.1	4.6	5.1	5.0	5.0	4.2	4.7	0.4	1.3	5.2
2,6-二甲基苯胺	3.2	3.7	3.8	3.2	2.9	3.2	3.2	3.3	0.3	1.0	4.0
3-氯苯胺	4.7	4.1	3.9	4.5	4.5	4.3	3.8	4.3	0.3	1.1	4.4
3,3’-二氯联苯胺	3.7	4.0	4.4	3.4	4.5	4.3	4.2	4.1	0.4	1.2	4.8
N-亚硝基二苯胺	3.8	3.7	4.4	4.2	4.2	4.9	4.3	4.2	0.4	1.2	4.8

附表 1-13　方法检出限与测定下限测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
联苯胺	2.3	2.2	2.3	1.9	1.8	2.1	2.2	2.1	0.2	0.7	2.8
苯胺	2.2	2.1	2.2	2.1	2.0	1.8	2.4	2.1	0.2	0.6	2.4
4-甲基苯胺	1.8	2.2	1.8	2.0	1.6	2.1	2.0	1.9	0.2	0.6	2.4
2-甲氧基苯胺	2.6	2.4	2.6	2.5	2.2	2.6	2.6	2.5	0.2	0.5	2.0
3-甲基苯胺	2.4	2.2	2.2	2.3	1.8	2.2	2.4	2.2	0.2	0.7	2.8
2-甲基苯胺	2.5	2.5	2.5	2.5	2.1	2.5	2.5	2.4	0.2	0.5	2.0
2,4-二甲基苯胺	2.4	2.1	2.6	2.5	2.4	2.4	2.4	2.4	0.2	0.6	2.4
4-硝基苯胺	2.5	2.5	2.5	2.5	2.0	2.3	2.7	2.4	0.2	0.7	2.8
3-硝基苯胺	4.5	4.6	5.2	4.2	3.8	4.8	4.9	4.6	0.5	1.5	6.0
4-氯苯胺	2.6	2.4	2.5	2.1	2.2	2.5	2.5	2.4	0.2	0.6	2.4
2-萘胺	2.5	2.5	2.5	2.4	2.1	2.2	2.6	2.4	0.2	0.6	2.4
2,6-二甲基苯胺	2.6	2.3	2.5	2.2	1.9	2.5	2.5	2.4	0.2	0.8	3.2
3-氯苯胺	1.9	2.5	2.4	2.2	2.3	2.3	2.4	2.3	0.2	0.6	2.4
3,3’-二氯联苯胺	2.2	1.9	2.1	2.0	1.7	1.8	2.2	2.0	0.2	0.7	2.8
N-亚硝基二苯胺	2.1	1.7	1.9	2.1	1.9	1.7	2.0	1.9	0.2	0.6	2.4

附表 1-14　方法检出限与测定下限测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
联苯胺	5.3	4.5	5.1	5.1	5.6	4.8	5.7	5.2	0.4	1.3	5.2
苯胺	9.4	9.0	8.5	8.3	7.9	8.5	9.7	8.8	0.6	2.0	8.0
4-甲基苯胺	2.4	2.3	2.5	2.3	2.2	1.9	2.0	2.2	0.2	1.3	5.2
2-甲氧基苯胺	3.5	4.0	4.5	4.5	3.6	4.5	4.0	4.1	0.4	1.2	4.8
3-甲基苯胺	5.4	5.0	5.1	4.5	4.4	4.1	4.6	4.7	0.4	0.7	2.8
2-甲基苯胺	4.2	4.3	4.7	4.1	3.7	4.0	4.2	4.2	0.3	1.4	5.6
2,4-二甲基苯胺	5.4	4.9	5.0	4.9	4.5	4.5	4.0	4.7	0.4	1.0	4.0
4-硝基苯胺	6.4	6.0	5.9	5.7	6.1	5.6	7.1	6.1	0.5	1.4	5.6

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
3-硝基苯胺	4.5	5.2	4.2	4.4	4.9	4.8	4.9	4.7	0.4	1.1	4.4
4-氯苯胺	6.4	5.8	5.3	5.2	6.2	5.1	5.1	5.6	0.5	1.6	6.4
2-萘胺	4.2	4.2	4.4	4.6	4.6	3.9	3.7	4.2	0.4	1.2	4.8
2,6-二甲基苯胺	5.8	5.3	4.9	4.9	5.2	4.8	5.2	5.2	0.3	1.8	7.2
3-氯苯胺	4.1	4.1	4.4	4.1	4.6	4.9	4.6	4.4	0.3	1.0	4.0
3,3’-二氯联苯胺	1.8	2.2	2.1	2.2	1.8	1.8	1.9	2.0	0.2	0.7	2.8
N-亚硝基二苯胺	3.9	3.7	4.1	4.3	3.4	4.2	3.9	3.9	0.3	1.0	4.0

附表 1-15　方法检出限与测定下限测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
联苯胺	2.6	2.7	2.6	2.1	2.4	2.5	2.2	2.4	0.2	0.7	2.8
苯胺	1.4	1.2	1.4	1.4	1.2	1.3	1.4	1.3	0.1	0.4	1.6
4-甲基苯胺	0.8	0.8	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.1	0.3	1.2
2-甲氧基苯胺	1.1	1.0	1.1	1.1	1.0	0.9	1.1	1.0	0.1	0.3	1.2
3-甲基苯胺	0.6	0.6	0.6	0.7	0.6	0.8	0.7	0.7	0.1	0.3	1.2
2-甲基苯胺	1.0	1.0	1.1	1.1	0.9	0.9	1.0	1.0	0.1	0.3	1.2
2,4-二甲基苯胺	1.4	1.4	1.3	1.4	1.2	1.4	1.4	1.3	0.1	0.3	1.2
4-硝基苯胺	0.7	0.8	0.7	0.8	0.6	0.7	0.7	0.7	0.1	0.2	0.8
3-硝基苯胺	6.8	6.8	6.0	5.6	6.0	6.5	5.4	6.2	0.6	1.8	7.2
4-氯苯胺	0.7	0.7	0.6	0.6	0.6	0.7	0.7	0.6	0.1	0.2	0.8
2-萘胺	0.7	0.6	0.6	0.7	0.6	0.7	0.7	0.7	0.1	0.2	0.8
2,6-二甲基苯胺	1.0	1.1	1.1	1.1	0.9	1.1	0.8	1.0	0.1	0.4	1.6
3-氯苯胺	1.1	1.1	1.2	1.1	1.1	0.9	1.2	1.1	0.1	0.4	1.6
3,3’-二氯联苯胺	0.8	0.8	0.7	0.8	0.7	0.6	0.7	0.7	0.1	0.2	0.8
N-亚硝基二苯胺	0.8	0.8	0.6	0.7	0.8	0.7	0.7	0.7	0.1	0.2	0.8

1.2.2 采用 13 种内标物定量的方法检出限、测定下限测试数据

附表 1-16～附表 1-21 为 6 家验证实验室对《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》中目标化合物检出限与测定下限的测试数据。

附表 1-16 方法检出限与测定下限测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
联苯胺	4.1	3.5	3.6	4.0	3.5	3.4	4.0	3.7	0.3	0.9	3.6
苯胺	4.2	5.1	4.8	4.9	4.5	4.2	4.6	4.6	0.4	1.1	4.4
4-甲基苯胺	2.1	2.0	2.2	2.4	1.7	1.9	2.4	2.1	0.3	0.8	3.2
2-甲氧基苯胺	2.2	1.9	2.3	2.3	2.0	1.8	2.3	2.1	0.2	0.7	2.8
3-甲基苯胺	2.2	2.1	2.1	2.2	2.2	2.1	2.5	2.2	0.2	0.5	2.0
2-甲基苯胺	1.4	1.5	1.5	1.6	1.8	1.9	1.5	1.6	0.2	0.6	2.4
2,4-二甲基苯胺	2.2	1.8	2.2	2.1	1.8	2.0	1.8	2.0	0.2	0.7	2.8
4-硝基苯胺	2.0	2.0	2.1	2.0	2.0	1.8	1.7	2.0	0.2	0.5	2.0
3-硝基苯胺	7.4	7.1	7.7	7.2	9.1	7.0	7.4	7.5	0.8	2.3	9.2
4-氯苯胺	2.1	1.7	2.2	1.8	1.9	2.0	1.7	1.9	0.2	0.6	2.4
2-萘胺	1.9	1.6	2.0	1.8	1.5	1.9	1.7	1.8	0.2	0.6	2.4
2,6-二甲基苯胺	1.6	1.6	1.4	2.1	1.7	1.8	1.6	1.7	0.3	0.7	2.8
3-氯苯胺	2.3	1.8	2.0	2.1	1.8	1.8	2.1	2.0	0.2	0.6	2.4
3,3’-二氯联苯胺	1.0	0.9	1.0	1.0	1.1	0.9	1.0	1.0	0.1	0.3	1.2
N-亚硝基二苯胺	1.1	1.1	1.2	1.1	1.0	1.0	1.1	1.1	0.1	0.3	1.2

附表 1-17 方法检出限与测定下限测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
联苯胺	2.2	2.2	2.0	1.7	2.0	1.9	2.3	2.0	0.2	0.7	2.8
苯胺	2.3	2.3	1.9	2.1	2.3	2.2	2.0	2.2	0.2	0.5	2.0
4-甲基苯胺	2.2	1.7	1.8	1.8	1.8	1.8	2.0	1.9	0.2	0.6	2.4
2-甲氧基苯胺	2.1	2.3	1.9	2.0	1.9	2.0	1.9	2.0	0.2	0.5	2.0
3-甲基苯胺	1.9	1.8	1.8	1.7	2.0	1.9	1.6	1.8	0.1	0.4	1.5
2-甲基苯胺	2.3	2.6	2.3	2.2	2.4	2.5	2.2	2.4	0.2	0.6	2.4
2,4-二甲基苯胺	1.8	2.0	1.9	2.3	2.1	2.4	2.1	2.1	0.2	0.7	2.8
4-硝基苯胺	1.7	1.8	1.6	1.9	1.5	1.8	1.5	1.7	0.2	0.6	2.4

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
3-硝基苯胺	3.2	3.2	3.8	3.4	3.3	3.7	3.5	3.4	0.2	0.8	3.2
4-氯苯胺	2.0	1.8	2.0	1.6	1.7	1.7	1.7	1.8	0.2	0.5	2.0
2-萘胺	1.6	1.8	1.5	1.6	1.6	1.8	1.8	1.7	0.1	0.4	1.6
2,6-二甲基苯胺	1.6	1.7	1.7	1.8	1.6	1.6	1.9	1.7	0.1	0.4	1.5
3-氯苯胺	1.8	1.8	2.2	1.8	1.6	2.0	1.9	1.9	0.2	0.6	2.4
3,3’-二氯联苯胺	1.6	1.4	1.6	1.8	1.4	1.5	1.7	1.6	0.2	0.6	2.4
N-亚硝基二苯胺	1.8	1.8	1.8	2.0	2.0	2.0	2.3	1.9	0.2	0.7	2.8

附表 1-18　方法检出限与测定下限测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
联苯胺	4.5	4.7	3.7	3.9	3.6	4.1	4.2	4.1	0.4	1.4	5.6
苯胺	4.4	4.6	3.9	4.2	4.7	3.7	3.8	4.2	0.4	1.3	5.2
4-甲基苯胺	4.1	3.4	4.1	4.8	4.3	4.3	4.5	4.2	0.4	1.4	5.6
2-甲氧基苯胺	4.5	3.7	4.0	4.1	4.3	4.4	4.4	4.2	0.3	1.0	4.0
3-甲基苯胺	3.3	3.3	3.7	3.9	3.7	3.8	3.6	3.6	0.3	0.9	3.6
2-甲基苯胺	3.8	3.2	3.6	3.9	3.7	3.5	3.7	3.6	0.3	0.9	3.6
2,4-二甲基苯胺	3.7	3.6	4.0	4.1	4.8	4.4	4.5	4.2	0.4	1.4	5.6
4-硝基苯胺	4.2	3.7	4.0	4.1	4.7	4.7	4.2	4.2	0.4	1.2	4.8
3-硝基苯胺	9.0	7.6	7.7	8.0	8.4	8.8	8.8	8.3	0.6	1.9	7.6
4-氯苯胺	4.1	3.6	3.9	3.7	4.3	3.5	3.3	3.8	0.3	1.1	4.4
2-萘胺	4.6	3.8	5.1	4.8	4.6	4.6	4.2	4.5	0.5	1.5	6.0
2,6-二甲基苯胺	3.4	4.2	4.1	3.6	4.1	3.9	3.9	3.9	0.3	1.1	4.4
3-氯苯胺	4.7	4.2	3.6	4.8	4.1	4.4	4.4	4.3	0.4	1.4	5.6
3,3’-二氯联苯胺	3.7	4.0	4.4	3.4	4.5	4.3	4.2	4.1	0.4	1.2	4.8
N-亚硝基二苯胺	3.8	3.7	4.4	4.2	4.2	4.9	4.3	4.2	0.4	1.2	4.8

附表 1-19　方法检出限与测定下限测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
联苯胺	2.3	2.2	2.3	1.9	1.8	2.1	2.2	2.1	0.2	0.7	2.8
苯胺	2.2	2.1	2.2	2.1	2.0	1.8	2.4	2.1	0.2	0.6	2.4
4-甲基苯胺	1.5	1.9	1.6	1.7	1.4	1.7	1.7	1.6	0.1	0.5	2.0
2-甲氧基苯胺	2.0	1.9	2.1	1.9	1.7	2.0	2.0	2.0	0.1	0.4	1.6
3-甲基苯胺	2.4	2.2	2.2	2.3	1.8	2.2	2.4	2.2	0.2	0.7	2.8
2-甲基苯胺	2.4	2.2	2.5	2.2	1.9	2.1	2.2	2.2	0.2	0.6	2.4
2.4-二甲基苯胺	1.5	1.6	1.6	1.5	1.6	1.8	1.4	1.6	0.1	0.5	2.0
4-硝基苯胺	2.5	2.5	2.5	2.5	2.0	2.3	2.7	2.4	0.2	0.7	2.8
3-硝基苯胺	4.0	3.9	4.7	3.8	3.4	4.3	4.4	4.1	0.4	1.4	5.6
4-氯苯胺	2.2	2.0	2.1	2.0	1.8	2.0	2.0	2.0	0.1	0.5	2.0
2-萘胺	2.1	1.9	2.1	1.9	1.7	1.8	2.0	1.9	0.1	0.5	2.0
2.6-二甲基苯胺	1.8	1.6	1.8	1.6	1.4	1.7	1.8	1.7	0.2	0.5	2.0
3-氯苯胺	1.6	2.0	2.0	1.8	1.9	1.9	1.9	1.9	0.1	0.5	2.0
3,3’-二氯联苯胺	2.2	1.9	2.1	2.0	1.7	1.8	2.2	2.0	0.2	0.7	2.8
N-亚硝基二苯胺	2.1	1.7	1.9	2.1	1.9	1.7	2.0	1.9	0.2	0.6	2.4

附表 1-20　方法检出限与测定下限测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
联苯胺	5.3	4.5	5.1	5.1	5.6	4.8	5.7	5.2	0.4	1.3	5.2
苯胺	9.4	9.0	8.5	8.3	9.9	8.5	9.7	9.1	0.6	2.0	8.0
4-甲基苯胺	2.6	2.5	2.4	2.9	2.7	3.0	2.5	2.7	0.2	0.7	2.8
2-甲氧基苯胺	3.8	4.5	4.6	4.5	3.9	4.7	3.9	4.3	0.4	1.3	5.2
3-甲基苯胺	5.4	5.0	5.1	4.5	4.4	4.1	4.6	4.7	0.5	1.4	5.6
2-甲基苯胺	3.1	3.7	3.3	3.5	3.1	3.2	3.3	3.3	0.2	0.8	3.2
2,4-二甲基苯胺	4.0	3.5	3.5	3.8	3.0	3.8	3.4	3.6	0.4	1.1	4.4
4-硝基苯胺	6.4	6.0	5.9	5.7	6.1	5.6	7.1	6.1	0.5	1.4	5.6

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
3-硝基苯胺	11.2	13.0	12.8	11.9	12.2	13.5	14.6	12.7	0.8	3.5	14
4-氯苯胺	3.8	3.6	3.3	3.7	3.0	4.0	3.4	3.5	0.4	1.1	4.4
2-萘胺	3.6	4.2	3.6	3.7	3.4	4.0	4.3	3.8	0.3	1.2	4.8
2,6-二甲基苯胺	4.0	3.7	3.4	3.6	3.5	4.0	4.3	3.8	0.2	1.0	4.0
3-氯苯胺	3.5	3.1	3.5	3.2	3.7	3.9	3.5	3.5	0.3	0.9	3.6
3,3’-二氯联苯胺	1.8	2.2	2.1	2.2	1.8	1.8	1.9	2.0	0.2	0.7	2.8
N-亚硝基二苯胺	3.9	3.7	4.1	4.3	3.4	4.2	3.9	3.9	0.3	1.0	4.0

附表 1-21 方法检出限与测定下限测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）							平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7				
联苯胺	2.6	2.7	2.6	2.1	2.4	2.5	2.2	2.4	0.2	0.7	2.8
苯胺	1.4	1.2	1.4	1.4	1.2	1.3	1.4	1.3	0.1	0.4	1.6
4-甲基苯胺	0.6	0.7	0.7	0.6	0.6	0.7	0.6	0.6	0.1	0.2	0.8
2-甲氧基苯胺	1.1	1.0	1.2	1.2	1.1	0.9	1.0	1.1	0.1	0.3	1.2
3-甲基苯胺	0.6	0.6	0.6	0.7	0.6	0.8	0.7	0.7	0.1	0.3	1.2
2-甲基苯胺	1.1	1.2	1.1	1.1	1.2	0.9	1.2	1.1	0.1	0.4	1.6
2,4-二甲基苯胺	1.2	1.3	1.2	1.3	1.1	1.3	1.3	1.2	0.1	0.3	1.2
4-硝基苯胺	0.7	0.8	0.7	0.8	0.6	0.7	0.7	0.7	0.1	0.2	0.8
3-硝基苯胺	8.2	8.6	8.6	6.9	7.3	8.3	7.2	7.9	0.7	2.3	9.2
4-氯苯胺	0.6	0.7	0.7	0.7	0.6	0.6	0.6	0.6	0.1	0.2	0.8
2-萘胺	0.6	0.6	0.6	0.5	0.5	0.5	0.5	0.6	0.1	0.2	0.8
2,6-二甲基苯胺	1.2	1.3	1.3	1.0	1.1	1.2	1.2	1.2	0.1	0.3	1.2
3-氯苯胺	1.3	1.2	1.4	1.3	1.1	1.1	1.3	1.2	0.1	0.4	1.6
3,3’-二氯联苯胺	0.8	0.8	0.7	0.8	0.7	0.6	0.7	0.7	0.1	0.2	0.8
N-亚硝基二苯胺	0.8	0.8	0.6	0.7	0.8	0.7	0.7	0.7	0.1	0.2	0.8

1.3 方法精密度测试数据

1.3.1 采用 4 种内标物定量的方法精密度测试数据

附表 1-22～附表 1-27 为 6 家验证实验室对低浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-22 空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	18.2	18.1	17.3	18.4	16.1	17.5	17.6	0.8	4.8
苯胺	22.0	19.2	21.0	19.2	21.5	20.2	20.5	1.2	5.7
4-甲基苯胺	21.0	20.6	20.8	19.6	21.1	18.6	20.3	1.0	4.9
2-甲氧基苯胺	16.5	21.2	21.0	20.6	20.2	20.0	19.9	1.8	8.8
3-甲基苯胺	15.8	20.9	15.7	19.4	21.5	20.6	19.0	2.6	14
2-甲基苯胺	20.2	20.0	20.5	18.8	19.2	18.7	19.6	0.8	4.0
2,4-二甲基苯胺	18.8	22.0	22.6	18.8	20.8	18.8	20.3	1.7	8.6
4-硝基苯胺	16.4	16.7	16.3	16.1	17.0	15.3	16.3	0.6	3.5
3-硝基苯胺	40.7	36.6	37.3	36.9	41.9	40.1	38.9	2.3	5.9
4-氯苯胺	22.1	22.1	19.3	21.5	21.7	20.9	21.3	1.1	5.0
2-萘胺	21.1	18.7	20.0	18.0	19.0	20.2	19.5	1.1	5.7
2,6-二甲基苯胺	22.6	22.1	19.7	21.1	20.2	19.1	20.8	1.4	6.6
3-氯苯胺	21.5	21.7	20.7	20.2	20.8	21.7	21.1	0.6	2.9
3,3'-二氯联苯胺	20.3	19.3	18.2	20.9	20.3	20.0	19.8	0.9	4.7
N-亚硝基二苯胺	19.0	16.8	18.9	19.0	19.0	18.0	18.5	0.9	4.9

附表 1-23 空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	18.2	22.2	21.0	17.9	21.2	17.9	19.7	1.9	9.8
苯胺	19.9	22.1	20.4	19.1	21.2	23.2	21.0	1.5	7.2
4-甲基苯胺	18.0	20.8	19.3	17.3	19.1	21.2	19.3	1.5	7.9
2-甲氧基苯胺	19.0	21.8	21.0	17.9	19.3	22.0	20.2	1.7	8.4
3-甲基苯胺	18.1	21.4	18.8	16.9	19.5	20.8	19.2	1.7	8.7
2-甲基苯胺	17.4	21.5	17.6	17.0	19.0	20.2	18.8	1.8	9.5

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
2,4-二甲基苯胺	18.5	21.3	19.6	17.5	19.4	19.8	19.4	1.3	6.7
4-硝基苯胺	18.3	22.7	20.4	18.4	21.1	22.0	20.5	1.8	8.9
3-硝基苯胺	38.4	39.0	37.3	32.5	41.4	41.6	38.4	3.3	8.7
4-氯苯胺	17.8	20.6	20.1	16.8	19.4	20.5	19.2	1.6	8.2
2-萘胺	15.8	17.8	15.4	13.8	16.2	16.7	15.9	1.4	8.5
2,6-二甲基苯胺	18.2	19.5	19.4	18.3	19.6	21.1	19.3	1.0	5.4
3-氯苯胺	17.4	19.2	17.6	15.8	17.1	19.3	17.7	1.4	7.6
3,3’-二氯联苯胺	16.2	18.0	17.7	17.6	14.4	17.4	16.9	1.4	8.2
N-亚硝基二苯胺	15.7	19.9	17.5	15.6	18.1	19.9	17.8	1.9	11

附表 1-24　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	21.2	20.8	20.9	16.4	19.6	17.2	19.4	2.1	11
苯胺	19.7	17.2	18.2	19.4	17.7	17.3	18.2	1.0	5.7
4-甲基苯胺	20.7	15.5	17.7	15.8	16.0	15.6	16.9	2.0	12
2-甲氧基苯胺	15.6	16.1	18.7	18.0	16.4	16.1	16.8	1.2	7.4
3-甲基苯胺	15.1	18.1	15.2	14.6	15.7	18.5	16.2	1.7	11
2-甲基苯胺	15.1	14.1	18.0	15.1	15.4	16.4	15.7	1.3	8.6
2,4-二甲基苯胺	19.3	15.4	17.2	14.8	14.7	16.5	16.3	1.8	11
4-硝基苯胺	15.6	17.9	22.7	16.4	18.1	16.9	17.9	2.5	14
3-硝基苯胺	48.9	43.8	51.1	48.2	39.6	49.4	46.8	4.3	9.2
4-氯苯胺	22.2	20.9	25.0	21.9	25.3	23.0	23.1	1.8	7.7
2-萘胺	21.5	19.6	25.1	20.5	19.5	21.1	21.2	2.0	9.6
2,6-二甲基苯胺	19.1	17.4	20.4	21.3	19.5	18.6	19.4	1.4	7.0
3-氯苯胺	16.3	15.4	22.4	21.4	19.6	20.2	19.2	2.8	15
3,3’-二氯联苯胺	14.9	15.7	16.6	18.5	16.8	15.9	16.4	1.2	7.6
N-亚硝基二苯胺	16.0	17.6	15.7	16.3	14.9	15.3	16.0	0.9	5.8

附表 1-25 空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	22.1	21.1	22.4	21.9	21.0	21.6	21.7	0.6	2.6
苯胺	25.5	23.0	22.3	22.7	22.8	23.7	23.3	1.1	4.9
4-甲基苯胺	25.6	24.9	25.1	25.5	25.9	25.6	25.4	0.4	1.4
2-甲氧基苯胺	25.6	25.4	24.5	25.3	25.4	24.8	25.2	0.4	1.8
3-甲基苯胺	24.3	24.3	25.1	24.9	24.6	25.0	24.7	0.4	1.5
2-甲基苯胺	23.8	23.6	23.1	25.1	23.8	23.7	23.9	0.7	2.8
2,4-二甲基苯胺	25.0	24.5	25.6	24.4	25.5	25.6	25.1	0.5	2.2
4-硝基苯胺	24.2	23.0	22.7	24.9	23.7	24.0	23.7	0.8	3.4
3-硝基苯胺	44.4	39.2	43.6	42.4	42.0	45.6	42.9	2.2	5.2
4-氯苯胺	23.2	21.4	23.8	25.6	23.4	25.1	23.8	1.5	6.3
2-萘胺	21.3	23.0	23.2	23.8	24.0	22.8	23.0	1.0	4.1
2,6-二甲基苯胺	25.0	24.6	25.4	25.6	24.9	25.0	25.1	0.4	1.4
3-氯苯胺	24.0	25.5	21.1	25.6	24.5	21.2	23.7	2.0	8.5
3,3'-二氯联苯胺	22.7	21.5	22.4	24.3	23.8	22.6	22.9	1.0	4.4
N-亚硝基二苯胺	18.8	19.0	18.4	20.0	19.1	19.6	19.2	0.6	3.0

附表 1-26 空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	19.7	19.4	19.7	19.5	19.5	19.0	19.5	0.3	1.3
苯胺	15.2	15.4	14.9	15.0	15.4	15.2	15.2	0.2	1.3
4-甲基苯胺	14.4	14.7	14.9	14.6	14.4	14.7	14.6	0.2	1.3
2-甲氧基苯胺	14.3	15.2	14.3	14.9	14.5	14.9	14.7	0.4	2.5
3-甲基苯胺	14.9	15.2	15.0	15.1	15.2	15.6	15.2	0.2	1.6
2-甲基苯胺	14.7	15.1	15.1	15.2	15.6	15.3	15.2	0.3	1.9
2,4-二甲基苯胺	17.3	18.6	18.7	19.4	17.2	17.3	18.1	0.9	5.1
4-硝基苯胺	20.6	21.0	21.6	21.9	21.0	20.9	21.2	0.5	2.3

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	29.7	28.7	28.2	28.5	27.3	30.4	28.8	1.1	3.8
4-氯苯胺	22.5	25.8	24.6	25.1	24.7	25.0	24.6	1.1	4.4
2-萘胺	24.6	24.4	23.6	24.4	24.6	24.8	24.4	0.4	1.8
2,6-二甲基苯胺	25.1	25.6	25.1	25.2	24.2	23.7	24.8	0.7	2.9
3-氯苯胺	24.6	24.9	24.2	22.2	22.8	23.1	23.6	1.1	4.6
3,3’-二氯联苯胺	14.9	14.3	13.7	14.3	14.5	14.5	14.4	0.4	2.6
N-亚硝基二苯胺	17.1	16.6	17.6	17.0	18.7	18.6	17.6	0.9	4.9

附表 1-27　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	18.8	19.4	17.5	18.7	19.3	17.1	18.5	1.0	5.2
苯胺	15.9	15.5	16.1	16.5	16.8	15.5	16.0	0.5	3.3
4-甲基苯胺	19.5	18.7	17.6	19.4	18.7	19.7	19.0	0.8	4.1
2-甲氧基苯胺	20.1	20.3	19.5	20.5	21.2	21.1	20.5	0.6	3.1
3-甲基苯胺	19.6	19.5	18.6	19.2	20.0	18.7	19.3	0.5	2.8
2-甲基苯胺	20.0	17.8	19.2	21.5	19.7	20.1	19.7	1.2	6.1
2,4-二甲基苯胺	20.7	20.5	19.8	22.0	23.0	22.1	21.4	1.2	5.7
4-硝基苯胺	21.3	23.4	20.0	23.2	23.2	20.5	21.9	1.5	6.8
3-硝基苯胺	38.8	43.8	44.3	41.6	43.3	46.5	43.1	2.6	6.1
4-氯苯胺	18.5	18.6	18.1	18.6	19.5	18.6	18.6	0.4	2.4
2-萘胺	19.6	20.7	17.7	18.6	20.0	18.5	19.2	1.1	5.8
2,6-二甲基苯胺	18.5	20.0	19.1	20.8	20.3	20.4	19.8	0.9	4.5
3-氯苯胺	20.0	19.2	20.8	20.8	20.8	21.1	20.4	0.7	3.4
3,3’-二氯联苯胺	15.4	15.1	14.4	15.0	15.5	14.6	15.0	0.4	2.9
N-亚硝基二苯胺	15.1	15.2	14.3	15.1	15.8	14.7	15.0	0.5	3.3

附表 1-28～附表 1-33 为 6 家验证实验室对中等浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-28　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	169	163	178	193	167	157	171	13	7.5
苯胺	188	177	180	176	176	174	179	5.2	2.9
4-甲基苯胺	194	186	181	179	179	180	183	5.9	3.2
2-甲氧基苯胺	162	165	163	160	159	161	162	2.3	1.4
3-甲基苯胺	235	201	196	186	196	189	201	18	8.8
2-甲基苯胺	188	198	190	174	178	181	185	9.0	4.9
2,4-二甲基苯胺	185	167	160	142	150	141	158	17	11
4-硝基苯胺	181	179	181	182	181	181	181	0.9	0.5
3-硝基苯胺	392	385	375	392	399	396	390	8.7	2.2
4-氯苯胺	195	187	180	180	182	182	184	5.8	3.2
2-萘胺	195	183	180	187	186	187	186	5.2	2.8
2,6-二甲基苯胺	178	159	161	156	156	145	159	11	6.7
3-氯苯胺	190	182	176	175	176	178	179	5.7	3.2
3,3’-二氯联苯胺	176	180	170	171	170	173	173	3.9	2.3
N-亚硝基二苯胺	172	171	170	167	173	168	170	2.4	1.4

附表 1-29　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	212	225	207	194	178	181	200	19	9.2
苯胺	231	245	221	220	200	203	220	17	7.7
4-甲基苯胺	248	261	247	234	202	214	234	23	9.6
2-甲氧基苯胺	247	254	242	229	206	208	231	21	8.8
3-甲基苯胺	241	251	217	217	195	196	219	23	11
2-甲基苯胺	195	225	193	191	159	157	187	26	14
2,4-二甲基苯胺	234	251	241	213	202	214	226	19	8.4
4-硝基苯胺	213	247	203	197	167	172	200	30	15

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	488	485	498	474	461	502	485	16	3.2
4-氯苯胺	242	257	228	222	195	202	224	24	11
2-萘胺	247	248	229	201	194	188	218	27	13
2,6-二甲基苯胺	230	246	231	246	217	227	233	12	4.8
3-氯苯胺	245	255	228	223	201	205	226	22	9.4
3,3’-二氯联苯胺	219	231	211	188	167	181	200	25	13
N-亚硝基二苯胺	227	248	224	207	192	193	215	22	11

附表 1-30　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	190	181	173	169	184	183	180	7.7	4.3
苯胺	175	196	192	189	193	189	189	7.6	4.0
4-甲基苯胺	168	154	160	158	152	163	159	5.9	3.7
2-甲氧基苯胺	162	169	197	183	161	180	175	14	7.9
3-甲基苯胺	167	175	191	184	168	179	177	9.4	5.3
2-甲基苯胺	171	180	196	187	172	184	182	9.5	5.2
2,4-二甲基苯胺	143	150	167	160	144	160	154	9.9	6.4
4-硝基苯胺	180	195	229	205	179	200	198	19	9.4
3-硝基苯胺	391	473	460	426	414	449	436	31	7.0
4-氯苯胺	200	222	243	223	192	216	216	19	8.5
2-萘胺	179	194	215	188	181	198	193	14	7.0
2,6-二甲基苯胺	183	203	229	197	189	206	201	17	8.1
3-氯苯胺	185	232	219	255	178	209	213	29	14
3,3’-二氯联苯胺	184	175	184	171	185	185	181	6.1	3.4
N-亚硝基二苯胺	147	155	147	155	156	148	151	4.4	2.9

附表 1-31 空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	190	167	202	204	174	206	191	17	8.8
苯胺	236	194	235	215	250	240	228	21	8.8
4-甲基苯胺	259	212	258	251	244	238	244	18	7.2
2-甲氧基苯胺	244	206	258	256	238	239	240	19	7.7
3-甲基苯胺	254	207	269	246	238	234	241	21	8.7
2-甲基苯胺	245	202	266	239	229	237	236	22	8.9
2,4-二甲基苯胺	262	225	294	254	241	259	256	24	9.0
4-硝基苯胺	247	198	222	239	212	200	220	21	9.1
3-硝基苯胺	468	374	464	448	408	386	425	41	9.6
4-氯苯胺	220	183	244	231	209	209	216	21	9.7
2-萘胺	248	204	241	232	222	210	226	18	7.6
2,6-二甲基苯胺	256	229	269	251	248	247	250	13	5.2
3-氯苯胺	243	197	239	251	226	230	231	19	8.2
3,3'-二氯联苯胺	218	172	210	186	208	206	200	18	8.6
N-亚硝基二苯胺	181	162	184	176	162	184	175	11	5.9

附表 1-32 空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	151	161	152	171	163	161	160	7.4	4.7
苯胺	159	151	142	144	141	140	146	7.6	5.2
4-甲基苯胺	159	160	157	153	145	150	154	5.8	3.8
2-甲氧基苯胺	154	158	148	154	153	159	154	3.9	2.5
3-甲基苯胺	155	148	150	154	146	146	150	3.9	2.6
2-甲基苯胺	175	163	157	156	155	149	159	9.1	5.7
2,4-二甲基苯胺	189	189	182	189	162	163	179	14	7.3
4-硝基苯胺	236	227	228	214	204	211	220	12	5.4

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	316	286	296	304	301	294	300	11	3.4
4-氯苯胺	242	220	233	237	244	223	233	9.7	4.2
2-萘胺	246	231	226	232	231	240	234	7.2	3.1
2,6-二甲基苯胺	233	237	235	237	229	221	232	6.3	2.7
3-氯苯胺	244	222	245	244	237	239	238	8.8	3.7
3,3’-二氯联苯胺	221	216	226	221	234	212	222	7.9	3.5
N-亚硝基二苯胺	185	197	201	192	195	205	196	6.8	3.5

附表 1-33　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	182	177	178	174	170	176	176	4.0	2.3
苯胺	195	181	191	184	177	183	185	6.7	3.6
4-甲基苯胺	186	187	165	168	186	183	179	11	5.6
2-甲氧基苯胺	187	185	170	170	192	188	182	9.7	5.3
3-甲基苯胺	206	203	226	222	198	217	212	11	5.2
2-甲基苯胺	186	189	188	182	193	194	189	4.4	2.3
2,4-二甲基苯胺	197	219	209	205	231	221	214	13	5.9
4-硝基苯胺	231	227	205	197	235	232	221	16	7.2
3-硝基苯胺	443	417	440	429	436	409	429	14	3.1
4-氯苯胺	192	194	186	182	203	204	194	8.5	4.4
2-萘胺	195	199	187	184	203	194	194	7.2	3.7
2,6-二甲基苯胺	186	203	200	196	227	205	203	14	6.7
3-氯苯胺	198	208	202	193	216	215	205	9.3	4.5
3,3’-二氯联苯胺	176	179	171	164	166	166	171	5.9	3.5
N-亚硝基二苯胺	177	172	167	160	163	163	167	6.7	4.0

附表 1-34～附表 1-39 为 6 家验证实验室对高浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-34　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	355	394	348	333	357	337	354	22	6.1
苯胺	361	351	337	353	361	360	354	9.3	2.6
4-甲基苯胺	405	395	396	404	401	415	403	7.3	1.8
2-甲氧基苯胺	404	390	380	396	388	400	393	8.9	2.3
3-甲基苯胺	384	420	355	370	354	317	367	35	9.4
2-甲基苯胺	346	403	320	369	414	392	374	37	9.6
2,4-二甲基苯胺	352	422	399	439	416	467	416	39	9.4
4-硝基苯胺	379	430	396	404	402	406	403	17	4.1
3-硝基苯胺	820	870	835	869	847	878	853	23	2.7
4-氯苯胺	398	413	407	404	413	418	409	7.3	1.8
2-萘胺	435	405	395	404	387	414	407	17	4.0
2,6-二甲基苯胺	363	360	361	384	392	386	374	15	3.8
3-氯苯胺	376	383	374	388	387	393	384	7.2	1.9
3,3’-二氯联苯胺	347	319	387	371	369	357	358	24	6.6
N-亚硝基二苯胺	341	339	335	356	325	335	339	11	3.0

附表 1-35　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	387	348	342	362	325	390	359	26	7.2
苯胺	347	326	336	357	335	385	348	22	6.1
4-甲基苯胺	401	373	397	410	362	416	393	22	5.4
2-甲氧基苯胺	385	360	393	399	372	390	383	15	3.8
3-甲基苯胺	395	381	351	386	331	396	373	27	7.1
2-甲基苯胺	380	324	372	376	313	384	358	32	8.7
2,4-二甲基苯胺	383	388	394	413	368	403	391	16	4.0
4-硝基苯胺	382	397	424	384	373	381	390	19	4.7

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	792	752	803	797	694	806	774	44	5.6
4-氯苯胺	365	324	354	355	318	359	346	20	5.7
2-萘胺	382	328	365	391	332	396	366	30	8.1
2,6-二甲基苯胺	401	392	387	400	386	406	395	8.3	2.1
3-氯苯胺	384	348	366	386	340	406	372	26	6.8
3,3’-二氯联苯胺	296	293	309	286	279	346	302	25	8.0
N-亚硝基二苯胺	335	300	319	353	284	384	329	37	11

附表 1-36　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	337	333	328	349	339	342	338	7.0	2.1
苯胺	354	376	367	376	380	361	369	10	2.7
4-甲基苯胺	324	316	343	372	363	324	341	23	6.8
2-甲氧基苯胺	313	298	328	361	335	310	324	23	6.9
3-甲基苯胺	317	306	337	355	334	316	327	18	5.5
2-甲基苯胺	322	310	343	357	342	316	332	19	5.5
2,4-二甲基苯胺	291	272	307	335	320	282	301	24	8.0
4-硝基苯胺	330	331	354	400	362	345	354	26	7.3
3-硝基苯胺	724	716	882	823	736	773	776	66	8.4
4-氯苯胺	362	365	413	447	380	378	391	33	8.4
2-萘胺	335	325	359	384	351	324	346	23	6.6
2,6-二甲基苯胺	358	342	383	421	380	347	372	30	7.9
3-氯苯胺	428	364	401	443	394	372	400	31	7.7
3,3’-二氯联苯胺	333	334	385	344	350	354	350	19	5.4
N-亚硝基二苯胺	261	265	270	274	261	266	266	5.1	1.9

附表 1-37　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	336	351	324	313	352	347	337	17	4.8
苯胺	356	368	347	334	369	380	359	17	4.7
4-甲基苯胺	403	410	398	379	424	436	408	20	4.9
2-甲氧基苯胺	398	419	410	384	426	433	411	19	4.4
3-甲基苯胺	397	415	405	383	422	433	409	19	4.4
2-甲基苯胺	394	404	402	382	419	430	405	18	4.2
2,4-二甲基苯胺	341	366	347	330	359	382	354	19	5.2
4-硝基苯胺	364	405	394	356	401	407	388	23	5.7
3-硝基苯胺	668	768	736	697	765	762	733	42	5.7
4-氯苯胺	385	415	406	387	428	434	409	21	5.0
2-萘胺	361	380	391	364	400	415	385	21	5.5
2,6-二甲基苯胺	404	414	416	389	424	447	416	20	4.7
3-氯苯胺	418	395	390	369	397	413	397	18	4.4
3,3’-二氯联苯胺	337	353	332	318	354	366	343	18	5.1
N-亚硝基二苯胺	278	296	268	258	285	290	279	15	5.1

附表 1-38　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	330	322	349	335	313	332	330	13	3.7
苯胺	254	260	277	254	264	253	260	9.2	3.6
4-甲基苯胺	255	265	255	250	255	270	258	7.8	3.0
2-甲氧基苯胺	256	255	262	268	272	281	265	10	3.8
3-甲基苯胺	277	276	279	262	270	261	271	7.7	2.8
2-甲基苯胺	256	259	271	267	265	256	262	6.1	2.3
2,4-二甲基苯胺	285	311	307	304	319	333	310	17	5.2
4-硝基苯胺	445	447	423	413	389	395	419	25	5.8

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	504	511	506	535	506	524	514	13	2.4
4-氯苯胺	397	445	448	458	455	458	444	24	5.3
2-萘胺	384	405	390	383	402	412	396	12	3.0
2,6-二甲基苯胺	376	394	400	425	429	432	410	23	5.5
3-氯苯胺	411	428	424	428	426	434	425	7.6	1.8
3,3’-二氯联苯胺	415	447	449	416	401	399	421	22	5.2
N-亚硝基二苯胺	344	370	369	372	359	370	364	11	3.0

附表 1-39　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	266	268	280	284	261	272	272	8.7	3.2
苯胺	321	324	329	346	330	325	329	9.0	2.7
4-甲基苯胺	313	300	311	323	307	320	312	8.5	2.7
2-甲氧基苯胺	324	322	325	328	321	337	326	5.7	1.7
3-甲基苯胺	341	362	351	357	358	380	358	13	3.6
2-甲基苯胺	314	301	349	361	329	328	330	22	6.6
2,4-二甲基苯胺	347	340	358	387	349	361	357	17	4.7
4-硝基苯胺	400	435	406	387	422	459	418	26	6.2
3-硝基苯胺	789	778	782	816	810	754	788	23	2.9
4-氯苯胺	337	333	336	356	318	341	337	13	3.7
2-萘胺	332	338	332	321	328	356	334	13	3.6
2,6-二甲基苯胺	348	329	365	393	355	348	356	22	6.0
3-氯苯胺	346	351	357	382	348	358	357	13	3.6
3,3’-二氯联苯胺	289	286	290	296	293	293	291	3.4	1.2
N-亚硝基二苯胺	294	298	303	315	309	320	307	9.9	3.2

附表 1-40～附表 1-45 为 6 家验证实验室对壤土加标低浓度样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-40　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	17.0	18.0	18.7	16.0	15.7	17.8	17.2	1.2	6.9
苯胺	20.9	19.8	19.0	19.5	20.4	19.5	19.9	0.7	3.4
4-甲基苯胺	19.2	21.0	21.3	21.1	20.7	20.8	20.7	0.8	3.7
2-甲氧基苯胺	20.8	20.4	22.5	21.5	21.8	22.3	21.5	0.8	3.9
3-甲基苯胺	18.1	18.8	19.1	19.0	19.3	19.3	18.9	0.4	2.3
2-甲基苯胺	20.2	20.9	20.4	21.1	19.9	20.4	20.5	0.5	2.2
2,4-二甲基苯胺	20.5	18.9	19.0	19.4	18.9	18.3	19.1	0.7	3.9
4-硝基苯胺	16.3	20.7	17.7	18.2	17.7	15.4	17.7	1.8	11
3-硝基苯胺	37.0	38.4	37.2	39.0	35.6	40.6	38.0	1.7	4.6
4-氯苯胺	20.6	22.2	22.8	22.3	21.6	21.0	21.8	0.8	3.8
2-萘胺	19.9	22.1	21.8	18.2	19.5	19.6	20.2	1.5	7.4
2,6-二甲基苯胺	21.3	21.2	20.6	19.2	18.7	18.8	20.0	1.2	6.0
3-氯苯胺	19.7	22.2	22.2	20.4	21.2	21.0	21.1	1.0	4.6
3,3’-二氯联苯胺	19.3	20.3	20.9	23.2	18.5	19.8	20.3	1.6	8.0
N-亚硝基二苯胺	20.6	21.1	17.8	19.9	18.0	18.8	19.4	1.4	7.1

附表 1-41　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	18.0	19.9	18.9	21.8	19.7	22.8	20.2	1.8	8.8
苯胺	19.0	20.2	20.1	20.2	20.7	20.4	20.1	0.6	2.8
4-甲基苯胺	18.3	18.7	19.5	20.8	19.7	20.1	19.5	0.9	4.7
2-甲氧基苯胺	17.4	19.6	20.0	20.0	18.8	19.9	19.3	1.0	5.2
3-甲基苯胺	17.5	18.9	18.9	20.8	19.8	19.6	19.2	1.1	5.7
2-甲基苯胺	17.7	17.4	18.4	18.7	18.1	19.0	18.2	0.6	3.5
2,4-二甲基苯胺	19.4	19.7	19.4	21.3	21.0	20.0	20.1	0.8	4.1
4-硝基苯胺	18.9	20.9	16.1	19.0	17.7	21.5	19.0	2.0	11

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	33.2	35.7	34.4	32.9	34.6	39.0	35.0	2.2	6.3
4-氯苯胺	17.8	20.0	19.2	20.0	19.6	20.0	19.4	0.9	4.5
2-萘胺	14.0	15.3	15.0	14.3	14.1	14.9	14.6	0.5	3.7
2,6-二甲基苯胺	18.3	20.6	20.9	20.2	20.4	20.2	20.1	0.9	4.5
3-氯苯胺	17.9	18.3	18.2	19.4	18.0	17.5	18.2	0.7	3.6
3,3’-二氯联苯胺	18.8	18.9	14.4	16.4	16.7	19.1	17.4	1.9	11
N-亚硝基二苯胺	17.0	17.2	17.5	19.8	17.4	17.0	17.7	1.1	6.1

附表 1-42　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	22.2	18.3	19.0	21.1	19.7	16.5	19.5	2.0	11
苯胺	19.1	18.4	18.8	18.3	18.9	17.8	18.5	0.5	2.5
4-甲基苯胺	17.2	15.2	15.5	18.4	17.0	15.8	16.5	1.2	7.3
2-甲氧基苯胺	20.7	19.1	18.7	23.8	21.3	19.1	20.5	1.9	9.4
3-甲基苯胺	18.8	15.1	17.6	15.9	16.9	16.6	16.8	1.3	7.6
2-甲基苯胺	15.9	14.4	16.8	15.0	16.4	15.2	15.6	0.9	5.8
2,4-二甲基苯胺	16.5	15.5	15.0	20.7	17.6	17.0	17.1	2.1	12
4-硝基苯胺	20.6	17.8	21.6	25.4	23.0	21.5	21.7	2.5	12
3-硝基苯胺	37.7	36.5	46.5	47.9	51.0	47.8	44.6	6.0	14
4-氯苯胺	19.7	19.6	18.5	24.7	20.3	21.5	20.7	2.2	11
2-萘胺	21.0	17.9	19.1	22.2	18.3	18.1	19.4	1.8	9.2
2,6-二甲基苯胺	18.3	14.9	20.1	23.3	20.8	18.6	19.3	2.8	15
3-氯苯胺	22.1	17.1	14.8	20.9	19.0	21.1	19.2	2.8	15
3,3’-二氯联苯胺	17.0	19.1	15.5	21.8	16.7	16.0	17.7	2.4	14
N-亚硝基二苯胺	15.3	15.8	14.8	14.8	15.3	16.0	15.3	0.5	3.5

附表 1-43　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	19.6	19.4	19.6	20.4	18.5	19.2	19.5	0.6	3.2
苯胺	22.1	21.2	20.2	19.9	20.7	20.6	20.8	0.8	3.8
4-甲基苯胺	25.0	24.8	23.8	25.0	24.7	25.2	24.8	0.5	2.0
2-甲氧基苯胺	25.9	25.0	22.4	23.9	24.5	23.8	24.3	1.2	4.9
3-甲基苯胺	25.7	24.3	22.5	24.2	24.3	23.8	24.1	1.0	4.3
2-甲基苯胺	24.5	24.9	23.1	24.6	24.1	24.6	24.3	0.6	2.6
2,4-二甲基苯胺	25.8	25.0	24.9	25.5	25.8	25.1	25.4	0.4	1.6
4-硝基苯胺	25.3	25.3	24.7	23.7	24.6	24.9	24.8	0.6	2.4
3-硝基苯胺	44.4	46.8	39.7	42.4	40.8	41.6	42.6	2.6	6.1
4-氯苯胺	24.6	24.8	23.5	24.8	24.7	25.2	24.6	0.6	2.3
2-萘胺	23.7	21.9	21.8	23.5	20.8	23.4	22.5	1.2	5.3
2,6-二甲基苯胺	24.2	25.0	24.0	23.1	22.9	22.5	23.6	0.9	4.0
3-氯苯胺	20.8	20.8	19.3	20.4	20.1	21.7	20.5	0.8	3.9
3,3’-二氯联苯胺	21.7	22.8	20.2	20.8	21.1	20.3	21.2	1.0	4.6
N-亚硝基二苯胺	16.8	17.0	15.1	15.7	15.8	15.7	16.0	0.7	4.6

附表 1-44　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	19.7	19.3	19.7	19.6	19.0	18.1	19.2	0.6	3.3
苯胺	14.8	14.8	14.4	14.4	14.5	14.1	14.5	0.3	1.8
4-甲基苯胺	14.6	15.8	14.7	15.5	14.8	15.0	15.1	0.5	3.2
2-甲氧基苯胺	14.0	15.2	14.6	14.6	14.8	14.4	14.6	0.4	2.6
3-甲基苯胺	15.8	15.9	15.7	15.4	15.3	15.0	15.5	0.3	2.3
2-甲基苯胺	14.9	14.8	14.8	15.2	14.5	14.5	14.8	0.3	1.9
2,4-二甲基苯胺	19.4	19.3	17.9	17.1	15.8	18.2	18.0	1.4	7.6
4-硝基苯胺	21.9	19.7	20.3	20.0	20.3	20.0	20.4	0.8	4.0

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	28.7	31.2	31.8	31.9	27.6	31.0	30.4	1.8	5.8
4-氯苯胺	22.1	23.4	23.3	22.7	22.7	22.5	22.8	0.5	2.2
2-萘胺	22.9	22.2	21.5	20.7	21.7	21.5	21.7	0.8	3.5
2,6-二甲基苯胺	23.0	24.0	23.0	23.3	22.5	24.2	23.3	0.6	2.8
3-氯苯胺	24.8	24.1	23.6	23.7	22.7	23.7	23.8	0.7	2.9
3,3’-二氯联苯胺	14.0	15.0	14.8	14.5	14.8	16.8	15.0	0.9	6.3
N-亚硝基二苯胺	18.6	18.4	19.2	19.0	17.8	19.1	18.7	0.5	2.8

附表 1-45　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	19.9	16.3	18.2	16.8	18.9	18.6	18.1	1.4	7.6
苯胺	16.4	15.8	16.3	16.4	16.6	16.0	16.3	0.3	1.9
4-甲基苯胺	18.5	18.7	19.0	17.9	18.9	18.4	18.6	0.4	2.1
2-甲氧基苯胺	19.2	19.4	20.0	18.5	20.8	21.1	19.8	1.0	5.0
3-甲基苯胺	17.4	17.0	17.9	17.1	17.8	17.6	17.5	0.4	2.2
2-甲基苯胺	17.2	18.3	18.8	18.5	19.5	19.1	18.6	0.8	4.3
2,4-二甲基苯胺	20.2	20.8	21.4	20.5	21.5	21.4	21.0	0.6	2.6
4-硝基苯胺	22.8	21.5	20.7	20.3	21.9	21.3	21.4	0.9	4.1
3-硝基苯胺	43.4	42.3	39.0	43.2	42.6	49.7	43.4	3.5	8.0
4-氯苯胺	17.9	18.1	17.9	17.6	18.0	18.1	17.9	0.2	1.0
2-萘胺	19.7	19.8	20.1	18.2	20.2	20.6	19.8	0.8	4.2
2,6-二甲基苯胺	19.2	18.1	18.7	18.4	17.0	16.9	18.0	0.9	5.0
3-氯苯胺	18.3	18.1	19.2	18.0	19.7	19.9	18.9	0.8	4.4
3,3’-二氯联苯胺	15.4	15.2	15.0	15.2	15.4	15.8	15.3	0.3	1.9
N-亚硝基二苯胺	15.2	14.5	14.7	15.0	15.4	15.3	15.0	0.3	2.2

附表 1-46～附表 1-51 为 6 家验证实验室对砂土加标高浓度样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-46　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	381	343	357	348	375	373	363	16	4.3
苯胺	361	353	352	358	352	350	354	4.4	1.2
4-甲基苯胺	392	390	393	412	396	393	396	7.9	2.0
2-甲氧基苯胺	393	381	395	409	394	376	391	12	3.0
3-甲基苯胺	388	357	376	358	392	339	368	21	5.6
2-甲基苯胺	342	361	365	349	379	382	363	17	4.4
2,4-二甲基苯胺	370	388	342	358	426	330	369	35	9.3
4-硝基苯胺	411	409	370	363	391	359	384	23	6.0
3-硝基苯胺	833	899	843	824	800	836	839	33	3.9
4-氯苯胺	391	403	393	422	407	401	403	12	2.8
2-萘胺	418	401	407	391	395	392	401	11	2.6
2,6-二甲基苯胺	379	371	374	386	384	382	380	5.9	1.5
3-氯苯胺	382	383	386	398	392	386	388	5.9	1.5
3,3’-二氯联苯胺	328	309	318	333	364	312	327	21	6.2
N-亚硝基二苯胺	343	341	338	352	341	336	342	5.7	1.7

附表 1-47　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	342	326	371	375	307	368	348	28	8.0
苯胺	348	323	332	352	326	394	346	27	7.6
4-甲基苯胺	383	361	394	388	373	422	387	21	5.4
2-甲氧基苯胺	390	373	392	381	346	390	379	18	4.6
3-甲基苯胺	369	368	371	381	346	379	369	13	3.4
2-甲基苯胺	378	339	375	361	349	399	367	22	5.9
2,4-二甲基苯胺	397	379	392	392	374	409	390	13	3.2
4-硝基苯胺	398	376	381	395	385	405	390	12	2.9

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	标准偏差S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	814	765	781	797	708	832	783	44	5.6
4-氯苯胺	352	319	346	340	323	382	344	23	6.6
2-萘胺	397	350	347	382	343	390	368	25	6.5
2,6-二甲基苯胺	407	376	375	387	379	397	387	13	3.3
3-氯苯胺	399	322	368	383	342	383	366	30	7.9
3,3’-二氯联苯胺	283	279	272	295	271	328	288	22	7.4
N-亚硝基二苯胺	322	292	311	347	294	348	319	25	7.7

附表 1-48　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	标准偏差S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	348	336	342	346	345	330	341	6.8	2.0
苯胺	360	369	354	371	371	364	365	6.9	1.9
4-甲基苯胺	370	346	310	327	378	309	340	30	8.6
2-甲氧基苯胺	383	358	312	340	395	345	356	31	8.5
3-甲基苯胺	367	346	311	336	370	330	343	23	6.6
2-甲基苯胺	370	347	311	337	370	330	344	24	6.8
2,4-二甲基苯胺	370	340	302	328	379	326	341	29	8.5
4-硝基苯胺	426	366	342	371	425	345	379	38	9.9
3-硝基苯胺	866	739	726	840	847	704	787	72	9.1
4-氯苯胺	422	382	367	421	447	350	398	38	9.5
2-萘胺	393	357	313	359	388	329	357	32	8.8
2,6-二甲基苯胺	412	384	333	368	416	356	378	33	8.6
3-氯苯胺	435	426	375	432	450	354	412	39	9.3
3,3’-二氯联苯胺	382	358	339	345	357	375	359	17	4.6
N-亚硝基二苯胺	261	265	270	282	291	264	272	12	4.4

附表 1-49　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	338	318	347	354	279	281	319	33	11
苯胺	376	340	408	402	322	331	363	38	11
4-甲基苯胺	447	392	458	447	378	371	41.5	40	9.4
2-甲氧基苯胺	401	352	419	414	341	352	380	36	9.3
3-甲基苯胺	442	396	463	457	378	386	420	38	9.0
2-甲基苯胺	461	411	453	461	392	407	431	31	7.2
2,4-二甲基苯胺	458	418	460	454	401	419	435	26	5.8
4-硝基苯胺	277	271	273	287	267	335	285	26	8.9
3-硝基苯胺	587	562	535	612	560	670	588	49	8.2
4-氯苯胺	390	389	414	442	376	399	401	24	5.8
2-萘胺	378	340	391	397	320	334	360	33	9.0
2,6-二甲基苯胺	378	376	404	434	365	411	395	26	6.5
3-氯苯胺	348	339	333	368	340	383	352	20	5.5
3,3’-二氯联苯胺	278	254	312	270	266	269	275	20	7.2
N-亚硝基二苯胺	254	257	315	255	253	287	270	26	9.5

附表 1-50　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	336	331	328	319	374	330	336	20	5.7
苯胺	261	252	268	263	275	274	266	8.5	3.2
4-甲基苯胺	267	266	278	264	260	260	266	6.7	2.5
2-甲氧基苯胺	272	283	286	264	266	282	276	9.5	3.4
3-甲基苯胺	265	286	277	283	258	264	272	12	4.2
2-甲基苯胺	280	276	268	283	262	257	271	11	3.8
2,4-二甲基苯胺	325	342	322	325	317	302	322	14	4.1
4-硝基苯胺	386	385	357	360	375	371	372	13	3.3

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	533	525	506	530	529	502	521	14	2.5
4-氯苯胺	349	367	390	381	407	391	381	21	5.4
2-萘胺	383	387	380	365	382	368	377	8.9	2.4
2,6-二甲基苯胺	424	429	446	434	448	452	439	12	2.6
3-氯苯胺	441	454	429	435	462	458	446	14	2.9
3,3’-二氯联苯胺	426	402	426	395	369	378	399	24	5.9
N-亚硝基二苯胺	358	363	382	386	383	368	373	12	3.2

附表 1-51　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	274	276	277	282	288	283	280	5.1	1.8
苯胺	274	267	271	276	275	291	276	8.1	3.0
4-甲基苯胺	346	327	326	341	335	339	335	7.8	2.3
2-甲氧基苯胺	339	318	327	339	335	348	334	11	3.2
3-甲基苯胺	310	298	301	304	310	301	304	5.2	1.7
2-甲基苯胺	342	327	326	369	358	361	347	19	5.3
2,4-二甲基苯胺	375	354	364	388	386	391	376	15	3.9
4-硝基苯胺	371	340	354	367	358	382	362	15	4.0
3-硝基苯胺	748	683	675	686	635	752	696	46	6.5
4-氯苯胺	344	318	313	339	327	340	330	13	3.9
2-萘胺	329	300	295	320	327	312	314	14	4.4
2,6-二甲基苯胺	358	344	324	331	352	386	349	22	6.3
3-氯苯胺	355	354	353	361	370	390	364	15	3.9
3,3’-二氯联苯胺	289	280	287	283	281	286	284	3.5	1.2
N-亚硝基二苯胺	307	295	306	303	309	313	305	6.3	2.1

附表 1-52～附表 1-57 为 6 家验证实验室对海洋沉积物加标低浓度样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-52　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	18.1	19.6	17.7	15.7	18.4	17.7	17.9	1.3	7.2
苯胺	21.7	21.2	18.5	20.1	19.3	19.4	20.1	1.2	6.2
4-甲基苯胺	23.2	21.5	19.7	21.0	20.4	21.1	21.2	1.2	5.5
2-甲氧基苯胺	21.3	21.2	21.0	21.3	21.5	21.6	21.3	0.2	1.1
3-甲基苯胺	17.8	19.0	17.3	18.4	20.6	20.3	18.9	1.3	7.0
2-甲基苯胺	21.8	22.6	19.3	19.2	18.2	20.9	20.3	1.7	8.3
2,4-二甲基苯胺	17.6	21.6	19.1	20.7	19.7	21.1	20.0	1.5	7.5
4-硝基苯胺	20.3	21.8	24.3	24.2	23.0	21.0	22.4	1.7	7.5
3-硝基苯胺	38.4	36.3	41.0	37.6	37.4	38.4	38.2	1.6	4.2
4-氯苯胺	21.5	20.6	21.6	20.2	20.0	20.5	20.7	0.7	3.3
2-萘胺	19.7	18.8	21.1	18.7	18.5	20.7	19.6	1.1	5.6
2,6-二甲基苯胺	22.3	20.2	17.0	18.9	20.1	19.2	19.6	1.7	8.8
3-氯苯胺	21.1	20.9	21.6	21.1	20.9	20.7	21.1	0.3	1.4
3,3’-二氯联苯胺	21.0	21.0	22.2	21.9	19.8	20.4	21.1	0.9	4.3
N-亚硝基二苯胺	18.7	18.9	18.2	20.0	20.3	19.6	19.3	0.8	4.3

附表 1-53　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	19.4	19.0	21.1	22.0	24.3	18.0	20.6	2.3	12
苯胺	19.3	20.6	18.4	19.6	20.8	20.2	19.8	0.9	4.6
4-甲基苯胺	19.4	21.4	21.6	19.7	21.1	20.4	20.6	0.9	4.5
2-甲氧基苯胺	21.5	21.4	21.2	21.9	22.2	20.8	21.5	0.5	2.4
3-甲基苯胺	18.9	21.2	21.7	20.0	21.7	20.8	20.7	1.1	5.3
2-甲基苯胺	17.9	19.2	19.8	18.4	19.3	18.5	18.8	0.7	3.8
2,4-二甲基苯胺	23.3	24.1	24.0	23.2	23.5	24.7	23.8	0.6	2.4
4-硝基苯胺	16.7	19.1	19.4	16.3	19.7	18.5	18.3	1.4	7.8

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	标准偏差S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	46.9	44.5	45.9	44.4	44.4	44.8	45.2	1.0	2.3
4-氯苯胺	21.3	21.9	22.4	21.5	22.3	21.3	21.8	0.5	2.3
2-萘胺	18.5	19.9	20.6	19.5	20.4	20.0	19.8	0.7	3.8
2,6-二甲基苯胺	23.8	24.5	24.4	22.7	23.1	23.9	23.7	0.7	3.0
3-氯苯胺	19.2	21.8	21.8	19.9	19.8	20.9	20.6	1.1	5.3
3,3’-二氯联苯胺	16.5	17.6	16.2	15.7	19.0	16.0	16.8	1.3	7.5
N-亚硝基二苯胺	17.4	16.1	16.8	15.9	20.0	18.4	17.4	1.5	8.8

附表 1-54　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	标准偏差S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	17.3	20.9	17.7	17.0	20.5	19.7	18.8	1.7	9.0
苯胺	19.0	19.3	18.7	18.6	17.2	18.5	18.5	0.7	3.7
4-甲基苯胺	20.7	21.3	23.0	16.2	23.1	19.2	20.6	2.6	13
2-甲氧基苯胺	21.2	23.3	21.0	20.3	23.8	23.4	22.2	1.5	6.7
3-甲基苯胺	19.1	22.0	18.2	22.6	17.7	16.6	19.3	2.4	13
2-甲基苯胺	14.2	14.2	14.2	14.5	14.9	16.0	14.7	0.7	4.9
2,4-二甲基苯胺	16.9	19.5	15.6	17.1	21.3	20.2	18.4	2.2	12
4-硝基苯胺	20.0	22.0	21.3	21.4	22.6	22.9	21.7	1.0	4.8
3-硝基苯胺	48.7	36.7	35.2	42.6	34.7	39.1	39.5	5.4	14
4-氯苯胺	21.5	21.0	18.3	20.4	21.8	20.0	20.5	1.3	6.1
2-萘胺	19.7	20.2	16.4	17.4	21.6	18.8	19.0	1.9	9.9
2,6-二甲基苯胺	17.1	17.0	19.2	14.8	18.2	18.5	17.5	1.6	9.0
3-氯苯胺	19.8	20.1	20.0	19.7	24.5	20.5	20.8	1.9	8.9
3,3’-二氯联苯胺	21.9	16.5	16.4	18.5	20.6	15.6	18.2	2.5	14
N-亚硝基二苯胺	15.2	15.4	14.6	14.0	15.5	15.8	15.1	0.6	4.2

附表 1-55　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	16.1	19.1	17.6	16.6	18.8	14.8	17.2	1.7	9.7
苯胺	17.7	18.4	21.1	18.2	16.2	16.2	18.0	1.8	9.9
4-甲基苯胺	19.5	21.3	22.0	19.4	18.2	18.0	19.7	1.6	8.1
2-甲氧基苯胺	21.1	21.3	22.3	19.4	18.5	17.4	20.0	1.9	9.3
3-甲基苯胺	20.4	20.5	23.2	19.8	20.8	21.2	21.0	1.2	5.6
2-甲基苯胺	22.8	23.1	26.7	23.1	22.5	21.4	23.3	1.8	7.6
2,4-二甲基苯胺	22.6	22.5	25.7	21.2	20.9	21.1	22.3	1.8	8.1
4-硝基苯胺	25.2	22.3	25.3	21.1	21.5	21.1	22.7	2.0	8.8
3-硝基苯胺	43.5	40.8	44.1	36.3	37.1	36.3	39.7	3.6	9.0
4-氯苯胺	22.6	22.0	23.7	19.9	20.4	19.9	21.4	1.6	7.4
2-萘胺	21.3	20.5	21.7	19.3	19.0	18.1	20.0	1.4	7.0
2,6-二甲基苯胺	24.4	24.7	24.8	22.2	22.1	20.8	23.2	1.7	7.2
3-氯苯胺	22.7	25.2	24.1	22.5	21.9	20.6	22.9	1.6	7.2
3,3’-二氯联苯胺	20.5	18.3	18.7	17.1	16.1	16.3	17.8	1.7	9.4
N-亚硝基二苯胺	17.8	14.9	17.9	14.8	16.0	14.5	16.0	1.5	9.4

附表 1-56　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	16.5	19.4	19.2	20.0	19.0	18.2	18.7	1.2	6.5
苯胺	15.1	14.7	14.8	14.2	15.3	14.3	14.7	0.4	3.0
4-甲基苯胺	14.3	15.0	14.8	14.7	14.7	15.1	14.8	0.3	1.9
2-甲氧基苯胺	14.8	15.2	14.1	15.7	14.9	15.2	15.0	0.5	3.5
3-甲基苯胺	14.9	15.1	14.2	15.2	14.6	14.4	14.7	0.4	2.5
2-甲基苯胺	14.3	14.5	14.7	14.8	14.0	15.4	14.6	0.5	3.3
2,4-二甲基苯胺	17.4	15.2	14.7	15.5	15.3	15.3	15.5	0.9	5.9
4-硝基苯胺	25.5	22.3	22.3	21.4	21.7	22.9	22.7	1.5	6.5

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	32.2	28.8	29.5	29.9	31.8	31.3	30.6	1.4	4.6
4-氯苯胺	20.8	23.9	19.5	20.9	20.5	22.0	21.2	1.5	7.1
2-萘胺	20.6	23.9	21.5	22.8	21.6	20.4	21.8	1.3	6.1
2,6-二甲基苯胺	18.7	21.4	23.2	21.5	19.6	21.2	20.9	1.6	7.6
3-氯苯胺	23.9	22.7	19.9	20.1	22.7	22.4	21.9	1.6	7.2
3,3’-二氯联苯胺	14.7	15.0	15.4	15.6	14.9	15.4	15.2	0.3	2.2
N-亚硝基二苯胺	16.0	17.6	16.6	15.9	15.1	16.8	16.3	0.9	5.3

附表 1-57　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	18.4	17.1	18.2	17.0	17.7	15.6	17.3	1.0	5.8
苯胺	17.3	16.2	16.3	16.2	16.1	16.5	16.4	0.5	2.8
4-甲基苯胺	17.8	17.6	18.0	17.9	17.7	17.8	17.8	0.1	0.8
2-甲氧基苯胺	15.1	15.1	15.5	15.4	15.6	15.1	15.3	0.2	1.4
3-甲基苯胺	13.6	14.1	13.9	13.5	14.2	13.7	13.8	0.3	2.0
2-甲基苯胺	19.5	18.4	18.8	17.3	19.4	19.2	18.8	0.8	4.5
2,4-二甲基苯胺	20.8	20.4	19.5	19.0	20.4	20.6	20.1	0.7	3.4
4-硝基苯胺	20.7	18.6	17.8	18.2	19.2	20.7	19.2	1.2	6.5
3-硝基苯胺	35.3	38.2	36.8	30.2	34.9	38.0	35.6	2.9	8.3
4-氯苯胺	17.6	16.6	17.6	16.5	17.0	17.8	17.2	0.5	3.2
2-萘胺	18.5	17.8	18.6	17.0	18.3	18.8	18.2	0.6	3.5
2,6-二甲基苯胺	15.3	17.1	17.5	16.1	18.7	18.3	17.2	1.3	7.5
3-氯苯胺	18.0	17.7	18.2	17.4	18.0	18.9	18.0	0.5	2.8
3,3’-二氯联苯胺	16.1	15.9	16.3	15.1	15.2	15.8	15.7	0.5	3.1
N-亚硝基二苯胺	16.5	16.4	16.4	16.2	16.7	16.3	16.4	0.2	1.1

附表 1-58～附表 1-63 为 6 家验证实验室对河流沉积物加标中等浓度样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-58　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	137	143	177	168	151	191	161	21	13
苯胺	176	175	178	177	171	175	175	2.4	1.4
4-甲基苯胺	184	183	185	178	177	180	181	3.1	1.7
2-甲氧基苯胺	160	164	172	163	172	160	165	5.4	3.3
3-甲基苯胺	203	200	198	179	184	183	191	11	5.4
2-甲基苯胺	193	194	194	177	172	179	185	9.8	5.3
2,4-二甲基苯胺	161	157	161	158	144	136	153	11	6.8
4-硝基苯胺	163	158	160	158	155	154	158	3.4	2.2
3-硝基苯胺	326	318	326	317	322	320	321	3.8	1.2
4-氯苯胺	181	186	186	180	180	183	183	3.0	1.6
2-萘胺	185	183	185	185	185	187	185	1.4	0.8
2,6-二甲基苯胺	163	161	161	150	150	145	155	7.5	4.8
3-氯苯胺	176	180	183	177	171	175	177	4.1	2.3
3,3’-二氯联苯胺	174	174	177	171	168	169	172	3.4	2.0
N-亚硝基二苯胺	173	174	172	168	169	169	171	2.7	1.6

附表 1-59　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	217	213	200	216	211	219	213	6.9	3.3
苯胺	213	210	189	209	218	218	210	11	5.3
4-甲基苯胺	228	214	197	237	226	231	222	15	6.4
2-甲氧基苯胺	215	218	188	208	233	229	215	17	7.5
3-甲基苯胺	205	202	189	219	207	215	206	11	5.1
2-甲基苯胺	194	194	166	190	199	201	191	13	6.6
2,4-二甲基苯胺	245	242	215	245	253	245	241	14	5.5
4-硝基苯胺	213	247	203	197	167	172	200	30	15

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	429	434	399	392	465	463	430	31	7.2
4-氯苯胺	204	219	187	206	230	224	212	16	7.4
2-萘胺	191	191	155	176	187	194	183	15	8.1
2,6-二甲基苯胺	212	227	196	208	240	224	218	16	7.2
3-氯苯胺	196	198	173	187	215	205	196	15	7.4
3,3'-二氯联苯胺	218	209	163	212	200	202	201	20	9.7
N-亚硝基二苯胺	207	187	156	196	201	194	190	19	9.4

表 1-60　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	194	182	199	193	193	181	190	7.1	3.7
苯胺	199	196	189	187	197	187	193	5.3	2.8
4-甲基苯胺	221	200	170	195	206	183	196	18	9.1
2-甲氧基苯胺	237	208	189	204	222	202	210	17	7.9
3-甲基苯胺	212	191	175	189	198	186	192	13	6.5
2-甲基苯胺	204	189	167	187	193	178	186	13	6.8
2,4-二甲基苯胺	214	195	174	186	207	189	194	15	7.4
4-硝基苯胺	254	224	212	218	239	215	227	17	7.2
3-硝基苯胺	442	359	362	407	450	393	402	39	9.6
4-氯苯胺	222	195	176	207	215	184	200	19	9.0
2-萘胺	216	192	169	191	205	182	192	17	8.7
2,6-二甲基苯胺	215	195	177	199	203	184	195	14	6.9
3-氯苯胺	223	230	169	219	202	197	207	23	11
3,3'-二氯联苯胺	220	200	210	197	219	186	205	14	6.5
N-亚硝基二苯胺	160	159	154	151	154	149	155	4.3	2.8

附表 1-61　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	140	158	147	143	170	163	153	12	7.7
苯胺	212	181	181	184	173	197	188	15	7.5
4-甲基苯胺	209	182	181	184	170	188	186	13	7.0
2-甲氧基苯胺	216	188	191	190	177	199	194	14	6.9
3-甲基苯胺	222	196	195	196	188	208	201	13	6.0
2-甲基苯胺	245	214	214	219	207	232	222	14	6.3
2,4-二甲基苯胺	250	233	223	230	216	236	231	12	5.0
4-硝基苯胺	205	176	174	177	167	190	182	14	7.6
3-硝基苯胺	420	361	346	368	347	390	372	29	7.7
4-氯苯胺	242	207	208	207	198	224	214	16	7.4
2-萘胺	183	154	164	173	156	179	168	12	7.1
2,6-二甲基苯胺	255	238	229	239	217	251	238	15	5.9
3-氯苯胺	231	203	202	207	201	221	211	13	5.8
3,3’-二氯联苯胺	188	157	158	149	160	175	164	15	8.7
N-亚硝基二苯胺	179	149	152	141	153	160	156	14	8.4

附表 1-62　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	177	169	163	168	174	163	169	5.8	3.4
苯胺	141	143	153	145	146	155	147	5.6	3.8
4-甲基苯胺	156	140	145	149	151	141	147	6.0	4.1
2-甲氧基苯胺	144	199	155	159	157	151	161	20	13
3-甲基苯胺	153	148	141	157	154	142	149	6.4	4.3
2-甲基苯胺	148	149	150	144	154	156	150	4.2	2.8
2,4-二甲基苯胺	156	148	165	142	157	159	154	8.2	5.3
4-硝基苯胺	161	171	172	153	166	179	167	9.4	5.6

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	286	293	296	316	287	316	299	14	4.7
4-氯苯胺	207	241	198	199	204	220	212	17	7.8
2-萘胺	143	155	144	153	145	162	150	7.5	5.0
2,6-二甲基苯胺	238	245	248	236	234	238	240	5.3	2.2
3-氯苯胺	243	248	250	235	241	250	244	5.8	2.4
3,3'-二氯联苯胺	216	210	207	230	228	224	219	9.4	4.3
N-亚硝基二苯胺	206	214	207	214	221	205	211	6.3	3.0

附表 1-63　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	193	194	187	187	192	191	191	3.2	1.7
苯胺	212	204	196	189	185	186	195	11	5.6
4-甲基苯胺	216	213	207	198	196	193	204	9.7	4.8
2-甲氧基苯胺	175	167	190	177	161	161	172	12	6.4
3-甲基苯胺	158	159	176	169	156	156	162	8.3	5.1
2-甲基苯胺	234	229	210	212	203	216	217	12	5.5
2,4-二甲基苯胺	233	235	212	214	209	216	220	12	5.1
4-硝基苯胺	195	200	197	176	174	177	187	12	6.4
3-硝基苯胺	471	495	467	474	426	442	463	25	5.3
4-氯苯胺	212	203	189	182	180	181	191	14	6.8
2-萘胺	212	202	194	189	180	185	194	12	6.2
2,6-二甲基苯胺	235	227	188	201	195	195	207	20	9.4
3-氯苯胺	207	194	174	172	182	177	184	14	7.2
3,3'-二氯联苯胺	179	179	170	173	176	176	176	3.6	2.1
N-亚硝基二苯胺	192	189	186	187	188	186	188	2.4	1.3

1.3.2 采用 13 种内标物定量的方法精密度测试数据

附表 1-64～附表 1-69 为 6 家验证实验室对低浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-64　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	18.2	18.1	17.3	18.4	16.1	17.5	17.6	0.8	4.8
苯胺	22.0	19.2	21.0	19.2	21.5	20.2	20.5	1.2	5.7
4-甲基苯胺	20.6	19.0	18.9	19.8	18.4	19.2	19.3	0.8	3.9
2-甲氧基苯胺	16.5	21.2	21.0	20.6	20.2	20.0	19.9	1.8	8.8
3-甲基苯胺	15.8	20.9	15.7	19.4	21.5	20.6	19.0	2.6	14
2-甲基苯胺	20.9	18.2	19.3	19.5	21.8	20.3	20.0	1.3	6.4
2,4-二甲基苯胺	19.1	19.8	19.0	20.2	19.3	21.6	19.8	1.0	4.9
4-硝基苯胺	16.4	16.7	16.3	16.1	17.0	15.3	16.3	0.6	3.5
3-硝基苯胺	36.9	40.4	37.8	41.6	40.5	39.0	39.4	1.8	4.5
4-氯苯胺	18.7	19.8	19.9	19.2	18.2	19.5	19.2	0.7	3.4
2-萘胺	18.4	18.3	18.9	19.5	19.2	19.0	18.9	0.4	2.4
2,6-二甲基苯胺	21.7	17.8	19.8	18.8	21.4	20.2	20.0	1.5	7.5
3-氯苯胺	21.5	21.7	20.7	20.2	20.8	21.7	21.1	0.6	2.9
3,3’-二氯联苯胺	20.3	19.3	18.2	20.9	20.3	20.0	19.8	0.9	4.7
N-亚硝基二苯胺	19.0	16.8	18.9	19.0	19.0	18.0	18.5	0.9	4.9

附表 1-65　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	18.2	22.2	21.0	17.9	21.2	17.9	19.7	1.9	9.8
苯胺	19.9	22.1	20.4	19.1	21.2	23.2	21.0	1.5	7.2
4-甲基苯胺	16.4	20.8	18.5	16.6	18.0	19.4	18.3	1.7	9.2
2-甲氧基苯胺	17.0	21.3	19.6	17.1	18.4	21.0	19.1	1.9	9.8
3-甲基苯胺	18.1	21.4	18.8	16.9	19.5	20.8	19.2	1.7	8.7
2-甲基苯胺	15.0	20.2	16.3	15.7	17.0	17.2	16.9	1.8	11
2,4-二甲基苯胺	17.8	21.5	19.1	17.9	19.5	19.9	19.3	1.4	7.2
4-硝基苯胺	18.3	22.7	20.4	18.4	21.1	22.0	20.5	1.8	8.9

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	34.1	38.5	35.1	34.1	40.1	41.5	37.2	3.2	8.6
4-氯苯胺	16.2	19.9	19.1	16.3	18.1	18.5	18.0	1.5	8.4
2-萘胺	16.6	20.3	16.8	16.2	18.1	18.1	17.7	1.5	8.5
2,6-二甲基苯胺	16.1	18.8	18.5	17.4	19.1	19.2	18.2	1.2	6.6
3-氯苯胺	16.4	19.7	17.6	16.4	17.1	18.3	17.6	1.3	7.3
3,3’-二氯联苯胺	16.2	18.0	17.7	17.6	14.4	17.4	16.9	1.4	8.2
N-亚硝基二苯胺	15.7	19.9	17.5	15.6	18.1	19.9	17.8	1.9	11

附表 1-66　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	21.2	20.8	20.9	16.4	19.6	17.2	19.4	2.1	11
苯胺	19.7	17.2	18.2	19.4	17.7	17.3	18.2	1.0	5.7
4-甲基苯胺	17.9	15.2	17.8	18.9	21.4	21.1	18.7	2.3	13
2-甲氧基苯胺	16.4	17.2	17.4	18.6	19.1	18.4	17.9	1.0	5.7
3-甲基苯胺	14.7	19.9	14.6	15.8	18.2	20.2	17.2	2.5	15
2-甲基苯胺	15.4	16.6	17.8	17.0	18.6	19.0	17.4	1.3	7.7
2,4-二甲基苯胺	17.5	15.8	18.2	17.3	18.8	21.4	18.2	1.9	11
4-硝基苯胺	15.6	17.9	22.7	16.4	18.1	16.9	17.9	2.5	14
3-硝基苯胺	42.0	40.6	46.5	55.4	41.6	41.7	44.6	5.7	13
4-氯苯胺	19.8	20.4	20.5	19.0	23.2	20.8	20.6	1.4	6.9
2-萘胺	19.2	20.8	19.7	19.0	19.5	20.1	19.7	0.7	3.4
2,6-二甲基苯胺	19.9	19.1	16.0	19.0	19.4	17.9	18.5	1.4	7.7
3-氯苯胺	15.1	15.8	16.9	21.2	19.6	19.8	18.1	2.5	14
3,3’-二氯联苯胺	14.9	15.7	16.6	18.5	16.8	15.9	16.4	1.2	7.6
N-亚硝基二苯胺	16.0	17.6	15.7	16.3	14.9	15.3	16.0	0.9	5.8

附表 1-67　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	22.1	21.1	22.4	21.0	21.6	21.9	21.7	0.6	2.6
苯胺	25.5	23.0	22.3	22.7	22.8	23.7	23.3	1.1	4.9
4-甲基苯胺	23.8	22.0	21.5	21.3	22.2	22.3	22.2	0.9	3.9
2-甲氧基苯胺	23.4	22.4	21.3	21.4	22.5	22.5	22.2	0.8	3.4
3-甲基苯胺	24.3	24.3	25.1	24.9	24.6	25.0	24.7	0.4	1.5
2-甲基苯胺	22.9	22.0	21.0	20.3	21.4	21.5	21.5	0.9	4.0
2,4-二甲基苯胺	23.8	22.6	21.6	22.0	22.2	22.5	22.4	0.7	3.3
4-硝基苯胺	24.2	23.0	22.7	24.9	23.7	24.0	23.7	0.8	3.4
3-硝基苯胺	46.8	42.0	42.4	43.2	40.4	48.4	43.9	3.1	7.0
4-氯苯胺	24.8	21.6	24.1	25.5	23.0	23.9	23.8	1.4	5.9
2-萘胺	21.3	21.4	20.9	22.1	21.6	22.3	21.6	0.5	2.5
2,6-二甲基苯胺	22.7	21.9	21.6	22.0	23.4	24.2	22.6	1.0	4.3
3-氯苯胺	23.1	23.8	26.6	23.8	25.4	24.4	24.5	1.3	5.2
3,3’-二氯联苯胺	22.7	21.5	22.4	23.8	22.6	24.3	22.9	1.0	4.4
N-亚硝基二苯胺	18.8	19.0	18.4	19.1	19.6	20.0	19.2	0.6	3.0

附表 1-68　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	19.7	19.4	19.7	19.5	19.5	19.0	19.5	0.3	1.3
苯胺	15.2	15.4	14.9	15.0	15.4	15.2	15.2	0.2	1.3
4-甲基苯胺	20.1	20.3	20.2	19.6	20.1	19.6	20.0	0.3	1.6
2-甲氧基苯胺	16.2	15.1	19.4	18.0	15.8	16.8	16.9	1.6	9.4
3-甲基苯胺	14.9	15.2	15.0	15.1	15.2	15.6	15.2	0.2	1.6
2-甲基苯胺	19.2	17.1	18.3	16.5	18.0	18.7	18.0	1.0	5.6
2,4-二甲基苯胺	17.1	19.0	19.2	21.1	20.0	21.4	19.6	1.6	8.0
4-硝基苯胺	20.6	21.0	21.6	21.9	21.0	20.9	21.2	0.5	2.3

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	29.2	28.9	28.4	28.4	28.7	29.3	28.8	0.4	1.3
4-氯苯胺	17.4	17.1	19.7	18.7	19.3	19.6	18.6	1.1	6.0
2-萘胺	16.3	16.1	16.0	16.7	15.8	18.0	16.5	0.8	4.8
2,6-二甲基苯胺	17.2	14.6	19.4	17.5	17.9	18.7	17.6	1.7	9.4
3-氯苯胺	20.0	17.1	21.6	19.5	21.7	22.8	20.5	2.0	9.9
3,3'-二氯联苯胺	14.9	14.3	13.7	14.3	14.5	14.5	14.4	0.4	2.6
N-亚硝基二苯胺	17.1	16.6	17.6	17.0	18.7	18.6	17.6	0.9	4.9

附表 1-69　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	18.8	19.4	17.5	18.7	19.3	17.1	18.5	1.0	5.2
苯胺	15.9	15.5	16.1	16.5	16.8	15.5	16.0	0.5	3.3
4-甲基苯胺	16.2	15.8	15.2	16.4	15.3	16.4	15.9	0.5	3.4
2-甲氧基苯胺	15.1	15.0	14.0	14.7	15.1	14.8	14.8	0.4	2.9
3-甲基苯胺	19.6	19.5	18.6	19.2	20.0	18.7	19.3	0.5	2.8
2-甲基苯胺	18.1	16.3	17.5	19.3	17.5	18.0	17.8	1.0	5.5
2,4-二甲基苯胺	15.6	15.7	14.4	15.9	16.4	15.6	15.6	0.6	4.1
4-硝基苯胺	21.3	23.4	20.0	23.2	23.2	20.5	21.9	1.5	6.8
3-硝基苯胺	35.7	35.1	42.0	39.1	40.8	41.4	39.0	3.0	7.7
4-氯苯胺	15.2	15.3	14.8	15.2	15.6	14.7	15.1	0.3	2.2
2-萘胺	15.7	15.2	14.0	14.5	15.4	14.1	14.8	0.7	4.8
2,6-二甲基苯胺	14.4	15.9	15.2	16.2	15.6	15.6	15.5	0.6	4.1
3-氯苯胺	15.9	15.0	16.0	15.7	15.9	15.9	15.7	0.4	2.4
3,3'-二氯联苯胺	15.4	15.1	14.4	15.0	15.5	14.6	15.0	0.4	2.9
N-亚硝基二苯胺	15.1	15.2	14.3	15.1	15.8	14.7	15.0	0.5	3.3

附表 1-70～附表 1-75 为 6 家验证实验室对中等浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-70　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	169	163	178	193	167	157	171	13	7.5
苯胺	188	177	180	176	176	174	179	5.2	2.9
4-甲基苯胺	174	157	159	140	131	142	150	16	11
2-甲氧基苯胺	162	165	163	160	159	161	162	2.3	1.4
3-甲基苯胺	235	201	196	186	196	189	201	18	8.8
2-甲基苯胺	188	179	183	169	169	171	177	8.0	4.6
2,4-二甲基苯胺	137	137	161	173	142	132	147	17	12
4-硝基苯胺	181	179	181	182	181	181	181	0.9	0.5
3-硝基苯胺	315	307	301	300	305	304	305	5.6	1.8
4-氯苯胺	152	147	148	146	146	148	148	2.1	1.4
2-萘胺	172	181	174	174	171	172	174	3.6	2.1
2,6-二甲基苯胺	136	162	152	130	146	130	143	14	9.2
3-氯苯胺	190	182	176	175	176	178	179	5.7	3.2
3,3’-二氯联苯胺	176	180	170	171	170	173	173	3.9	2.3
N-亚硝基二苯胺	172	171	170	167	173	168	170	2.4	1.4

附表 1-71　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	212	225	207	194	178	181	200	19	9.2
苯胺	231	245	221	220	200	203	220	17	7.7
4-甲基苯胺	241	243	228	216	197	197	220	21	9.3
2-甲氧基苯胺	241	256	222	212	188	188	218	28	13
3-甲基苯胺	241	251	217	217	195	196	219	23	11
2-甲基苯胺	166	181	160	155	135	136	156	18	12
2,4-二甲基苯胺	241	276	242	233	201	202	233	28	13
4-硝基苯胺	213	247	203	197	167	172	200	30	15

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	489	525	491	460	422	400	465	47	11
4-氯苯胺	211	258	199	194	174	166	201	33	17
2-萘胺	233	267	224	215	190	181	219	31	15
2,6-二甲基苯胺	235	260	226	210	197	196	221	25	12
3-氯苯胺	227	251	222	203	177	183	211	29	14
3,3'-二氯联苯胺	219	231	211	188	167	181	200	25	13
N-亚硝基二苯胺	227	248	224	207	192	193	215	22	11

附表 1-72　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	190	181	173	169	184	183	180	7.7	4.3
苯胺	175	196	192	189	193	189	189	7.6	4.0
4-甲基苯胺	227	195	178	182	199	199	197	18	8.8
2-甲氧基苯胺	189	194	190	189	185	191	189	2.9	1.5
3-甲基苯胺	190	187	185	184	184	179	185	3.7	2.0
2-甲基苯胺	202	200	197	193	196	192	197	3.8	1.9
2,4-二甲基苯胺	195	185	182	191	188	192	189	4.5	2.4
4-硝基苯胺	180	195	229	205	179	200	198	19	9.4
3-硝基苯胺	412	475	393	468	439	429	436	32	7.2
4-氯苯胺	196	203	221	202	190	202	202	11	5.1
2-萘胺	196	194	199	193	202	195	197	3.5	1.8
2,6-二甲基苯胺	191	211	212	209	212	204	207	8.0	3.9
3-氯苯胺	186	208	256	236	181	192	210	31	15
3,3'-二氯联苯胺	184	175	184	171	185	185	181	6.1	3.4
N-亚硝基二苯胺	147	155	147	155	156	148	151	4.4	2.9

附表 1-73　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	190	167	202	204	174	206	191	17	8.8
苯胺	236	194	235	215	250	240	228	21	8.8
4-甲基苯胺	211	177	210	191	172	218	196	20	9.9
2-甲氧基苯胺	204	167	204	185	216	197	196	18	8.8
3-甲基苯胺	254	207	269	246	238	234	241	21	8.7
2-甲基苯胺	210	176	201	184	213	204	198	15	7.4
2,4-二甲基苯胺	213	182	207	188	219	209	203	15	7.3
4-硝基苯胺	247	198	222	239	212	200	220	21	9.1
3-硝基苯胺	436	354	432	387	452	436	416	38	9.0
4-氯苯胺	212	176	212	194	229	212	206	19	8.9
2-萘胺	204	182	204	186	214	202	199	13	6.1
2,6-二甲基苯胺	199	180	191	182	204	194	192	9.2	4.8
3-氯苯胺	224	187	222	198	236	215	214	19	8.5
3,3’-二氯联苯胺	218	172	210	186	208	206	200	18	8.6
N-亚硝基二苯胺	181	162	184	176	162	184	175	11	5.9

附表 1-74　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	151	161	152	171	163	161	160	7.4	4.7
苯胺	159	151	142	144	141	140	146	7.6	5.2
4-甲基苯胺	226	236	224	231	228	233	230	4.8	2.1
2-甲氧基苯胺	195	203	206	207	207	210	205	5.0	2.5
3-甲基苯胺	155	148	150	154	146	146	150	3.9	2.6
2-甲基苯胺	251	261	263	254	248	228	251	13	5.1
2,4-二甲基苯胺	209	204	208	209	211	205	208	2.5	1.2
4-硝基苯胺	236	227	228	214	204	211	220	12	5.4

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	286	308	294	289	282	289	291	9.2	3.2
4-氯苯胺	197	209	214	195	209	211	206	7.9	3.8
2-萘胺	163	171	167	160	167	157	164	5.0	3.1
2,6-二甲基苯胺	204	191	192	195	202	203	198	5.8	2.9
3-氯苯胺	228	217	253	254	265	246	244	18	7.3
3,3’-二氯联苯胺	221	216	226	221	234	212	222	7.9	3.5
N-亚硝基二苯胺	185	197	201	192	195	205	196	6.8	3.5

附表 1-75　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	182	177	178	174	170	176	176	4.0	2.3
苯胺	195	181	191	184	177	183	185	6.7	3.6
4-甲基苯胺	189	181	170	172	162	166	173	10	5.8
2-甲氧基苯胺	163	159	149	144	149	146	152	7.7	5.1
3-甲基苯胺	206	203	226	222	198	217	212	11	5.2
2-甲基苯胺	195	191	204	195	181	190	193	7.6	3.9
2,4-二甲基苯胺	173	188	177	173	175	171	176	6.3	3.6
4-硝基苯胺	231	227	205	197	235	232	221	16	7.2
3-硝基苯胺	418	414	405	434	434	390	416	17	4.0
4-氯苯胺	176	175	166	162	163	163	168	6.3	3.8
2-萘胺	167	169	167	155	158	156	162	6.2	3.8
2,6-二甲基苯胺	186	196	208	186	187	176	190	11	5.8
3-氯苯胺	175	183	177	168	169	168	174	6.0	3.4
3,3’-二氯联苯胺	176	179	171	164	166	166	171	5.9	3.5
N-亚硝基二苯胺	177	172	167	160	163	163	167	6.7	4.0

附表 1-76～附表 1-81 为 6 家验证实验室对高浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-76　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	355	394	348	333	357	337	354	22	6.1
苯胺	361	351	337	353	361	360	354	9.3	2.6
4-甲基苯胺	357	342	339	348	348	349	347	6.2	1.8
2-甲氧基苯胺	404	390	380	396	388	400	393	8.9	2.3
3-甲基苯胺	384	420	355	370	354	317	367	35	9.4
2-甲基苯胺	317	350	312	326	380	401	348	37	11
2,4-二甲基苯胺	359	382	364	364	363	373	367	8.6	2.3
4-硝基苯胺	379	430	396	404	402	406	403	17	4.1
3-硝基苯胺	700	742	784	771	780	701	746	39	5.1
4-氯苯胺	350	344	330	353	346	365	348	12	3.4
2-萘胺	352	349	345	320	332	320	336	15	4.2
2,6-二甲基苯胺	324	322	294	406	393	367	351	45	13
3-氯苯胺	376	383	374	388	387	393	384	7.2	1.9
3,3’-二氯联苯胺	347	319	387	371	369	357	358	24	6.6
N-亚硝基二苯胺	341	339	335	356	325	335	339	11	3.0

附表 1-77　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	387	348	342	362	325	390	359	26	7.2
苯胺	347	326	336	357	335	385	348	22	6.1
4-甲基苯胺	346	294	313	345	281	387	328	40	12
2-甲氧基苯胺	337	288	308	330	281	376	320	36	11
3-甲基苯胺	395	381	351	386	331	396	373	27	7.1
2-甲基苯胺	264	231	243	268	207	280	249	28	11
2,4-二甲基苯胺	334	297	328	340	308	371	330	27	7.9
4-硝基苯胺	382	397	424	384	373	381	390	19	4.7

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	694	607	706	739	651	754	692	56	8.0
4-氯苯胺	291	260	275	301	223	336	281	39	14
2-萘胺	302	270	291	311	256	311	290	23	7.8
2,6-二甲基苯胺	334	300	313	346	302	338	322	20	6.1
3-氯苯胺	315	281	311	333	266	377	314	40	13
3,3’-二氯联苯胺	296	293	309	286	279	346	302	25	8.0
N-亚硝基二苯胺	335	300	319	353	284	384	329	37	11

附表 1-78　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	337	333	328	349	339	342	338	7.0	2.1
苯胺	354	376	367	376	380	361	369	10	2.7
4-甲基苯胺	396	404	400	391	393	384	395	7.2	1.8
2-甲氧基苯胺	359	361	366	351	357	367	360	5.8	1.6
3-甲基苯胺	338	341	342	341	335	346	341	3.7	1.1
2-甲基苯胺	356	358	362	356	357	360	358	2.2	0.6
2,4-二甲基苯胺	360	351	353	350	360	350	354	4.9	1.4
4-硝基苯胺	330	331	354	400	362	345	354	26	7.3
3-硝基苯胺	851	710	850	778	797	749	789	56	7.1
4-氯苯胺	355	381	366	397	343	388	372	21	5.6
2-萘胺	367	353	349	386	361	366	364	14	3.6
2,6-二甲基苯胺	385	398	384	396	396	395	392	6.3	1.6
3-氯苯胺	441	371	390	385	386	400	396	25	6.1
3,3’-二氯联苯胺	333	334	385	344	350	354	350	19	5.4
N-亚硝基二苯胺	261	265	270	274	261	266	266	5.1	1.9

附表 1-79　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	336	351	324	313	352	347	337	17	4.8
苯胺	356	368	347	334	369	380	359	17	4.7
4-甲基苯胺	348	352	341	328	363	384	353	20	5.4
2-甲氧基苯胺	322	337	320	316	340	346	330	13	3.8
3-甲基苯胺	397	415	405	383	422	433	409	19	4.4
2-甲基苯胺	339	354	349	330	357	363	349	13	3.6
2,4-二甲基苯胺	321	349	322	312	338	352	332	17	4.8
4-硝基苯胺	364	405	394	356	401	407	388	23	5.7
3-硝基苯胺	633	687	698	660	701	679	676	26	3.8
4-氯苯胺	339	354	334	328	362	370	348	17	4.8
2-萘胺	317	334	318	305	338	349	327	17	4.9
2,6-二甲基苯胺	291	296	287	278	298	308	293	11	3.6
3-氯苯胺	377	350	336	323	350	366	350	20	5.6
3,3’-二氯联苯胺	337	353	332	318	354	366	343	18	5.1
N-亚硝基二苯胺	278	296	268	258	285	290	279	15	5.1

附表 1-80　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	330	322	349	335	313	332	330	13	3.7
苯胺	254	260	277	254	264	253	260	9.2	3.6
4-甲基苯胺	422	439	438	419	434	410	427	12	2.7
2-甲氧基苯胺	394	382	378	381	379	389	384	6.3	1.6
3-甲基苯胺	277	276	279	262	270	261	271	7.7	2.8
2-甲基苯胺	447	453	448	419	427	438	438	14	3.1
2,4-二甲基苯胺	372	376	399	376	380	397	383	12	3.0
4-硝基苯胺	445	447	423	413	389	395	419	25	5.8

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	525	547	515	546	566	525	537	19	3.5
4-氯苯胺	366	373	394	381	376	409	383	16	4.1
2-萘胺	297	297	301	305	291	299	299	4.8	1.6
2,6-二甲基苯胺	430	396	406	412	417	437	416	16	3.6
3-氯苯胺	468	431	428	434	446	450	443	15	3.4
3,3’-二氯联苯胺	415	447	449	416	401	399	421	22	5.2
N-亚硝基二苯胺	344	370	369	372	359	370	364	11	3.0

附表 1-81　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	266	268	280	284	261	272	272	8.7	3.2
苯胺	321	324	329	346	330	325	329	9.0	2.7
4-甲基苯胺	283	281	281	279	288	294	284	5.7	2.0
2-甲氧基苯胺	264	267	273	269	274	281	271	5.9	2.2
3-甲基苯胺	341	362	351	357	358	380	358	13	3.6
2-甲基苯胺	300	295	325	327	314	318	313	13	4.2
2,4-二甲基苯胺	285	290	295	302	295	308	296	8.2	2.8
4-硝基苯胺	400	435	406	387	422	459	418	26	6.2
3-硝基苯胺	789	733	776	785	786	741	768	25	3.2
4-氯苯胺	287	290	291	292	283	301	291	6.1	2.1
2-萘胺	266	263	276	266	273	274	270	5.2	1.9
2,6-二甲基苯胺	295	282	300	309	305	297	298	9.4	3.2
3-氯苯胺	284	296	309	314	312	304	303	12	3.7
3,3’-二氯联苯胺	289	286	290	296	293	293	291	3.4	1.2
N-亚硝基二苯胺	294	298	303	315	309	320	307	9.9	3.2

附表 1-82～附表 1-87 为 6 家验证实验室对壤土加标低浓度样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-82　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	17.0	18.0	18.7	16.0	15.7	17.8	17.2	1.2	6.9
苯胺	20.9	19.8	19.0	19.5	20.4	19.5	19.9	0.7	3.4
4-甲基苯胺	17.9	18.2	20.0	18.6	19.7	19.6	19.0	0.9	4.6
2-甲氧基苯胺	20.8	20.4	22.5	21.5	21.8	22.3	21.5	0.8	3.9
3-甲基苯胺	18.1	18.8	19.1	19.0	19.3	19.3	18.9	0.4	2.3
2-甲基苯胺	20.0	19.4	18.9	19.6	20.0	20.1	19.7	0.5	2.4
2,4-二甲基苯胺	19.6	21.2	20.6	18.9	20.8	19.5	20.1	0.9	4.4
4-硝基苯胺	16.3	20.7	17.7	18.2	17.7	15.4	17.7	1.8	11
3-硝基苯胺	39.0	43.2	40.0	42.3	39.6	38.0	40.3	2.0	5.0
4-氯苯胺	20.5	20.4	19.8	20.1	18.8	17.7	19.6	1.1	5.6
2-萘胺	19.4	18.9	19.3	20.3	20.9	19.3	19.7	0.7	3.7
2,6-二甲基苯胺	20.8	21.3	18.2	14.9	20.5	21.2	19.5	2.5	13
3-氯苯胺	19.7	22.2	22.2	20.4	21.2	21.0	21.1	1.0	4.6
3,3’-二氯联苯胺	19.3	20.3	20.9	23.2	18.5	19.8	20.3	1.6	8.0
N-亚硝基二苯胺	20.6	21.1	17.8	19.9	18.0	18.8	19.4	1.4	7.1

附表 1-83　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	18.0	19.9	18.9	21.8	19.7	22.8	20.2	1.8	8.8
苯胺	19.0	20.2	20.1	20.2	20.7	20.4	20.1	0.6	2.8
4-甲基苯胺	15.2	15.7	16.3	17.3	16.7	17.3	16.4	0.8	5.1
2-甲氧基苯胺	15.9	17.7	18.7	19.2	18.1	18.7	18.0	1.2	6.5
3-甲基苯胺	17.5	18.9	18.9	20.8	19.8	19.6	19.2	1.1	5.7
2-甲基苯胺	14.6	13.8	14.9	15.2	15.2	15.7	14.9	0.6	4.3
2,4-二甲基苯胺	17.5	17.5	18.3	18.6	19.6	18.8	18.4	0.8	4.3
4-硝基苯胺	18.9	20.9	16.1	19.0	17.7	21.5	19.0	2.0	11

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	31.0	31.8	31.7	30.7	33.2	34.8	32.2	1.5	4.8
4-氯苯胺	14.9	16.7	16.3	17.5	17.3	17.4	16.7	1.0	5.9
2-萘胺	15.2	15.1	16.4	15.9	17.1	17.0	16.1	0.9	5.4
2,6-二甲基苯胺	16.4	17.5	17.3	17.7	18.6	18.1	17.6	0.7	4.2
3-氯苯胺	16.0	16.3	16.8	17.0	17.2	15.9	16.5	0.5	3.2
3,3’-二氯联苯胺	18.8	18.9	14.4	16.4	16.7	19.1	17.4	1.9	11
N-亚硝基二苯胺	17.0	17.2	17.5	19.8	17.4	17.0	17.7	1.1	6.1

附表 1-84　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	22.2	18.3	19.0	21.1	19.7	16.5	19.5	2.0	11
苯胺	19.1	18.4	18.8	18.3	18.9	17.8	18.5	0.5	2.5
4-甲基苯胺	18.7	17.6	19.5	22.1	18.1	18.0	19.0	1.6	8.7
2-甲氧基苯胺	19.8	19.7	19.8	19.6	19.7	19.7	19.7	0.1	0.4
3-甲基苯胺	20.6	18.2	20.9	25.9	18.7	19.8	20.7	2.8	14
2-甲基苯胺	18.5	18.3	20.9	15.7	19.1	19.0	18.6	1.7	9.1
2,4-二甲基苯胺	18.1	18.6	17.7	19.7	19.1	19.8	18.9	0.8	4.5
4-硝基苯胺	20.6	17.8	21.6	25.4	23.0	21.5	21.7	2.5	12
3-硝基苯胺	39.2	37.4	46.8	42.1	51.4	50.6	44.6	5.9	14
4-氯苯胺	19.9	20.5	18.9	20.9	20.8	22.8	20.6	1.3	6.4
2-萘胺	22.4	18.9	20.8	19.2	19.4	20.0	20.1	1.3	6.4
2,6-二甲基苯胺	17.8	14.6	21.1	20.0	20.8	19.5	19.0	2.4	13
3-氯苯胺	21.4	18.4	15.9	18.2	19.8	21.7	19.2	2.2	12
3,3’-二氯联苯胺	17.0	19.1	15.5	21.8	16.7	16.0	17.7	2.4	14
N-亚硝基二苯胺	15.3	15.8	14.8	14.8	15.3	16.0	15.3	0.5	3.5

附表 1-85　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	19.6	19.4	19.6	20.4	18.5	19.2	19.5	0.6	3.2
苯胺	22.1	21.2	20.2	19.9	20.7	20.6	20.8	0.8	3.8
4-甲基苯胺	21.0	21.0	19.4	19.7	21.0	19.7	20.3	0.8	3.8
2-甲氧基苯胺	21.4	20.7	19.5	19.9	20.0	19.6	20.2	0.7	3.6
3-甲基苯胺	25.7	24.3	22.5	24.2	24.3	23.8	24.1	1.0	4.3
2-甲基苯胺	21.2	20.8	19.9	20.5	20.4	20.4	20.5	0.4	2.1
2,4-二甲基苯胺	20.7	20.8	20.1	20.3	20.1	20.1	20.4	0.3	1.6
4-硝基苯胺	25.3	25.3	24.7	23.7	24.6	24.9	24.8	0.6	2.4
3-硝基苯胺	46.4	41.6	43.2	39.6	39.9	35.6	41.1	3.7	8.9
4-氯苯胺	21.3	22.4	20.5	19.8	21.0	20.7	21.0	0.9	4.2
2-萘胺	22.0	21.2	19.2	20.2	18.8	19.1	20.1	1.3	6.4
2,6-二甲基苯胺	23.2	20.2	20.6	21.2	19.2	19.3	20.6	1.5	7.2
3-氯苯胺	20.7	18.0	17.9	17.8	19.9	18.0	18.7	1.3	6.7
3,3’-二氯联苯胺	21.7	22.8	20.2	20.8	21.1	20.3	21.2	1.0	4.6
N-亚硝基二苯胺	16.8	17.0	15.1	15.7	15.8	15.7	16.0	0.7	4.6

附表 1-86　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	19.7	19.3	19.7	19.6	19.0	18.1	19.2	0.6	3.3
苯胺	14.8	14.8	14.4	14.4	14.5	14.1	14.5	0.3	1.8
4-甲基苯胺	22.6	24.1	20.3	23.5	21.7	19.7	22.0	1.7	7.9
2-甲氧基苯胺	17.5	18.7	20.5	18.0	19.2	16.8	18.4	1.3	7.1
3-甲基苯胺	15.8	15.9	15.7	15.4	15.3	15.0	15.5	0.3	2.3
2-甲基苯胺	15.8	17.9	19.6	16.0	17.8	16.8	17.3	1.4	8.2
2,4-二甲基苯胺	20.9	21.0	21.9	19.6	20.9	20.7	20.8	0.8	3.6
4-硝基苯胺	21.9	19.7	20.3	20.0	20.3	20.0	20.4	0.8	4.0

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	31.7	28.5	29.3	29.7	29.7	31.4	30.1	1.2	4.1
4-氯苯胺	19.8	20.0	20.9	18.6	20.7	20.0	20.0	0.8	4.2
2-萘胺	17.2	16.2	17.4	17.2	17.2	17.2	17.0	0.4	2.5
2,6-二甲基苯胺	18.6	18.2	20.5	17.5	18.5	19.2	18.7	1.0	5.3
3-氯苯胺	22.2	21.2	22.9	19.9	21.2	22.2	21.6	1.0	4.9
3,3’-二氯联苯胺	14.0	15.0	14.8	14.5	14.8	16.8	15.0	0.9	6.3
N-亚硝基二苯胺	18.6	18.4	19.2	19.0	17.8	19.1	18.7	0.5	2.8

附表 1-87　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	19.9	16.3	18.2	16.8	18.9	18.6	18.1	1.4	7.6
苯胺	16.4	15.8	16.3	16.4	16.6	16.0	16.3	0.3	1.9
4-甲基苯胺	16.1	15.9	15.8	15.3	15.8	15.4	15.7	0.3	2.1
2-甲氧基苯胺	15.0	14.3	14.5	14.4	15.2	15.4	14.8	0.5	3.0
3-甲基苯胺	17.4	17.0	17.9	17.1	17.8	17.6	17.5	0.4	2.2
2-甲基苯胺	16.4	16.9	17.1	17.6	17.7	17.3	17.2	0.5	2.7
2,4-二甲基苯胺	15.8	15.6	15.7	15.7	15.6	15.6	15.7	0.1	0.4
4-硝基苯胺	22.8	21.5	20.7	20.3	21.9	21.3	21.4	0.9	4.1
3-硝基苯胺	39.9	38.1	35.6	40.3	43.3	44.1	40.2	3.2	7.9
4-氯苯胺	15.5	15.5	15.0	15.5	15.2	15.3	15.3	0.2	1.4
2-萘胺	15.8	15.3	15.5	15.2	15.6	15.8	15.5	0.2	1.5
2,6-二甲基苯胺	15.6	14.4	14.9	15.1	13.6	13.5	14.5	0.9	5.9
3-氯苯胺	15.1	14.6	15.4	15.1	16.3	16.3	15.5	0.7	4.4
3,3’-二氯联苯胺	15.4	15.2	15.0	15.2	15.4	15.8	15.3	0.3	1.9
N-亚硝基二苯胺	15.2	14.5	14.7	15.0	15.4	15.3	15.0	0.3	2.2

附表 1-88～附表 1-93 为 6 家验证实验室对砂土加标高浓度样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-88 砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	381	343	357	348	375	373	363	16	4.3
苯胺	361	353	352	358	352	350	354	4.4	1.2
4-甲基苯胺	344	338	352	367	358	347	351	11	3.0
2-甲氧基苯胺	393	381	395	409	394	376	391	12	3.0
3-甲基苯胺	388	357	376	358	392	339	368	21	5.6
2-甲基苯胺	318	366	438	388	454	380	391	50	13
2,4-二甲基苯胺	374	367	352	356	395	344	365	19	5.0
4-硝基苯胺	411	409	370	363	391	359	384	23	6.0
3-硝基苯胺	722	720	711	771	763	741	738	25	3.4
4-氯苯胺	351	359	354	370	354	376	361	9.9	2.7
2-萘胺	368	402	348	378	381	368	374	18	4.8
2,6-二甲基苯胺	356	334	362	352	367	356	354	12	3.2
3-氯苯胺	382	383	386	398	392	386	388	5.9	1.5
3,3’-二氯联苯胺	328	309	318	333	364	312	327	21	6.2
N-亚硝基二苯胺	343	341	338	352	341	336	342	5.7	1.7

附表 1-89 砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	342	326	371	375	307	368	348	28	8.0
苯胺	348	323	332	352	326	394	346	27	7.6
4-甲基苯胺	331	287	321	358	303	372	329	33	9.9
2-甲氧基苯胺	332	286	309	327	289	355	316	27	8.5
3-甲基苯胺	369	368	371	381	346	379	369	13	3.4
2-甲基苯胺	257	226	247	267	206	278	247	27	11
2,4-二甲基苯胺	343	299	331	338	289	371	329	31	9.2
4-硝基苯胺	398	376	381	395	385	405	390	12	2.9

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	690	612	660	715	636	718	672	44	6.4
4-氯苯胺	278	260	278	292	231	326	277	32	12
2-萘胺	301	267	280	305	250	311	286	24	8.4
2,6-二甲基苯胺	338	293	322	346	306	349	326	23	7.0
3-氯苯胺	322	285	307	335	289	338	313	23	7.3
3,3'-二氯联苯胺	283	279	272	295	271	328	288	22	7.4
N-亚硝基二苯胺	322	292	311	347	294	348	319	25	7.7

附表 1-90　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	348	336	342	346	345	330	341	6.8	2.0
苯胺	360	369	354	371	371	364	365	6.9	1.9
4-甲基苯胺	335	348	360	342	336	326	341	12	3.5
2-甲氧基苯胺	358	367	363	361	364	365	363	3.1	0.8
3-甲基苯胺	344	347	356	355	346	345	349	5.3	1.5
2-甲基苯胺	360	361	371	369	360	358	363	5.6	1.5
2,4-二甲基苯胺	356	351	356	355	353	351	354	2.4	0.7
4-硝基苯胺	426	366	342	371	425	345	379	38	9.9
3-硝基苯胺	821	748	734	778	848	761	782	45	5.7
4-氯苯胺	365	361	398	408	387	374	382	19	4.8
2-萘胺	344	361	349	368	364	350	356	9.5	2.7
2,6-二甲基苯胺	366	398	414	381	402	373	389	19	4.8
3-氯苯胺	374	421	433	462	441	370	417	38	9.0
3,3'-二氯联苯胺	382	358	339	345	357	375	359	17	4.6
N-亚硝基二苯胺	261	265	270	282	291	264	272	12	4.4

附表 1-91　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	338	318	347	354	279	281	319	33	11
苯胺	376	340	408	402	322	331	363	38	11
4-甲基苯胺	367	329	384	382	308	315	347	35	9.8
2-甲氧基苯胺	329	293	355	343	275	288	314	33	11
3-甲基苯胺	442	396	463	457	378	386	420	38	9.0
2-甲基苯胺	394	347	391	388	326	335	363	31	8.5
2,4-二甲基苯胺	299	285	312	304	268	282	292	17	5.6
4-硝基苯胺	277	271	273	287	267	335	285	26	9.0
3-硝基苯胺	541	524	634	570	513	590	562	46	8.1
4-氯苯胺	332	314	370	346	316	326	334	21	6.3
2-萘胺	330	334	371	400	309	338	347	33	9.4
2,6-二甲基苯胺	289	272	316	298	263	280	286	19	6.7
3-氯苯胺	314	282	328	311	295	315	308	17	5.3
3,3’-二氯联苯胺	278	254	312	270	266	269	275	20	7.2
N-亚硝基二苯胺	254	257	315	255	253	287	270	26	9.5

附表 1-92　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	336	331	328	319	374	330	336	20	5.7
苯胺	261	252	268	263	275	274	266	8.5	3.2
4-甲基苯胺	397	402	419	429	425	349	403	30	7.4
2-甲氧基苯胺	386	378	413	380	387	353	383	20	5.0
3-甲基苯胺	265	286	277	283	258	312	280	19	6.8
2-甲基苯胺	417	409	393	385	418	351	396	26	6.4
2,4-二甲基苯胺	387	376	394	377	395	400	388	11	2.6
4-硝基苯胺	386	385	357	360	375	371	372	13	3.3

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	527	535	545	567	564	350	515	83	16
4-氯苯胺	364	375	353	351	378	361	364	12	3.1
2-萘胺	334	321	319	300	316	313	317	12	3.6
2,6-二甲基苯胺	350	345	355	359	377	317	351	20	5.7
3-氯苯胺	403	417	428	430	453	350	413	36	8.5
3,3'-二氯联苯胺	426	402	426	395	369	378	399	24	5.9
N-亚硝基二苯胺	358	363	382	386	383	368	373	12	3.2

附表 1-93　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	274	276	277	282	288	283	280	5.1	1.8
苯胺	274	267	271	276	275	291	276	8.1	3.0
4-甲基苯胺	302	294	299	301	286	280	294	9.1	3.1
2-甲氧基苯胺	277	276	282	285	285	277	280	4.2	1.5
3-甲基苯胺	310	298	301	304	310	301	304	5.2	1.7
2-甲基苯胺	299	302	299	332	325	311	311	15	4.5
2,4-二甲基苯胺	301	299	306	314	314	300	306	6.6	2.2
4-硝基苯胺	371	340	354	367	358	382	362	15	4.0
3-硝基苯胺	745	694	739	725	703	743	725	22	3.0
4-氯苯胺	290	286	284	294	287	280	287	4.9	1.7
2-萘胺	278	271	262	274	280	245	268	14	4.9
2,6-二甲基苯胺	299	310	295	280	300	314	300	12	4.0
3-氯苯胺	294	309	303	294	311	301	302	7.0	2.3
3,3'-二氯联苯胺	289	280	287	283	281	286	284	3.5	1.2
N-亚硝基二苯胺	307	295	306	303	309	313	305	6.3	2.1

附表 1-94～附表 1-99 为 6 家验证实验室对海洋沉积物加标低浓度样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-94　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	18.1	19.6	17.7	15.7	18.4	17.7	17.9	1.3	7.2
苯胺	21.7	21.2	18.5	20.1	19.3	19.4	20.1	1.2	6.2
4-甲基苯胺	18.9	18.9	19.9	18.9	19.0	19.5	19.2	0.4	2.2
2-甲氧基苯胺	21.3	21.2	21.0	21.3	21.5	21.6	21.3	0.2	1.1
3-甲基苯胺	17.8	19.0	17.3	18.4	20.6	20.3	18.9	1.3	7.0
2-甲基苯胺	20.0	21.4	18.2	20.0	18.8	20.9	19.9	1.2	6.0
2,4-二甲基苯胺	20.5	19.2	19.5	19.8	20.9	19.3	19.9	0.7	3.4
4-硝基苯胺	20.3	21.8	24.3	24.2	23.0	21.0	22.4	1.7	7.5
3-硝基苯胺	41.8	41.9	39.6	39.4	37.8	40.9	40.2	1.6	4.0
4-氯苯胺	21.0	18.3	20.3	19.2	19.6	18.7	19.5	1.0	5.1
2-萘胺	20.7	19.3	18.0	20.8	19.9	20.5	19.9	1.1	5.4
2,6-二甲基苯胺	20.2	19.7	21.7	20.4	19.5	14.8	19.4	2.4	13
3-氯苯胺	21.1	20.9	21.6	21.1	20.9	20.7	21.1	0.3	1.4
3,3’-二氯联苯胺	21.0	21.0	22.2	21.9	19.8	20.4	21.1	0.9	4.3
N-亚硝基二苯胺	18.7	18.9	18.2	20.0	20.3	19.6	19.3	0.8	4.3

附表 1-95　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	19.4	19.0	21.1	22.0	24.3	18.0	20.6	2.3	12
苯胺	19.3	20.6	18.4	19.6	20.8	20.2	19.8	0.9	4.6
4-甲基苯胺	15.8	17.4	17.6	16.0	17.8	16.0	16.8	0.9	5.5
2-甲氧基苯胺	16.9	17.8	17.6	18.2	18.8	17.5	17.8	0.6	3.6
3-甲基苯胺	18.9	21.2	21.7	20.0	21.7	20.8	20.7	1.1	5.3
2-甲基苯胺	13.4	14.1	14.8	14.2	15.0	14.3	14.3	0.6	3.9
2,4-二甲基苯胺	17.6	18.0	17.1	18.4	18.7	18.9	18.1	0.7	3.8
4-硝基苯胺	16.7	19.1	19.4	16.3	19.7	18.5	18.3	1.4	7.8

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	32.6	34.5	33.1	32.7	33.3	33.0	33.2	0.7	2.1
4-氯苯胺	16.5	16.7	17.1	16.7	17.1	17.0	16.8	0.2	1.4
2-萘胺	15.1	16.4	16.8	15.4	16.9	16.2	16.1	0.7	4.6
2,6-二甲基苯胺	17.0	17.9	16.6	17.1	18.6	17.6	17.5	0.7	4.1
3-氯苯胺	15.8	16.8	16.3	17.3	16.2	17.6	16.7	0.7	4.2
3,3’-二氯联苯胺	16.5	17.6	16.2	15.7	19.0	16.0	16.8	1.3	7.5
N-亚硝基二苯胺	17.4	16.1	16.8	15.9	20.0	18.4	17.4	1.5	8.8

附表 1-96　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	17.3	20.9	17.7	17.1	20.5	19.7	18.8	1.7	9.0
苯胺	19.0	19.3	18.7	18.6	17.2	18.5	18.5	0.7	3.7
4-甲基苯胺	21.2	19.6	24.2	18.3	21.6	18.8	20.6	2.2	11
2-甲氧基苯胺	20.2	20.2	20.0	20.8	20.3	19.9	20.2	0.3	1.6
3-甲基苯胺	19.0	16.5	18.5	19.6	18.1	17.6	18.2	1.1	6.1
2-甲基苯胺	16.8	15.8	17.4	19.4	16.2	18.3	17.3	1.3	7.8
2,4-二甲基苯胺	18.1	18.7	16.7	19.7	19.8	19.4	18.7	1.2	6.3
4-硝基苯胺	20.0	22.0	21.3	21.4	22.6	22.9	21.7	1.0	4.8
3-硝基苯胺	43.3	41.0	40.4	43.8	31.9	38.5	39.8	4.4	11
4-氯苯胺	21.1	20.2	19.2	23.8	19.7	19.3	20.5	1.7	8.4
2-萘胺	20.1	19.9	19.0	20.4	20.5	19.7	19.9	0.6	2.8
2,6-二甲基苯胺	17.3	15.7	19.9	16.4	16.5	17.5	17.3	1.5	8.5
3-氯苯胺	20.7	19.0	18.6	21.2	22.4	19.2	20.2	1.5	7.3
3,3’-二氯联苯胺	21.9	16.5	16.4	18.5	20.6	15.6	18.2	2.5	14
N-亚硝基二苯胺	15.2	15.4	14.6	14.0	15.5	15.8	15.1	0.6	4.2

附表 1-97　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	16.1	19.1	17.6	16.6	18.8	14.8	17.2	1.7	9.7
苯胺	17.7	18.4	21.1	18.2	16.2	16.2	18.0	1.8	9.9
4-甲基苯胺	16.4	18.3	18.5	16.5	15.2	14.8	16.6	1.5	9.2
2-甲氧基苯胺	21.1	21.3	23.6	19.4	18.5	17.4	20.2	2.2	11
3-甲基苯胺	20.4	20.5	23.2	19.8	20.8	21.2	21.0	1.2	5.6
2-甲基苯胺	16.8	17.4	20.3	17.4	16.0	14.8	17.1	1.8	11
2,4-二甲基苯胺	16.1	15.5	18.4	16.4	14.3	14.4	15.8	1.5	9.6
4-硝基苯胺	25.2	22.3	25.3	21.1	21.5	21.1	22.7	2.0	8.8
3-硝基苯胺	33.9	31.7	35.4	31.0	28.6	29.0	31.6	2.7	8.5
4-氯苯胺	16.5	15.9	17.4	14.8	14.3	14.0	15.5	1.3	8.6
2-萘胺	16.9	16.5	17.0	15.9	14.2	14.3	15.8	1.3	8.0
2,6-二甲基苯胺	18.0	17.4	19.1	16.7	15.3	15.5	17.0	1.5	8.7
3-氯苯胺	16.7	17.8	18.0	16.7	15.3	14.2	16.5	1.5	8.9
3,3’-二氯联苯胺	20.5	18.3	18.7	17.1	16.1	16.3	17.8	1.7	9.4
N-亚硝基二苯胺	17.8	14.9	17.9	14.8	16.0	14.5	16.0	1.5	9.5

附表 1-98　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	16.5	19.4	19.2	20.0	19.0	18.2	18.7	1.2	6.5
苯胺	15.1	14.7	14.8	14.2	15.3	14.3	14.7	0.4	3.0
4-甲基苯胺	21.3	18.8	17.9	18.7	18.8	17.9	18.9	1.2	6.6
2-甲氧基苯胺	21.0	20.8	17.7	19.1	20.9	17.3	19.5	1.7	8.6
3-甲基苯胺	14.9	15.1	14.2	15.2	14.6	14.4	14.7	0.4	2.5
2-甲基苯胺	17.2	17.0	15.3	15.9	17.0	16.6	16.5	0.7	4.5
2,4-二甲基苯胺	20.3	19.7	18.7	18.2	20.2	19.1	19.4	0.8	4.3
4-硝基苯胺	25.5	22.3	22.3	21.4	21.7	22.9	22.7	1.5	6.5

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	28.9	28.2	31.3	27.7	28.9	28.8	29.0	1.2	4.2
4-氯苯胺	21.1	21.3	20.3	18.6	19.9	21.4	20.4	1.1	5.3
2-萘胺	15.8	15.7	15.4	15.2	16.5	16.2	15.8	0.5	3.1
2,6-二甲基苯胺	16.7	18.6	17.1	16.0	18.3	18.2	17.5	1.1	6.0
3-氯苯胺	22.5	22.5	18.8	21.8	21.2	20.6	21.2	1.4	6.6
3,3’-二氯联苯胺	14.7	15.0	15.4	15.6	14.9	15.4	15.2	0.3	2.2
N-亚硝基二苯胺	16.0	17.6	16.6	15.9	15.1	16.8	16.3	0.9	5.3

附表 1-99　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	18.4	17.1	18.2	17.0	17.7	15.6	17.3	1.0	5.8
苯胺	17.3	16.2	16.3	16.2	16.1	16.5	16.4	0.5	2.8
4-甲基苯胺	16.1	16.1	17.1	16.6	16.3	16.7	16.5	0.4	2.3
2-甲氧基苯胺	13.3	13.4	14.1	13.8	13.7	13.4	13.6	0.3	2.3
3-甲基苯胺	13.6	14.1	13.9	13.5	14.2	13.7	13.8	0.3	2.0
2-甲基苯胺	17.4	16.6	17.7	16.1	17.8	17.5	17.2	0.7	3.9
2,4-二甲基苯胺	17.8	17.8	17.5	16.8	17.6	18.0	17.6	0.4	2.5
4-硝基苯胺	20.7	18.6	17.8	18.2	19.2	20.7	19.2	1.2	6.5
3-硝基苯胺	34.0	42.5	41.9	34.0	37.2	40.2	38.3	3.8	9.9
4-氯苯胺	16.0	15.4	16.7	15.5	15.9	16.3	16.0	0.5	3.3
2-萘胺	16.2	16.3	17.0	15.7	16.2	16.7	16.4	0.4	2.7
2,6-二甲基苯胺	12.6	14.2	15.0	13.8	15.7	15.0	14.4	1.1	7.6
3-氯苯胺	15.9	16.0	16.6	15.8	16.0	16.7	16.2	0.4	2.4
3,3’-二氯联苯胺	16.1	15.9	16.3	15.1	15.2	15.8	15.7	0.5	3.1
N-亚硝基二苯胺	16.5	16.4	16.4	16.2	16.7	16.3	16.4	0.2	1.1

附表 1-100～附表 1-105 为 6 家验证实验室对河流沉积物加标中等浓度样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-100　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	137	143	177	168	151	191	161	21	13
苯胺	176	175	178	177	171	175	175	2.4	1.4
4-甲基苯胺	147	152	157	152	162	150	153	5.2	3.4
2-甲氧基苯胺	160	164	172	163	172	160	165	5.4	3.3
3-甲基苯胺	163	160	146	179	144	183	163	17	9.9
2-甲基苯胺	165	168	163	166	158	176	166	6.0	3.6
2,4-二甲基苯胺	150	147	148	153	147	143	148	3.4	2.3
4-硝基苯胺	163	158	160	158	155	154	158	3.4	2.2
3-硝基苯胺	299	304	302	298	299	307	301	3.5	1.2
4-氯苯胺	155	153	155	150	151	154	153	2.2	1.4
2-萘胺	169	168	171	163	166	170	168	2.7	1.6
2,6-二甲基苯胺	133	146	154	136	139	148	143	8.2	5.7
3-氯苯胺	176	180	183	177	171	175	177	4.1	2.3
3,3’-二氯联苯胺	174	174	177	171	168	169	172	3.4	2.0
N-亚硝基二苯胺	173	174	172	168	169	169	171	2.7	1.6

附表 1-101　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	217	213	200	216	211	219	213	6.9	3.3
苯胺	213	210	189	209	218	218	210	11	5.3
4-甲基苯胺	192	187	165	186	187	186	184	9.4	5.1
2-甲氧基苯胺	215	199	163	213	212	202	201	20	9.7
3-甲基苯胺	205	202	189	219	207	215	206	11	5.1
2-甲基苯胺	148	144	129	147	145	140	142	7.0	4.9
2,4-二甲基苯胺	212	204	174	200	207	204	200	14	6.7
4-硝基苯胺	213	247	203	197	167	172	200	30	15

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	387	367	322	403	380	383	374	28	7.4
4-氯苯胺	187	180	152	192	190	176	180	15	8.1
2-萘胺	187	168	146	176	180	179	173	15	8.3
2,6-二甲基苯胺	214	189	170	196	202	195	194	15	7.5
3-氯苯胺	208	178	165	194	190	189	187	15	7.9
3,3'-二氯联苯胺	218	209	163	212	200	202	201	20	9.7
N-亚硝基二苯胺	207	187	156	196	201	194	190	18	9.4

附表 1-102　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD（%）
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	194	182	199	193	193	181	190	7.1	3.7
苯胺	199	196	189	187	197	187	193	5.3	2.8
4-甲基苯胺	177	186	189	178	182	185	183	4.8	2.6
2-甲氧基苯胺	193	198	192	199	198	194	196	2.9	1.5
3-甲基苯胺	194	199	194	193	189	198	194	3.5	1.8
2-甲基苯胺	199	199	199	192	194	201	197	3.5	1.8
2,4-二甲基苯胺	188	194	190	188	184	187	189	3.4	1.8
4-硝基苯胺	254	224	212	218	239	215	227	17	7.2
3-硝基苯胺	441	434	378	452	375	442	420	35	8.2
4-氯苯胺	213	191	203	189	204	213	202	11	5.1
2-萘胺	200	189	193	185	182	193	190	6.3	3.3
2,6-二甲基苯胺	207	193	202	201	204	193	200	5.6	2.8
3-氯苯胺	204	221	236	203	216	196	213	15	6.8
3,3'-二氯联苯胺	220	200	210	197	219	186	205	14	6.5
N-亚硝基二苯胺	160	159	154	151	154	149	155	4.3	2.8

附表 1-103　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	140	158	147	143	170	163	153	12	7.7
苯胺	212	181	181	184	173	197	188	15	7.5
4-甲基苯胺	171	146	150	148	145	160	153	11	6.8
2-甲氧基苯胺	179	156	157	149	152	166	160	11	6.9
3-甲基苯胺	222	196	195	196	188	208	201	13	6.0
2-甲基苯胺	202	179	175	171	170	187	181	13	6.7
2,4-二甲基苯胺	181	150	146	142	141	155	153	15	9.7
4-硝基苯胺	205	176	174	177	167	190	182	14	7.6
3-硝基苯胺	362	302	298	306	303	346	319	28	8.6
4-氯苯胺	191	159	166	154	162	181	169	15	8.3
2-萘胺	160	149	146	143	149	158	151	6.7	4.5
2,6-二甲基苯胺	191	166	163	161	156	171	168	13	7.4
3-氯苯胺	191	166	165	162	172	182	173	12	6.4
3,3’-二氯联苯胺	188	157	158	149	160	175	164	15	8.7
N-亚硝基二苯胺	179	149	152	141	153	160	156	14	8.4

附表 1-104　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	177	169	163	168	174	163	169	5.8	3.4
苯胺	141	143	153	145	146	155	147	5.6	3.8
4-甲基苯胺	180	175	179	173	184	171	177	4.9	2.8
2-甲氧基苯胺	195	182	170	190	184	172	182	9.8	5.4
3-甲基苯胺	153	148	141	157	154	142	149	6.4	4.3
2-甲基苯胺	208	201	204	209	188	211	203	8.3	4.1
2,4-二甲基苯胺	181	192	183	186	199	180	187	7.4	4.0
4-硝基苯胺	161	171	172	153	166	179	167	9.4	5.6

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	282	305	288	280	281	285	287	9.4	3.3
4-氯苯胺	193	199	180	189	204	172	190	12	6.3
2-萘胺	168	158	148	158	160	143	156	8.9	5.7
2,6-二甲基苯胺	181	180	167	173	183	165	175	7.5	4.3
3-氯苯胺	211	235	227	224	237	229	227	9.3	4.1
3,3’-二氯联苯胺	216	210	207	230	228	224	219	9.4	4.3
N-亚硝基二苯胺	206	214	207	214	221	205	211	6.3	3.0

附表 1-105　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的精密度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	标准偏差 S_i(μg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	193	194	187	187	192	191	191	3.2	1.7
苯胺	212	204	196	189	185	186	195	11	5.6
4-甲基苯胺	188	186	185	187	188	176	185	4.8	2.6
2-甲氧基苯胺	144	137	159	159	145	140	147	9.4	6.4
3-甲基苯胺	158	159	176	169	156	156	162	8.3	5.1
2-甲基苯胺	193	187	181	189	179	187	186	5.2	2.8
2,4-二甲基苯胺	181	186	175	185	178	181	181	4.2	2.3
4-硝基苯胺	195	200	197	176	174	177	187	12	6.4
3-硝基苯胺	377	409	457	418	431	395	414	28	6.8
4-氯苯胺	190	181	178	177	181	176	181	5.1	2.8
2-萘胺	180	172	178	181	172	172	176	4.1	2.3
2,6-二甲基苯胺	186	177	154	170	164	163	169	12	6.7
3-氯苯胺	184	178	170	174	180	176	177	5.1	2.9
3,3’-二氯联苯胺	179	179	170	173	176	176	176	3.6	2.1
N-亚硝基二苯胺	192	189	186	187	188	186	188	2.4	1.3

1.4 方法准确度测试数据

1.4.1 采用 4 种内标物定量的方法准确度测试数据

附表 1-106～附表 1-111 为 6 家验证实验室对低浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的准确度测试数据。

附表 1-106　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	18.2	18.1	17.3	18.4	16.1	17.5	17.6	20.0	88.1
苯胺	0.0	22.0	19.2	21.0	19.2	21.5	20.2	20.5	20.0	103
4-甲基苯胺	0.0	21.0	20.6	20.8	19.6	21.1	18.6	20.3	20.0	101
2-甲氧基苯胺	0.0	16.5	21.2	21.0	20.6	20.2	20.0	19.9	20.0	99.5
3-甲基苯胺	0.0	15.8	20.9	15.7	19.4	21.5	20.6	19.0	20.0	94.9
2-甲基苯胺	0.0	20.2	20.0	20.5	18.8	19.2	18.7	19.6	20.0	97.8
2,4-二甲基苯胺	0.0	18.8	22.0	22.6	18.8	20.8	18.8	20.3	20.0	101
4-硝基苯胺	0.0	16.4	16.7	16.3	16.1	17.0	15.3	16.3	20.0	81.5
3-硝基苯胺	0.0	40.7	36.6	37.3	36.9	41.9	40.1	38.9	40.0	97.3
4-氯苯胺	0.0	22.1	22.1	19.3	21.5	21.7	20.9	21.3	20.0	106
2-萘胺	0.0	21.1	18.7	20.0	18.0	19.0	20.2	19.5	20.0	97.5
2,6-二甲基苯胺	0.0	22.6	22.1	19.7	21.1	20.2	19.1	20.8	20.0	104
3-氯苯胺	0.0	21.5	21.7	20.7	20.2	20.8	21.7	21.1	20.0	105
3,3’-二氯联苯胺	0.0	20.3	19.3	18.2	20.9	20.3	20.0	19.8	20.0	99.2
N-亚硝基二苯胺	0.0	19.0	16.8	18.9	19.0	19.0	18.0	18.5	20.0	92.3

附表 1-107　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	18.2	22.2	21.0	17.9	21.2	17.9	19.7	20.0	98.6
苯胺	0.0	19.9	22.1	20.4	19.1	21.2	23.2	21.0	20.0	105
4-甲基苯胺	0.0	18.0	20.8	19.3	17.3	19.1	21.2	19.3	20.0	96.4
2-甲氧基苯胺	0.0	19.0	21.8	21.0	17.9	19.3	22.0	20.2	20.0	101
3-甲基苯胺	0.0	18.1	21.4	18.8	16.9	19.5	20.8	19.2	20.0	96.2
2-甲基苯胺	0.0	17.4	21.5	17.6	17.0	19.0	20.2	18.8	20.0	93.9

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
2,4-二甲基苯胺	0.0	18.5	21.3	19.6	17.5	19.4	19.8	19.4	20.0	96.8
4-硝基苯胺	0.0	18.3	22.7	20.4	18.4	21.1	22.0	20.5	20.0	102
3-硝基苯胺	0.0	38.4	39.0	37.3	32.5	41.4	41.6	38.4	40.0	96.0
4-氯苯胺	0.0	17.8	20.6	20.1	16.8	19.4	20.5	19.2	20.0	96.1
2-萘胺	0.0	15.8	17.8	15.4	13.8	16.2	16.7	15.9	20.0	79.7
2,6-二甲基苯胺	0.0	18.2	19.5	19.4	18.3	19.6	21.1	19.3	20.0	96.7
3-氯苯胺	0.0	17.4	19.2	17.6	15.8	17.1	19.3	17.7	20.0	88.7
3,3’-二氯联苯胺	0.0	16.2	18.0	17.7	17.6	14.4	17.4	16.9	20.0	84.4
N-亚硝基二苯胺	0.0	15.7	19.9	17.5	15.6	18.1	19.9	17.8	20.0	88.9

附表 1-108　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	21.2	20.8	20.9	16.4	19.6	17.2	19.4	20.0	96.8
苯胺	0.0	19.7	17.2	18.2	19.4	17.7	17.3	18.2	20.0	91.2
4-甲基苯胺	0.0	20.7	15.5	17.7	15.8	16.0	15.6	16.9	20.0	84.4
2-甲氧基苯胺	0.0	15.6	16.1	18.7	18.0	16.4	16.1	16.8	20.0	84.2
3-甲基苯胺	0.0	15.1	18.1	15.2	14.6	15.7	18.5	16.2	20.0	81.0
2-甲基苯胺	0.0	15.1	14.1	18.0	15.1	15.4	16.4	15.7	20.0	78.3
2,4-二甲基苯胺	0.0	19.3	15.4	17.2	14.8	14.7	16.5	16.3	20.0	81.5
4-硝基苯胺	0.0	15.6	17.9	22.7	16.4	18.1	16.9	17.9	20.0	89.7
3-硝基苯胺	0.0	48.9	43.8	51.1	48.2	39.6	49.4	46.8	40.0	117
4-氯苯胺	0.0	22.2	20.9	25.0	21.9	25.3	23.0	23.1	20.0	115
2-萘胺	0.0	21.5	19.6	25.1	20.5	19.5	21.1	21.2	20.0	106
2,6-二甲基苯胺	0.0	19.1	17.4	20.4	21.3	19.5	18.6	19.4	20.0	96.9
3-氯苯胺	0.0	16.3	15.4	22.4	21.4	19.6	20.2	19.2	20.0	96.1
3,3’-二氯联苯胺	0.0	14.9	15.7	16.6	18.5	16.8	15.9	16.4	20.0	82.0
N-亚硝基二苯胺	0.0	16.0	17.6	15.7	16.3	14.9	15.3	16.0	20.0	79.8

附表 1-109　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	22.1	21.1	22.4	21.9	21.0	21.6	21.7	20.0	108
苯胺	0.0	25.5	23.0	22.3	22.7	22.8	23.7	23.3	20.0	117
4-甲基苯胺	0.0	25.6	24.9	25.1	25.5	25.9	25.6	25.4	20.0	127
2-甲氧基苯胺	0.0	25.6	25.4	24.5	25.3	25.4	24.8	25.2	20.0	126
3-甲基苯胺	0.0	24.3	24.3	25.1	24.9	24.6	25.0	24.7	20.0	123
2-甲基苯胺	0.0	23.8	23.6	23.1	25.1	23.8	23.7	23.9	20.0	119
2,4-二甲基苯胺	0.0	25.0	24.5	25.6	24.4	25.5	25.6	25.1	20.0	126
4-硝基苯胺	0.0	24.2	23.0	22.7	24.9	23.7	24.0	23.7	20.0	119
3-硝基苯胺	0.0	44.4	39.2	43.6	42.4	42.0	45.6	42.9	40.0	107
4-氯苯胺	0.0	23.2	21.4	23.8	25.6	23.4	25.1	23.8	20.0	119
2-萘胺	0.0	21.3	23.0	23.2	23.8	24.0	22.8	23.0	20.0	115
2,6-二甲基苯胺	0.0	25.0	24.6	25.4	25.6	24.9	25.0	25.1	20.0	125
3-氯苯胺	0.0	24.0	25.5	21.1	25.6	24.5	21.2	23.7	20.0	118
3,3’-二氯联苯胺	0.0	22.7	21.5	22.4	24.3	23.8	22.6	22.9	20.0	114
N-亚硝基二苯胺	0.0	18.8	19.0	18.4	20.0	19.1	19.6	19.2	20.0	95.8

附表 1-110　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	19.7	19.4	19.7	19.5	19.5	19.0	19.5	20.0	97.5
苯胺	0.0	15.2	15.4	14.9	15.0	15.4	15.2	15.2	20.0	76.0
4-甲基苯胺	0.0	14.4	14.7	14.9	14.6	14.4	14.7	14.6	20.0	73.0
2-甲氧基苯胺	0.0	14.3	15.2	14.3	14.9	14.5	14.9	14.7	20.0	73.5
3-甲基苯胺	0.0	14.9	15.2	15.0	15.1	15.2	15.6	15.2	20.0	76.0
2-甲基苯胺	0.0	14.7	15.1	15.1	15.2	15.6	15.3	15.2	20.0	76.0
2,4-二甲基苯胺	0.0	17.3	18.6	18.7	19.4	17.2	17.3	18.1	20.0	90.5
4-硝基苯胺	0.0	20.6	21.0	21.6	21.9	21.0	20.9	21.2	20.0	106

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	29.7	28.7	28.2	28.5	27.3	30.4	28.8	40.0	72.0
4-氯苯胺	0.0	22.5	25.8	24.6	25.1	24.7	25.0	24.6	20.0	123
2-萘胺	0.0	24.6	24.4	23.6	24.4	24.6	24.8	24.4	20.0	122
2,6-二甲基苯胺	0.0	25.1	25.6	25.1	25.2	24.2	23.7	24.8	20.0	124
3-氯苯胺	0.0	24.6	24.9	24.2	22.2	22.8	23.1	23.6	20.0	118
3,3'-二氯联苯胺	0.0	14.9	14.3	13.7	14.3	14.5	14.5	14.4	20.0	72.0
N-亚硝基二苯胺	0.0	17.1	16.6	17.6	17.0	18.7	18.6	17.6	20.0	88.0

附表 1-111　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	18.8	19.4	17.5	18.7	19.3	17.1	18.5	20.0	92.4
苯胺	0.0	15.9	15.5	16.1	16.5	16.8	15.5	16.0	20.0	80.1
4-甲基苯胺	0.0	19.5	18.7	17.6	19.4	18.7	19.7	19.0	20.0	94.8
2-甲氧基苯胺	0.0	20.1	20.3	19.5	20.5	21.2	21.1	20.5	20.0	103
3-甲基苯胺	0.0	19.6	19.5	18.6	19.2	20.0	18.7	19.3	20.0	96.3
2-甲基苯胺	0.0	20.0	17.8	19.2	21.5	19.7	20.1	19.7	20.0	98.5
2,4-二甲基苯胺	0.0	20.7	20.5	19.8	22.0	23.0	22.1	21.4	20.0	107
4-硝基苯胺	0.0	21.3	23.4	20.0	23.2	23.2	20.5	21.9	20.0	110
3-硝基苯胺	0.0	38.8	43.8	44.3	41.6	43.3	46.5	43.1	40.0	108
4-氯苯胺	0.0	18.5	18.6	18.1	18.6	19.5	18.6	18.6	20.0	93.2
2-萘胺	0.0	19.6	20.7	17.7	18.6	20.0	18.5	19.2	20.0	96.0
2,6-二甲基苯胺	0.0	18.5	20.0	19.1	20.8	20.3	20.4	19.8	20.0	99.2
3-氯苯胺	0.0	20.0	19.2	20.8	20.8	20.8	21.1	20.4	20.0	103
3,3'-二氯联苯胺	0.0	15.4	15.1	14.4	15.0	15.5	14.6	15.0	20.0	75.0
N-亚硝基二苯胺	0.0	15.1	15.2	14.3	15.1	15.8	14.7	15.0	20.0	75.2

附表 1-112～附表 1-117 为 6 家验证实验室对中等浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的准确度测试数据。

附表 1-112　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	169	163	178	193	167	157	171	200	85.6
苯胺	0.0	188	177	180	176	176	174	179	200	89.3
4-甲基苯胺	0.0	194	186	181	179	179	180	183	200	91.7
2-甲氧基苯胺	0.0	162	165	163	160	159	161	162	200	80.8
3-甲基苯胺	0.0	235	201	196	186	196	189	201	200	100
2-甲基苯胺	0.0	188	198	190	174	178	181	185	200	92.5
2,4-二甲基苯胺	0.0	185	167	160	142	150	141	158	200	78.8
4-硝基苯胺	0.0	181	179	181	182	181	181	181	200	90.4
3-硝基苯胺	0.0	392	385	375	392	399	396	390	400	97.4
4-氯苯胺	0.0	195	187	180	180	182	182	184	200	92.1
2-萘胺	0.0	195	183	180	187	186	187	186	200	93.2
2,6-二甲基苯胺	0.0	178	159	161	156	156	145	159	200	79.6
3-氯苯胺	0.0	190	182	176	175	176	178	179	200	89.7
3,3’-二氯联苯胺	0.0	176	180	170	171	170	173	173	200	86.7
N-亚硝基二苯胺	0.0	172	171	170	167	173	168	170	200	85.2

附表 1-113　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	212	225	207	194	178	181	200	200	99.8
苯胺	0.0	231	245	221	220	200	203	220	200	110
4-甲基苯胺	0.0	248	261	247	234	202	214	234	200	117
2-甲氧基苯胺	0.0	247	254	242	229	206	208	231	200	115
3-甲基苯胺	0.0	241	251	217	217	195	196	219	200	110
2-甲基苯胺	0.0	195	225	193	191	159	157	187	200	93.4
2,4-二甲基苯胺	0.0	234	251	241	213	202	214	226	200	113
4-硝基苯胺	0.0	213	247	203	197	167	172	200	200	99.9

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	488	485	498	474	461	502	485	400	121
4-氯苯胺	0.0	242	257	228	222	195	202	224	200	112
2-萘胺	0.0	247	248	229	201	194	188	218	200	109
2,6-二甲基苯胺	0.0	230	246	231	246	217	227	233	200	116
3-氯苯胺	0.0	245	255	228	223	201	205	226	200	113
3,3’-二氯联苯胺	0.0	219	231	211	188	167	181	200	200	99.8
N-亚硝基二苯胺	0.0	227	248	224	207	192	193	215	200	108

附表 1-114　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	190	181	173	169	184	183	180	200	90.1
苯胺	0.0	175	196	192	189	193	189	189	200	94.5
4-甲基苯胺	0.0	168	154	160	158	152	163	159	200	79.6
2-甲氧基苯胺	0.0	162	169	197	183	161	180	175	200	87.6
3-甲基苯胺	0.0	167	175	191	184	168	179	177	200	88.7
2-甲基苯胺	0.0	171	180	196	187	172	184	182	200	90.9
2,4-二甲基苯胺	0.0	143	150	167	160	144	160	154	200	77.1
4-硝基苯胺	0.0	180	195	229	205	179	200	198	200	98.9
3-硝基苯胺	0.0	391	473	460	426	414	449	436	400	109
4-氯苯胺	0.0	200	222	243	223	192	216	216	200	108
2-萘胺	0.0	179	194	215	188	181	198	193	200	96.3
2,6-二甲基苯胺	0.0	183	203	229	197	189	206	201	200	101
3-氯苯胺	0.0	185	232	219	255	178	209	213	200	107
3,3’-二氯联苯胺	0.0	184	175	184	171	185	185	181	200	90.4
N-亚硝基二苯胺	0.0	147	155	147	155	156	148	151	200	75.7

附表 1-115　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	190	167	202	204	174	206	191	200	95.3
苯胺	0.0	236	194	235	215	250	240	228	200	114
4-甲基苯胺	0.0	259	212	258	251	244	238	244	200	122
2-甲氧基苯胺	0.0	244	206	258	256	238	239	240	200	120
3-甲基苯胺	0.0	254	207	269	246	238	234	241	200	121
2-甲基苯胺	0.0	245	202	266	239	229	237	236	200	118
2,4-二甲基苯胺	0.0	262	225	294	254	241	259	256	200	128
4-硝基苯胺	0.0	247	198	222	239	212	200	220	200	110
3-硝基苯胺	0.0	468	374	464	448	408	386	425	400	106
4-氯苯胺	0.0	220	183	244	231	209	209	216	200	108
2-萘胺	0.0	248	204	241	232	222	210	226	200	113
2,6-二甲基苯胺	0.0	256	229	269	251	248	247	250	200	125
3-氯苯胺	0.0	243	197	239	251	226	230	231	200	116
3,3’-二氯联苯胺	0.0	218	172	210	186	208	206	200	200	100
N-亚硝基二苯胺	0.0	181	162	184	176	162	184	175	200	87.4

附表 1-116　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	151	161	152	171	163	161	160	200	80.0
苯胺	0.0	159	151	142	144	141	140	146	200	73.0
4-甲基苯胺	0.0	159	160	157	153	145	150	154	200	77.0
2-甲氧基苯胺	0.0	154	158	148	154	153	159	154	200	77.0
3-甲基苯胺	0.0	155	148	150	154	146	146	150	200	75.0
2-甲基苯胺	0.0	175	163	157	156	155	149	159	200	79.5
2,4-二甲基苯胺	0.0	189	189	182	189	162	163	179	200	89.5
4-硝基苯胺	0.0	236	227	228	214	204	211	220	200	110

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	316	286	296	304	301	294	300	400	75.0
4-氯苯胺	0.0	242	220	233	237	244	223	233	200	117
2-萘胺	0.0	246	231	226	232	231	240	234	200	117
2,6-二甲基苯胺	0.0	233	237	235	237	229	221	232	200	116
3-氯苯胺	0.0	244	222	245	244	237	239	238	200	119
3,3’-二氯联苯胺	0.0	221	216	226	221	234	212	222	200	111
N-亚硝基二苯胺	0.0	185	197	201	192	195	205	196	200	98.0

附表 1-117　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	182	177	178	174	170	176	176	200	88.2
苯胺	0.0	195	181	191	184	177	183	185	200	92.6
4-甲基苯胺	0.0	186	187	165	168	186	183	179	200	89.5
2-甲氧基苯胺	0.0	187	185	170	170	192	188	182	200	91.0
3-甲基苯胺	0.0	206	203	226	222	198	217	212	200	107
2-甲基苯胺	0.0	186	189	188	182	193	194	189	200	94.4
2,4-二甲基苯胺	0.0	197	219	209	205	231	221	214	200	107
4-硝基苯胺	0.0	231	227	205	197	235	232	221	200	111
3-硝基苯胺	0.0	443	417	440	429	436	409	429	400	108
4-氯苯胺	0.0	192	194	186	182	203	204	194	200	96.8
2-萘胺	0.0	195	199	187	184	203	194	194	200	96.9
2,6-二甲基苯胺	0.0	186	203	200	196	227	205	203	200	102
3-氯苯胺	0.0	198	208	202	193	216	215	205	200	103
3,3’-二氯联苯胺	0.0	176	179	171	164	166	166	171	200	85.3
N-亚硝基二苯胺	0.0	177	172	167	160	163	163	167	200	83.5

附表 1-118～附表 1-123 为 6 家验证实验室对高浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的准确度测试数据。

附表 1-118　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	355	394	348	333	357	337	354	360	98.3
苯胺	0.0	361	351	337	353	361	360	354	360	98.3
4-甲基苯胺	0.0	405	395	396	404	401	415	403	360	112
2-甲氧基苯胺	0.0	404	390	380	396	388	400	393	360	109
3-甲基苯胺	0.0	384	420	355	370	354	317	367	360	102
2-甲基苯胺	0.0	346	403	320	369	414	392	374	360	104
2,4-二甲基苯胺	0.0	352	422	399	439	416	467	416	360	116
4-硝基苯胺	0.0	379	430	396	404	402	406	403	360	112
3-硝基苯胺	0.0	820	870	835	869	847	878	853	720	119
4-氯苯胺	0.0	398	413	407	404	413	418	409	360	114
2-萘胺	0.0	435	405	395	404	387	414	407	360	113
2,6-二甲基苯胺	0.0	363	360	361	384	392	386	374	360	104
3-氯苯胺	0.0	376	383	374	388	387	393	384	360	107
3,3’-二氯联苯胺	0.0	347	319	387	371	369	357	358	360	99.6
N-亚硝基二苯胺	0.0	341	339	335	356	325	335	339	360	94.0

附表 1-119　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	387	348	342	362	325	390	359	360	99.8
苯胺	0.0	347	326	336	357	335	385	348	360	96.6
4-甲基苯胺	0.0	401	373	397	410	362	416	393	360	109
2-甲氧基苯胺	0.0	385	360	393	399	372	390	383	360	106
3-甲基苯胺	0.0	395	381	351	386	331	396	373	360	104
2-甲基苯胺	0.0	380	324	372	376	313	384	358	360	99.4
2,4-二甲基苯胺	0.0	383	388	394	413	368	403	391	360	109
4-硝基苯胺	0.0	382	397	424	384	373	381	390	360	108

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 Pi（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	792	752	803	797	694	806	774	720	107
4-氯苯胺	0.0	365	324	354	355	318	359	346	360	96.1
2-萘胺	0.0	382	328	365	391	332	396	366	360	102
2,6-二甲基苯胺	0.0	401	392	387	400	386	406	395	360	110
3-氯苯胺	0.0	384	348	366	386	340	406	372	360	103
3,3’-二氯联苯胺	0.0	296	293	309	286	279	346	302	360	83.8
N-亚硝基二苯胺	0.0	335	300	319	353	284	384	329	360	91.5

附表 1-120　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 Pi（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	337	333	328	349	339	342	338	360	93.9
苯胺	0.0	354	376	367	376	380	361	369	360	103
4-甲基苯胺	0.0	324	316	343	372	363	324	341	360	94.6
2-甲氧基苯胺	0.0	313	298	328	361	335	310	324	360	90.1
3-甲基苯胺	0.0	317	306	337	355	334	316	327	360	91.0
2-甲基苯胺	0.0	322	310	343	357	342	316	332	360	92.2
2,4-二甲基苯胺	0.0	291	272	307	335	320	282	301	360	83.7
4-硝基苯胺	0.0	330	331	354	400	362	345	354	360	98.2
3-硝基苯胺	0.0	724	716	882	823	736	773	776	720	108
4-氯苯胺	0.0	362	365	413	447	380	378	391	360	109
2-萘胺	0.0	335	325	359	384	351	324	346	360	96.2
2,6-二甲基苯胺	0.0	358	342	383	421	380	347	372	360	103
3-氯苯胺	0.0	428	364	401	443	394	372	400	360	111
3,3’-二氯联苯胺	0.0	333	334	385	344	350	354	350	360	97.2
N-亚硝基二苯胺	0.0	261	265	270	274	261	266	266	360	73.9

附表 1-121　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	336	351	324	313	352	347	337	360	93.6
苯胺	0.0	356	368	347	334	369	380	359	360	99.7
4-甲基苯胺	0.0	403	410	398	379	424	436	408	360	113
2-甲氧基苯胺	0.0	398	419	410	384	426	433	411	360	114
3-甲基苯胺	0.0	397	415	405	383	422	433	409	360	114
2-甲基苯胺	0.0	394	404	402	382	419	430	405	360	112
2,4-二甲基苯胺	0.0	341	366	347	330	359	382	354	360	98
4-硝基苯胺	0.0	364	405	394	356	401	407	388	360	108
3-硝基苯胺	0.0	668	768	736	697	765	762	733	720	102
4-氯苯胺	0.0	385	415	406	387	428	434	409	360	114
2-萘胺	0.0	361	380	391	364	400	415	385	360	107
2,6-二甲基苯胺	0.0	404	414	416	389	424	447	416	360	116
3-氯苯胺	0.0	418	395	390	369	397	413	397	360	110
3,3’-二氯联苯胺	0.0	337	353	332	318	354	366	343	360	95.4
N-亚硝基二苯胺	0.0	278	296	268	258	285	290	279	360	77.6

附表 1-122　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	330	322	349	335	313	332	330	360	91.7
苯胺	0.0	254	260	277	254	264	253	260	360	72.2
4-甲基苯胺	0.0	255	265	255	250	255	270	258	360	71.7
2-甲氧基苯胺	0.0	256	255	262	268	272	281	265	360	73.6
3-甲基苯胺	0.0	277	276	279	262	270	261	271	360	75.3
2-甲基苯胺	0.0	256	259	271	267	265	256	262	360	72.8
2,4-二甲基苯胺	0.0	285	311	307	304	319	333	310	360	86.1
4-硝基苯胺	0.0	445	447	423	413	389	395	419	360	116

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	504	511	506	535	506	524	514	720	71.4
4-氯苯胺	0.0	397	445	448	458	455	458	444	360	123
2-萘胺	0.0	384	405	390	383	402	412	396	360	110
2,6-二甲基苯胺	0.0	376	394	400	425	429	432	410	360	114
3-氯苯胺	0.0	411	428	424	428	426	434	425	360	118
3,3’-二氯联苯胺	0.0	415	447	449	416	401	399	421	360	117
N-亚硝基二苯胺	0.0	344	370	369	372	359	370	364	360	101

附表 1-123　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	266	268	280	284	261	272	272	360	75.5
苯胺	0.0	321	324	329	346	330	325	329	360	91.4
4-甲基苯胺	0.0	313	300	311	323	307	320	312	360	86.7
2-甲氧基苯胺	0.0	324	322	325	328	321	337	326	360	90.6
3-甲基苯胺	0.0	341	362	351	357	358	380	358	360	99.5
2-甲基苯胺	0.0	314	301	349	361	329	328	330	360	91.7
2,4-二甲基苯胺	0.0	347	340	358	387	349	361	357	360	99.1
4-硝基苯胺	0.0	400	435	406	387	422	459	418	360	117
3-硝基苯胺	0.0	789	778	782	816	810	754	788	720	110
4-氯苯胺	0.0	337	333	336	356	318	341	337	360	93.6
2-萘胺	0.0	332	338	332	321	328	356	334	360	92.9
2,6-二甲基苯胺	0.0	348	329	365	393	355	348	356	360	99.0
3-氯苯胺	0.0	346	351	357	382	348	358	357	360	99.2
3,3’-二氯联苯胺	0.0	289	286	290	296	293	293	291	360	80.9
N-亚硝基二苯胺	0.0	294	298	303	315	309	320	307	360	85.2

附表 1-124～附表 1-129 为 6 家验证实验室对壤土加标低浓度样品中的目标化合物进行测定的准确度测试数据。

附表 1-124　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	17.0	18.0	18.7	16.0	15.7	17.8	17.2	20.0	86.1
苯胺	0.0	20.9	19.8	19.0	19.5	20.4	19.5	19.9	20.0	99.3
4-甲基苯胺	0.0	19.2	21.0	21.3	21.1	20.7	20.8	20.7	20.0	103
2-甲氧基苯胺	0.0	20.8	20.4	22.5	21.5	21.8	22.3	21.5	20.0	108
3-甲基苯胺	0.0	18.1	18.8	19.1	19.0	19.3	19.3	18.9	20.0	94.7
2-甲基苯胺	0.0	20.2	20.9	20.4	21.1	19.9	20.4	20.5	20.0	102
2,4-二甲基苯胺	0.0	20.5	18.9	19.0	19.4	18.9	18.3	19.1	20.0	95.7
4-硝基苯胺	0.0	16.3	20.7	17.7	18.2	17.7	15.4	17.7	20.0	88.3
3-硝基苯胺	0.0	37.0	38.4	37.2	39.0	35.6	40.6	38.0	40.0	94.9
4-氯苯胺	0.0	20.6	22.2	22.8	22.3	21.6	21.0	21.8	20.0	109
2-萘胺	0.0	19.9	22.1	21.8	18.2	19.5	19.6	20.2	20.0	101
2,6-二甲基苯胺	0.0	21.3	21.2	20.6	19.2	18.7	18.8	20.0	20.0	99.9
3-氯苯胺	0.0	19.7	22.2	22.2	20.4	21.2	21.0	21.1	20.0	105
3,3’-二氯联苯胺	0.0	19.3	20.3	20.9	23.2	18.5	19.8	20.3	20.0	102
N-亚硝基二苯胺	0.0	20.6	21.1	17.8	19.9	18.0	18.8	19.4	20.0	96.9

附表 1-125　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	18.0	19.9	18.9	21.8	19.7	22.8	20.2	20.0	101
苯胺	0.0	19.0	20.2	20.1	20.2	20.7	20.4	20.1	20.0	101
4-甲基苯胺	0.0	18.3	18.7	19.5	20.8	19.7	20.1	19.5	20.0	97.5
2-甲氧基苯胺	0.0	17.4	19.6	20.0	20.0	18.8	19.9	19.3	20.0	96.4
3-甲基苯胺	0.0	17.5	18.9	18.9	20.8	19.8	19.6	19.2	20.0	96.2
2-甲基苯胺	0.0	17.7	17.4	18.4	18.7	18.1	19.0	18.2	20.0	91.1
2,4-二甲基苯胺	0.0	19.4	19.7	19.4	21.3	21.0	20.0	20.1	20.0	101
4-硝基苯胺	0.0	18.9	20.9	16.1	19.0	17.7	21.5	19.0	20.0	95.2

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	33.2	35.7	34.4	32.9	34.6	39.0	35.0	40.0	87.4
4-氯苯胺	0.0	17.8	20.0	19.2	20.0	19.6	20.0	19.4	20.0	97.2
2-萘胺	0.0	14.0	15.3	15.0	14.3	14.1	14.9	14.6	20.0	73.1
2,6-二甲基苯胺	0.0	18.3	20.6	20.9	20.2	20.4	20.2	20.1	20.0	100
3-氯苯胺	0.0	17.9	18.3	18.2	19.4	18.0	17.5	18.2	20.0	91.2
3,3’-二氯联苯胺	0.0	18.8	18.9	14.4	16.4	16.7	19.1	17.4	20.0	86.9
N-亚硝基二苯胺	0.0	17.0	17.2	17.5	19.8	17.4	17.0	17.7	20.0	88.3

附表 1-126　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	22.2	18.3	19.0	21.1	19.7	16.5	19.5	20.0	97.3
苯胺	0.0	19.1	18.4	18.8	18.3	18.9	17.8	18.5	20.0	92.7
4-甲基苯胺	0.0	17.2	15.2	15.5	18.4	17.0	15.8	16.5	20.0	82.7
2-甲氧基苯胺	0.0	20.7	19.1	18.7	23.8	21.3	19.1	20.5	20.0	102
3-甲基苯胺	0.0	18.8	15.1	17.6	15.9	16.9	16.6	16.8	20.0	84.1
2-甲基苯胺	0.0	15.9	14.4	16.8	15.0	16.4	15.2	15.6	20.0	78.0
2,4-二甲基苯胺	0.0	16.5	15.5	15.0	20.7	17.6	17.0	17.1	20.0	85.3
4-硝基苯胺	0.0	20.6	17.8	21.6	25.4	23.0	21.5	21.7	20.0	108
3-硝基苯胺	0.0	37.7	36.5	46.5	47.9	51.0	47.8	44.6	40.0	111
4-氯苯胺	0.0	19.7	19.6	18.5	24.7	20.3	21.5	20.7	20.0	104
2-萘胺	0.0	21.0	17.9	19.1	22.2	18.3	18.1	19.4	20.0	97.1
2,6-二甲基苯胺	0.0	18.3	14.9	20.1	23.3	20.8	18.6	19.3	20.0	96.6
3-氯苯胺	0.0	22.1	17.1	14.8	20.9	19.0	21.1	19.2	20.0	95.8
3,3’-二氯联苯胺	0.0	17.0	19.1	15.5	21.8	16.7	16.0	17.7	20.0	88.5
N-亚硝基二苯胺	0.0	15.3	15.8	14.8	14.8	15.3	16.0	15.3	20.0	76.7

附表 1-127　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	19.6	19.4	19.6	20.4	18.5	19.2	19.5	20.0	97.5
苯胺	0.8	22.1	21.2	20.2	19.9	20.7	20.6	20.8	20.0	100
4-甲基苯胺	0.0	25.0	24.8	23.8	25.0	24.7	25.2	24.8	20.0	124
2-甲氧基苯胺	0.0	25.9	25.0	22.4	23.9	24.5	23.8	24.3	20.0	122
3-甲基苯胺	0.0	25.7	24.3	22.5	24.2	24.3	23.8	24.1	20.0	121
2-甲基苯胺	0.0	24.5	24.9	23.1	24.6	24.1	24.6	24.3	20.0	122
2,4-二甲基苯胺	0.7	25.8	25.0	24.9	25.5	25.8	25.1	25.4	20.0	124
4-硝基苯胺	0.0	25.3	25.3	24.7	23.7	24.6	24.9	24.8	20.0	124
3-硝基苯胺	0.0	44.4	46.8	39.7	42.4	40.8	41.6	42.6	40.0	107
4-氯苯胺	0.0	24.6	24.8	23.5	24.8	24.7	25.2	24.6	20.0	123
2-萘胺	0.0	23.7	21.9	21.8	23.5	20.8	23.4	22.5	20.0	113
2,6-二甲基苯胺	0.0	24.2	25.0	24.0	23.1	22.9	22.5	23.6	20.0	118
3-氯苯胺	0.0	20.8	20.8	19.3	20.4	20.1	21.7	20.5	20.0	103
3,3’-二氯联苯胺	0.7	21.7	22.8	20.2	20.8	21.1	20.3	21.2	20.0	103
N-亚硝基二苯胺	0.0	16.8	17.0	15.1	15.7	15.8	15.7	16.0	20.0	80.0

附表 1-128　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	19.7	19.3	19.7	19.6	19.0	18.1	19.2	20.0	96.0
苯胺	0.0	14.8	14.8	14.4	14.4	14.5	14.1	14.5	20.0	72.5
4-甲基苯胺	0.0	14.6	15.8	14.7	15.5	14.8	15.0	15.1	20.0	75.5
2-甲氧基苯胺	0.0	14.0	15.2	14.6	14.6	14.8	14.4	14.6	20.0	73.0
3-甲基苯胺	0.0	15.8	15.9	15.7	15.4	15.3	15.0	15.5	20.0	77.5
2-甲基苯胺	0.0	14.9	14.8	14.8	15.2	14.5	14.5	14.8	20.0	74.0
2,4-二甲基苯胺	0.0	19.4	19.3	17.9	17.1	15.8	18.2	18.0	20.0	90.0
4-硝基苯胺	0.0	21.9	19.7	20.3	20.0	20.3	20.0	20.4	20.0	102

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 Pᵢ（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	28.7	31.2	31.8	31.9	27.6	31.0	30.4	40.0	76.0
4-氯苯胺	0.0	22.1	23.4	23.3	22.7	22.7	22.5	22.8	20.0	114
2-萘胺	0.0	22.9	22.2	21.5	20.7	21.7	21.5	21.7	20.0	109
2,6-二甲基苯胺	0.0	23.0	24.0	23.0	23.3	22.5	24.2	23.3	20.0	117
3-氯苯胺	0.0	24.8	24.1	23.6	23.7	22.7	23.7	23.8	20.0	119
3,3’-二氯联苯胺	0.0	14.0	15.0	14.8	14.5	14.8	16.8	15.0	20.0	75.0
N-亚硝基二苯胺	0.0	18.6	18.4	19.2	19.0	17.8	19.1	18.7	20.0	93.5

附表 1-129　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 Pᵢ（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	19.9	16.3	18.2	16.8	18.9	18.6	18.1	20.0	90.6
苯胺	0.0	16.4	15.8	16.3	16.4	16.6	16.0	16.3	20.0	81.3
4-甲基苯胺	0.0	18.5	18.7	19.0	17.9	18.9	18.4	18.6	20.0	92.8
2-甲氧基苯胺	0.0	19.2	19.4	20.0	18.5	20.8	21.1	19.8	20.0	99.1
3-甲基苯胺	0.0	17.4	17.0	17.9	17.1	17.8	17.6	17.5	20.0	87.3
2-甲基苯胺	0.0	17.2	18.3	18.8	18.5	19.5	19.1	18.6	20.0	92.9
2,4-二甲基苯胺	0.0	20.2	20.8	21.4	20.5	21.5	21.4	21.0	20.0	105
4-硝基苯胺	0.0	22.8	21.5	20.7	20.3	21.9	21.3	21.4	20.0	108
3-硝基苯胺	0.0	43.4	42.3	39.0	43.2	42.6	49.7	43.4	40.0	109
4-氯苯胺	0.0	17.9	18.1	17.9	17.6	18.0	18.1	17.9	20.0	89.7
2-萘胺	0.0	19.7	19.8	20.1	18.2	20.2	20.6	19.8	20.0	98.8
2,6-二甲基苯胺	0.0	19.2	18.1	18.7	18.4	17.0	16.9	18.0	20.0	90.2
3-氯苯胺	0.0	18.3	18.1	19.2	18.0	19.7	19.9	18.9	20.0	94.3
3,3’-二氯联苯胺	0.0	15.4	15.2	15.0	15.2	15.4	15.8	15.3	20.0	76.7
N-亚硝基二苯胺	0.0	15.2	14.5	14.7	15.0	15.4	15.3	15.0	20.0	75.1

附表 1-130～附表 1-135 为 6 家验证实验室对砂土加标高浓度样品中的目标化合物进行测定的准确度测试数据。

附表 1-130　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	381	343	357	348	375	373	363	360	101
苯胺	0.0	361	353	352	358	352	350	354	360	98.4
4-甲基苯胺	0.0	392	390	393	412	396	393	396	360	110
2-甲氧基苯胺	0.0	393	381	395	409	394	376	391	360	109
3-甲基苯胺	0.0	388	357	376	358	392	339	368	360	102
2-甲基苯胺	0.0	342	361	365	349	379	382	363	360	101
2,4-二甲基苯胺	0.0	370	388	342	358	426	330	369	360	102
4-硝基苯胺	0.0	411	409	370	363	391	359	384	360	107
3-硝基苯胺	0.0	833	899	843	824	800	836	839	720	117
4-氯苯胺	0.0	391	403	393	422	407	401	403	360	112
2-萘胺	0.0	418	401	407	391	395	392	401	360	111
2,6-二甲基苯胺	0.0	379	371	374	386	384	382	380	360	105
3-氯苯胺	0.0	382	383	386	398	392	386	388	360	108
3,3’-二氯联苯胺	0.0	328	309	318	333	364	312	327	360	90.9
N-亚硝基二苯胺	0.0	343	341	338	352	341	336	342	360	94.9

附表 1-131　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	342	326	371	375	307	368	348	360	96.7
苯胺	0.0	348	323	332	352	326	394	346	360	96.1
4-甲基苯胺	0.0	383	361	394	388	373	422	387	360	107
2-甲氧基苯胺	0.0	390	373	392	381	346	390	379	360	105
3-甲基苯胺	0.0	369	368	371	381	346	379	369	360	103
2-甲基苯胺	0.0	378	339	375	361	349	399	367	360	102
2,4-二甲基苯胺	0.0	397	379	392	392	374	409	390	360	108
4-硝基苯胺	0.0	398	376	381	395	385	405	390	360	108

化合物名称	样品测定值(μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	加标浓度(μg/kg)	回收率P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	814	765	781	797	708	832	783	720	109
2-萘胺	0.0	397	350	347	382	343	390	368	360	102
2,6-二甲基苯胺	0.0	407	376	375	387	379	397	387	360	108
4-氯苯胺	0.0	352	319	346	340	323	382	344	360	95.4
3-氯苯胺	0.0	399	322	368	383	342	383	366	360	102
3,3’-二氯联苯胺	0.0	283	279	272	295	271	328	288	360	80.0
N-亚硝基二苯胺	0.0	322	292	311	347	294	348	319	360	88.6

附表 1-132　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值(μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	加标浓度(μg/kg)	回收率P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	348	336	342	346	345	330	341	360	94.7
苯胺	0.0	360	369	354	371	371	364	365	360	101
4-甲基苯胺	0.0	370	346	310	327	378	309	340	360	94.4
2-甲氧基苯胺	0.0	383	358	312	340	395	345	356	360	98.8
3-甲基苯胺	0.0	367	346	311	336	370	330	343	360	95.4
2-甲基苯胺	0.0	370	347	311	337	370	330	344	360	95.6
2,4-二甲基苯胺	0.0	370	340	302	328	379	326	341	360	94.7
4-硝基苯胺	0.0	426	366	342	371	425	345	379	360	105
3-硝基苯胺	0.0	866	739	726	840	847	704	787	720	109
4-氯苯胺	0.0	422	382	367	421	447	350	398	360	111
2-萘胺	0.0	393	357	313	359	388	329	357	360	99.0
2,6-二甲基苯胺	0.0	412	384	333	368	416	356	378	360	105
3-氯苯胺	0.0	435	426	375	432	450	354	412	360	114
3,3’-二氯联苯胺	0.0	382	358	339	345	357	375	359	360	99.8
N-亚硝基二苯胺	0.0	261	265	270	282	291	264	272	360	75.6

附表 1-133　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	338	318	347	354	279	281	319	360	88.7
苯胺	2.1	376	340	408	402	322	331	363	360	100
4-甲基苯胺	0.0	447	392	458	447	378	371	415	360	115
2-甲氧基苯胺	0.0	401	352	419	414	341	352	380	360	105
3-甲基苯胺	0.0	442	396	463	457	378	386	420	360	117
2-甲基苯胺	0.0	461	411	453	461	392	407	431	360	120
2,4-二甲基苯胺	0.0	458	418	460	454	401	419	435	360	121
4-硝基苯胺	0.8	277	271	273	287	267	335	285	360	79.0
3-硝基苯胺	0.0	587	562	535	612	560	670	588	720	81.6
4-氯苯胺	0.0	390	389	414	442	376	399	401	360	112
2-萘胺	0.0	378	340	391	397	320	334	360	360	100
2,6-二甲基苯胺	0.0	378	376	404	434	365	411	395	360	110
3-氯苯胺	0.0	348	339	333	368	340	383	352	360	97.8
3,3’-二氯联苯胺	0.0	278	254	312	270	266	269	275	360	76.3
N-亚硝基二苯胺	0.0	254	257	315	255	253	287	270	360	75.0

附表 1-134　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	336	331	328	319	374	330	336	360	93.3
苯胺	0.0	261	252	268	263	275	274	266	360	73.9
4-甲基苯胺	0.0	267	266	278	264	260	260	266	360	73.9
2-甲氧基苯胺	0.0	272	283	286	264	266	282	276	360	76.7
3-甲基苯胺	0.0	265	286	277	283	258	264	272	360	75.6
2-甲基苯胺	0.0	280	276	268	283	262	257	271	360	75.3
2,4-二甲基苯胺	0.0	325	342	322	325	317	302	322	360	89.4
4-硝基苯胺	0.0	386	385	357	360	375	371	372	360	103

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	533	525	506	530	529	502	521	720	72.4
4-氯苯胺	0.0	349	367	390	381	407	391	381	360	106
2-萘胺	0.0	383	387	380	365	382	368	377	360	105
2,6-二甲基苯胺	0.0	424	429	446	434	448	452	439	360	122
3-氯苯胺	0.0	441	454	429	435	462	458	446	360	124
3,3’-二氯联苯胺	0.0	426	402	426	395	369	378	399	360	111
N-亚硝基二苯胺	0.0	358	363	382	386	383	368	373	360	104

附表 1-135　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	274	276	277	282	288	283	280	360	77.9
苯胺	0.0	274	267	271	276	275	291	276	360	76.6
4-甲基苯胺	0.0	346	327	326	341	335	339	335	360	93.2
2-甲氧基苯胺	0.0	339	318	327	339	335	348	334	360	92.9
3-甲基苯胺	0.0	310	298	301	304	310	301	304	360	84.4
2-甲基苯胺	0.0	342	327	326	369	358	361	347	360	96.5
2,4-二甲基苯胺	0.0	375	354	364	388	386	391	376	360	105
4-硝基苯胺	0.0	371	340	354	367	358	382	362	360	101
3-硝基苯胺	0.0	748	683	675	686	635	752	696	720	96.7
4-氯苯胺	0.0	344	318	313	339	327	340	330	360	91.7
2-萘胺	0.0	329	300	295	320	327	312	314	360	87.2
2,6-二甲基苯胺	0.0	358	344	324	331	352	386	349	360	97.0
3-氯苯胺	0.0	355	354	353	361	370	390	364	360	102
3,3’-二氯联苯胺	0.0	289	280	287	283	281	286	284	360	79.0
N-亚硝基二苯胺	0.0	307	295	306	303	309	313	305	360	84.9

附表 1-136～附表 1-141 为 6 家验证实验室对海洋沉积物加标低浓度样品中的目标化合物进行测定的准确度测试数据。

附表 1-136　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	18.1	19.6	17.7	15.7	18.4	17.7	17.9	20.0	89.3
苯胺	0.0	21.7	21.2	18.5	20.1	19.3	19.4	20.1	20.0	100
4-甲基苯胺	0.0	23.2	21.5	19.7	21.0	20.4	21.1	21.2	20.0	106
2-甲氧基苯胺	0.0	21.3	21.2	21.0	21.3	21.5	21.6	21.3	20.0	107
3-甲基苯胺	0.0	17.8	19.0	17.3	18.4	20.6	20.3	18.9	20.0	94.4
2-甲基苯胺	0.0	21.8	22.6	19.3	19.2	18.2	20.9	20.3	20.0	102
2,4-二甲基苯胺	0.0	17.6	21.6	19.1	20.7	19.7	21.1	20.0	20.0	100
4-硝基苯胺	0.0	20.3	21.8	24.3	24.2	23.0	21.0	22.4	20.0	112
3-硝基苯胺	0.0	38.4	36.3	41.0	37.6	37.4	38.4	38.2	40.0	95.5
4-氯苯胺	0.0	21.5	20.6	21.6	20.2	20.0	20.5	20.7	20.0	104
2-萘胺	0.0	19.7	18.8	21.1	18.7	18.5	20.7	19.6	20.0	97.9
2,6-二甲基苯胺	0.0	22.3	20.2	17.0	18.9	20.1	19.2	19.6	20.0	98.0
3-氯苯胺	0.0	21.1	20.9	21.6	21.1	20.9	20.7	21.1	20.0	105
3,3’-二氯联苯胺	0.0	21.0	21.0	22.2	21.9	19.8	20.4	21.1	20.0	105
N-亚硝基二苯胺	0.0	18.7	18.9	18.2	20.0	20.3	19.6	19.3	20.0	96.4

附表 1-137　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	19.4	19.0	21.1	22.0	24.3	18.0	20.6	20.0	103
苯胺	0.0	19.3	20.6	18.4	19.6	20.8	20.2	19.8	20.0	99.0
4-甲基苯胺	0.0	19.4	21.4	21.6	19.7	21.1	20.4	20.6	20.0	103
2-甲氧基苯胺	0.0	21.5	21.4	21.2	21.9	22.2	20.8	21.5	20.0	107
3-甲基苯胺	0.0	18.9	21.2	21.7	20.0	21.7	20.8	20.7	20.0	104
2-甲基苯胺	0.0	17.9	19.2	19.8	18.4	19.3	18.5	18.8	20.0	94.2
2,4-二甲基苯胺	0.0	23.3	24.1	24.0	23.2	23.5	24.7	23.8	20.0	119
4-硝基苯胺	0.0	16.7	19.1	19.4	16.3	19.7	18.5	18.3	20.0	91.4

化合物名称	样品测定值(μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	加标浓度(μg/kg)	回收率P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	46.9	44.5	45.9	44.4	44.4	44.8	45.2	40.0	113
4-氯苯胺	0.0	21.3	21.9	22.4	21.5	22.3	21.3	21.8	20.0	109
2-萘胺	0.0	18.5	19.9	20.6	19.5	20.4	20.0	19.8	20.0	99.1
2,6-二甲基苯胺	0.0	23.8	24.5	24.4	22.7	23.1	23.9	23.7	20.0	119
3-氯苯胺	0.0	19.2	21.8	21.8	19.9	19.8	20.9	20.6	20.0	103
3,3’-二氯联苯胺	0.0	16.5	17.6	16.2	15.7	19.0	16.0	16.8	20.0	84.2
N-亚硝基二苯胺	0.0	17.4	16.1	16.8	15.9	20.0	18.4	17.4	20.0	87.2

附表 1-138　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值(μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	加标浓度(μg/kg)	回收率P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	17.3	20.9	17.7	17.0	20.5	19.7	18.8	20.0	94.2
苯胺	0.0	19.0	19.3	18.7	18.6	17.2	18.5	18.5	20.0	92.7
4-甲基苯胺	0.0	20.7	21.3	23.0	16.2	23.1	19.2	20.6	20.0	103
2-甲氧基苯胺	0.0	21.2	23.3	21.0	20.3	23.8	23.4	22.2	20.0	111
3-甲基苯胺	0.0	19.1	22.0	18.2	22.6	17.7	16.6	19.3	20.0	96.7
2-甲基苯胺	0.0	14.2	14.2	14.2	14.5	14.9	16.0	14.7	20.0	73.4
2,4-二甲基苯胺	0.0	16.9	19.5	15.6	17.1	21.3	20.2	18.4	20.0	92.2
4-硝基苯胺	0.0	20.0	22.0	21.3	21.4	22.6	22.9	21.7	20.0	109
3-硝基苯胺	0.0	48.7	36.7	35.2	42.6	34.7	39.1	39.5	40.0	98.8
4-氯苯胺	3.0	21.5	21.0	18.3	20.4	21.8	20.0	20.5	20.0	87.8
2-萘胺	0.0	19.7	20.2	16.4	17.4	21.6	18.8	19.0	20.0	95.0
2,6-二甲基苯胺	0.0	17.1	17.0	19.2	14.8	18.2	18.5	17.5	20.0	87.3
3-氯苯胺	5.3	19.8	20.1	20.0	19.7	24.5	20.5	20.8	20.0	77.2
3,3’-二氯联苯胺	0.0	21.9	16.5	16.4	18.5	20.6	15.6	18.2	20.0	91.2
N-亚硝基二苯胺	0.0	15.2	15.4	14.6	14.0	15.5	15.8	15.1	20.0	75.5

附表 1-139　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	16.1	19.1	17.6	16.6	18.8	14.8	17.2	20.0	85.8
苯胺	0.0	17.7	18.4	21.1	18.2	16.2	16.2	18.0	20.0	89.9
4-甲基苯胺	0.0	19.5	21.3	22.0	19.4	18.2	18.0	19.7	20.0	98.6
2-甲氧基苯胺	0.0	21.1	21.3	22.3	19.4	18.5	17.4	20.0	20.0	100
3-甲基苯胺	0.0	20.4	20.5	23.2	19.8	20.8	21.2	21.0	20.0	105
2-甲基苯胺	0.0	22.8	23.1	26.7	23.1	22.5	21.4	23.3	20.0	116
2,4-二甲基苯胺	0.0	22.6	22.5	25.7	21.2	20.9	21.1	22.3	20.0	112
4-硝基苯胺	2.7	25.2	22.3	25.3	21.1	21.5	21.1	22.7	20.0	100
3-硝基苯胺	0.0	43.5	40.8	44.1	36.3	37.1	36.3	39.7	40.0	99.2
4-氯苯胺	0.0	22.6	22.0	23.7	19.9	20.4	19.9	21.4	20.0	107
2-萘胺	0.0	21.3	20.5	21.7	19.3	19.0	18.1	20.0	20.0	100
2,6-二甲基苯胺	0.0	24.4	24.7	24.8	22.2	22.1	20.8	23.2	20.0	116
3-氯苯胺	0.0	22.7	25.2	24.1	22.5	21.9	20.6	22.9	20.0	114
3,3’-二氯联苯胺	0.0	20.5	18.3	18.7	17.1	16.1	16.3	17.8	20.0	89.1
N-亚硝基二苯胺	0.0	17.8	14.9	17.9	14.8	16.0	14.5	16.0	20.0	79.9

附表 1-140　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	16.5	19.4	19.2	20.0	19.0	18.2	18.7	20.0	93.5
苯胺	0.0	15.1	14.7	14.8	14.2	15.3	14.3	14.7	20.0	73.5
4-甲基苯胺	0.0	14.3	15.0	14.8	14.7	14.7	15.1	14.8	20.0	74.0
2-甲氧基苯胺	0.0	14.8	15.2	14.1	15.7	14.9	15.2	15.0	20.0	75.0
3-甲基苯胺	0.0	14.9	15.1	14.2	15.2	14.6	14.4	14.7	20.0	73.5
2-甲基苯胺	0.0	14.3	14.5	14.7	14.8	14.0	15.4	14.6	20.0	73.0
2,4-二甲基苯胺	0.0	17.4	15.2	14.7	15.5	15.3	15.3	15.5	20.0	77.5
4-硝基苯胺	0.0	25.5	22.3	22.3	21.4	21.7	22.9	22.7	20.0	114

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	32.2	28.8	29.5	29.9	31.8	31.3	30.6	40.0	76.5
4-氯苯胺	0.0	20.8	23.9	19.5	20.9	20.5	22.0	21.2	20.0	106
2-萘胺	0.0	20.6	23.9	21.5	22.8	21.6	20.4	21.8	20.0	109
2,6-二甲基苯胺	0.0	18.7	21.4	23.2	21.5	19.6	21.2	20.9	20.0	105
3-氯苯胺	0.0	23.9	22.7	19.9	20.1	22.7	22.4	21.9	20.0	110
3,3’-二氯联苯胺	0.0	14.7	15.0	15.4	15.6	14.9	15.4	15.2	20.0	76.0
N-亚硝基二苯胺	0.0	16.0	17.6	16.6	15.9	15.1	16.8	16.3	20.0	81.5

附表 1-141　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	18.4	17.1	18.2	17.0	17.7	15.6	17.3	20.0	86.7
苯胺	0.0	17.3	16.2	16.3	16.2	16.1	16.5	16.4	20.0	82.1
4-甲基苯胺	0.0	17.8	17.6	18.0	17.9	17.7	17.8	17.8	20.0	89.0
2-甲氧基苯胺	0.0	15.1	15.1	15.5	15.4	15.6	15.1	15.3	20.0	76.5
3-甲基苯胺	0.0	13.6	14.1	13.9	13.5	14.2	13.7	13.8	20.0	69.2
2-甲基苯胺	0.0	19.5	18.4	18.8	17.3	19.4	19.2	18.8	20.0	93.9
2,4-二甲基苯胺	0.0	20.8	20.4	19.5	19.0	20.4	20.6	20.1	20.0	101
4-硝基苯胺	0.0	20.7	18.6	17.8	18.2	19.2	20.7	19.2	20.0	96.1
3-硝基苯胺	0.0	35.3	38.2	36.8	30.2	34.9	38.0	35.6	40.0	88.9
4-氯苯胺	0.0	17.6	16.6	17.6	16.5	17.0	17.8	17.2	20.0	85.9
2-萘胺	0.0	18.5	17.8	18.6	17.0	18.3	18.8	18.2	20.0	90.8
2,6-二甲基苯胺	0.0	15.3	17.1	17.5	16.1	18.7	18.3	17.2	20.0	85.9
3-氯苯胺	0.0	18.0	17.7	18.2	17.4	18.0	18.9	18.0	20.0	90.2
3,3’-二氯联苯胺	0.0	16.1	15.9	16.3	15.1	15.2	15.8	15.7	20.0	78.6
N-亚硝基二苯胺	0.0	16.5	16.4	16.4	16.2	16.7	16.3	16.4	20.0	82.0

附表 1-142～附表 1-147 为 6 家验证实验室对河流沉积物加标中等浓度样品中的目标化合物进行测定的准确度测试数据。

附表 1-142　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	137	143	177	168	151	191	161	200	80.5
苯胺	0.0	176	175	178	177	171	175	175	200	87.6
4-甲基苯胺	0.0	184	183	185	178	177	180	181	200	90.5
2-甲氧基苯胺	0.0	160	164	172	163	172	160	165	200	82.6
3-甲基苯胺	0.0	203	200	198	179	184	183	191	200	95.7
2-甲基苯胺	0.0	193	194	194	177	172	179	185	200	92.4
2,4-二甲基苯胺	0.0	161	157	161	158	144	136	153	200	76.3
4-硝基苯胺	0.0	163	158	160	158	155	154	158	200	79.1
3-硝基苯胺	0.0	326	318	326	317	322	320	321	400	80.4
4-氯苯胺	0.0	181	186	186	180	180	183	183	200	91.3
2-萘胺	0.0	185	183	185	185	185	187	185	200	92.5
2,6-二甲基苯胺	0.0	163	161	161	150	150	145	155	200	77.4
3-氯苯胺	0.0	176	180	183	177	171	175	177	200	88.5
3,3’-二氯联苯胺	0.0	174	174	177	171	168	169	172	200	86.1
N-亚硝基二苯胺	0.0	173	174	172	168	169	169	171	200	85.5

附表 1-143　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	217	213	200	216	211	219	213	200	106
苯胺	0.0	213	210	189	209	218	218	210	200	105
4-甲基苯胺	0.0	228	214	197	237	226	231	222	200	111
2-甲氧基苯胺	0.0	215	218	188	208	233	229	215	200	108
3-甲基苯胺	0.0	205	202	189	219	207	215	206	200	103
2-甲基苯胺	0.0	194	194	166	190	199	201	191	200	95.3
2,4-二甲基苯胺	0.0	245	242	215	245	253	245	241	200	121
4-硝基苯胺	0.0	213	247	203	197	167	172	200	200	99.9

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 Pi（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	429	434	399	392	465	463	430	400	108
4-氯苯胺	0.0	204	219	187	206	230	224	212	200	106
2-萘胺	0.0	191	191	155	176	187	194	183	200	91.3
2,6-二甲基苯胺	0.0	212	227	196	208	240	224	218	200	109
3-氯苯胺	0.0	196	198	173	187	215	205	196	200	97.9
3,3’-二氯联苯胺	0.0	218	209	163	212	200	202	201	200	100
N-亚硝基二苯胺	0.0	207	187	156	196	201	194	190	200	95.1

附表 1-144　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 Pi（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	194	182	199	193	193	181	190	200	95.2
苯胺	0.0	199	196	189	187	197	187	193	200	96.3
4-甲基苯胺	0.0	221	200	170	195	206	183	196	200	97.9
2-甲氧基苯胺	0.0	237	208	189	204	222	202	210	200	105
3-甲基苯胺	0.0	212	191	175	189	198	186	192	200	95.9
2-甲基苯胺	0.0	204	189	167	187	193	178	186	200	93.2
2,4-二甲基苯胺	0.0	214	195	174	186	207	189	194	200	97.1
4-硝基苯胺	0.0	254	224	212	218	239	215	227	200	113
3-硝基苯胺	0.0	442	359	362	407	450	393	402	400	101
4-氯苯胺	0.0	222	195	176	207	215	184	200	200	99.9
2-萘胺	0.0	216	192	169	191	205	182	192	200	96.2
2,6-二甲基苯胺	0.0	215	195	177	199	203	184	195	200	97.6
3-氯苯胺	0.0	223	230	169	219	202	197	207	200	103
3,3’-二氯联苯胺	0.0	220	200	210	197	219	186	205	200	103
N-亚硝基二苯胺	0.0	160	159	154	151	154	149	155	200	77.3

附表 1-145　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	13.0	140	158	147	143	170	163	153	200	70.2
苯胺	3.9	212	181	181	184	173	197	188	200	92.0
4-甲基苯胺	0.0	209	182	181	184	170	188	186	200	92.8
2-甲氧基苯胺	0.0	216	188	191	190	177	199	194	200	96.8
3-甲基苯胺	0.0	222	196	195	196	188	208	201	200	100
2-甲基苯胺	0.0	245	214	214	219	207	232	222	200	111
2,4-二甲基苯胺	1.0	250	233	223	230	216	236	231	200	115
4-硝基苯胺	0.6	205	176	174	177	167	190	182	200	90.5
3-硝基苯胺	0.0	420	361	346	368	347	390	372	400	93.0
4-氯苯胺	0.0	242	207	208	207	198	224	214	200	107
2-萘胺	0.0	183	154	164	173	156	179	168	200	84.0
2,6-二甲基苯胺	0.0	255	238	229	239	217	251	238	200	119
3-氯苯胺	0.0	231	203	202	207	201	221	211	200	105
3,3’-二氯联苯胺	0.0	188	157	158	149	160	175	164	200	82.1
N-亚硝基二苯胺	0.0	179	149	152	141	153	160	156	200	77.8

附表 1-146　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	177	169	163	168	174	163	169	200	84.5
苯胺	0.0	141	143	153	145	146	155	147	200	73.5
4-甲基苯胺	0.0	156	140	145	149	151	141	147	200	73.5
2-甲氧基苯胺	0.0	144	199	155	159	157	151	161	200	80.5
3-甲基苯胺	0.0	153	148	141	157	154	142	149	200	74.5
2-甲基苯胺	0.0	148	149	150	144	154	156	150	200	75.0
2,4-二甲基苯胺	0.0	156	148	165	142	157	159	154	200	77.0
4-硝基苯胺	0.0	161	171	172	153	166	179	167	200	83.5

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	286	293	296	316	287	316	299	400	74.8
4-氯苯胺	0.0	207	241	198	199	204	220	212	200	106
2-萘胺	0.0	143	155	144	153	145	162	150	200	75.0
2,6-二甲基苯胺	0.0	238	245	248	236	234	238	240	200	120
3-氯苯胺	0.0	243	248	250	235	241	250	244	200	122
3,3'-二氯联苯胺	0.0	216	210	207	230	228	224	219	200	110
N-亚硝基二苯胺	0.0	206	214	207	214	221	205	211	200	106

附表 1-147　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	193	194	187	187	192	191	191	200	95.3
苯胺	17.3	212	204	196	189	185	186	195	200	89.0
4-甲基苯胺	1.9	216	213	207	198	196	193	204	200	101
2-甲氧基苯胺	0.0	175	167	190	177	161	161	172	200	86.0
3-甲基苯胺	0.0	158	159	176	169	156	156	162	200	81.0
2-甲基苯胺	1.3	234	229	210	212	203	216	217	200	108
2,4-二甲基苯胺	0.0	233	235	212	214	209	216	220	200	110
4-硝基苯胺	0.0	195	200	197	176	174	177	187	200	93.3
3-硝基苯胺	0.0	471	495	467	474	426	442	463	400	116
4-氯苯胺	2.9	212	203	189	182	180	181	191	200	94.2
2-萘胺	0.8	212	202	194	189	180	185	194	200	96.5
2,6-二甲基苯胺	0.0	235	227	188	201	195	195	207	200	103
3-氯苯胺	9.1	207	194	174	172	182	177	184	200	87.6
3,3'-二氯联苯胺	1.3	179	179	170	173	176	176	176	200	87.1
N-亚硝基二苯胺	0.0	192	189	186	187	188	186	188	200	94.0

1.4.2 采用 13 种内标物定量的方法准确度测试数据

附表 1-148～附表 1-153 为 6 家验证实验室对低浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的准确度测试数据。

附表 1-148　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	18.2	18.1	17.3	18.4	16.1	17.5	17.6	20.0	88.1
苯胺	0.0	22.0	19.2	21.0	19.2	21.5	20.2	20.5	20.0	103
4-甲基苯胺	0.0	20.6	19.0	18.9	19.8	18.4	19.2	19.3	20.0	96.6
2-甲氧基苯胺	0.0	16.5	21.2	21.0	20.6	20.2	20.0	19.9	20.0	100
3-甲基苯胺	0.0	15.8	20.9	15.7	19.4	21.5	20.6	19.0	20.0	94.9
2-甲基苯胺	0.0	20.9	18.2	19.3	19.5	21.8	20.3	20.0	20.0	100
2,4-二甲基苯胺	0.0	19.1	19.8	19.0	20.2	19.3	21.6	19.8	20.0	99.2
4-硝基苯胺	0.0	16.4	16.7	16.3	16.1	17.0	15.3	16.3	20.0	81.5
3-硝基苯胺	0.0	36.9	40.4	37.8	41.6	40.5	39.0	39.4	40.0	98.4
4-氯苯胺	0.0	18.7	19.8	19.9	19.2	18.2	19.5	19.2	20.0	96.1
2-萘胺	0.0	18.4	18.3	18.9	19.5	19.2	19.0	18.9	20.0	94.5
2,6-二甲基苯胺	0.0	21.7	17.8	19.8	18.8	21.4	20.2	20.0	20.0	99.8
3-氯苯胺	0.0	21.5	21.7	20.7	20.2	20.8	21.7	21.1	20.0	105
3,3'-二氯联苯胺	0.0	20.3	19.3	18.2	20.9	20.3	20.0	19.8	20.0	99.2
N-亚硝基二苯胺	0.0	19.0	16.8	18.9	19.0	19.0	18.0	18.5	20.0	92.3

附表 1-149　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	18.2	22.2	21.0	17.9	21.2	17.9	19.7	20.0	98.6
苯胺	0.0	19.9	22.1	20.4	19.1	21.2	23.2	21.0	20.0	105
4-甲基苯胺	0.0	16.4	20.8	18.5	16.6	18.0	19.4	18.3	20.0	91.5
2-甲氧基苯胺	0.0	17.0	21.3	19.6	17.1	18.4	21.0	19.1	20.0	95.3
3-甲基苯胺	0.0	18.1	21.4	18.8	16.9	19.5	20.8	19.2	20.0	96.2
2-甲基苯胺	0.0	15.0	20.2	16.3	15.7	17.0	17.2	16.9	20.0	84.6
2,4-二甲基苯胺	0.0	17.8	21.5	19.1	17.9	19.5	19.9	19.3	20.0	96.4
4-硝基苯胺	0.0	18.3	22.7	20.4	18.4	21.1	22.0	20.5	20.0	102

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	34.1	38.5	35.1	34.1	40.1	41.5	37.2	40.0	93.1
4-氯苯胺	0.0	16.2	19.9	19.1	16.3	18.1	18.5	18.0	20.0	90.0
2-萘胺	0.0	16.6	20.3	16.8	16.2	18.1	18.1	17.7	20.0	88.5
2,6-二甲基苯胺	0.0	16.1	18.8	18.5	17.4	19.1	19.2	18.2	20.0	91.0
3-氯苯胺	0.0	16.4	19.7	17.6	16.4	17.1	18.3	17.6	20.0	87.9
3,3’-二氯联苯胺	0.0	16.2	18.0	17.7	17.6	14.4	17.4	16.9	20.0	84.4
N-亚硝基二苯胺	0.0	15.7	19.9	17.5	15.6	18.1	19.9	17.8	20.0	88.9

附表 1-150　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	21.2	20.8	20.9	16.4	19.6	17.2	19.4	20.0	96.8
苯胺	0.0	19.7	17.2	18.2	19.4	17.7	17.3	18.2	20.0	91.2
4-甲基苯胺	0.0	17.9	15.2	17.8	18.9	21.4	21.1	18.7	20.0	93.6
2-甲氧基苯胺	0.0	16.4	17.2	17.4	18.6	19.1	18.4	17.9	20.0	89.3
3-甲基苯胺	0.0	14.7	19.9	14.6	15.8	18.2	20.2	17.2	20.0	86.1
2-甲基苯胺	0.0	15.4	16.6	17.8	17.0	18.6	19.0	17.4	20.0	86.9
2,4-二甲基苯胺	0.0	17.5	15.8	18.2	17.3	18.8	21.4	18.2	20.0	90.9
4-硝基苯胺	0.0	15.6	17.9	22.7	16.4	18.1	16.9	17.9	20.0	89.7
3-硝基苯胺	0.0	42.0	40.6	46.5	55.4	41.6	41.7	44.6	40.0	112
4-氯苯胺	0.0	19.8	20.4	20.5	19.0	23.2	20.8	20.6	20.0	103
2-萘胺	0.0	19.2	20.8	19.7	19.0	19.5	20.1	19.7	20.0	98.5
2,6-二甲基苯胺	0.0	19.9	19.1	16.0	19.0	19.4	17.9	18.6	20.0	92.7
3-氯苯胺	0.0	15.1	15.8	16.9	21.2	19.6	19.8	18.1	20.0	90.3
3,3’-二氯联苯胺	0.0	14.9	15.7	16.6	18.5	16.8	15.9	16.4	20.0	82.0
N-亚硝基二苯胺	0.0	16.0	17.6	15.7	16.3	14.9	15.3	16.0	20.0	79.8

附表 1-151 空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	22.1	21.1	22.4	21.0	21.6	21.9	21.7	20.0	108
苯胺	0.0	25.5	23.0	22.3	22.7	22.8	23.7	23.3	20.0	117
4-甲基苯胺	0.0	23.8	22.0	21.5	21.3	22.2	22.3	22.2	20.0	111
2-甲氧基苯胺	0.0	23.4	22.4	21.3	21.4	22.5	22.5	22.2	20.0	111
3-甲基苯胺	0.0	24.3	24.3	25.1	24.9	24.6	25.0	24.7	20.0	123
2-甲基苯胺	0.0	22.9	22.0	21.0	20.3	21.4	21.5	21.5	20.0	108
2,4-二甲基苯胺	0.0	23.8	22.6	21.6	22.0	22.2	22.5	22.4	20.0	112
4-硝基苯胺	0.0	24.2	23.0	22.7	24.9	23.7	24.0	23.7	20.0	119
3-硝基苯胺	0.0	46.8	42.0	42.4	43.2	40.4	48.4	43.9	40.0	110
4-氯苯胺	0.0	24.8	21.6	24.1	25.5	23.0	23.9	23.8	20.0	119
2-萘胺	0.0	21.3	21.4	20.9	22.1	21.6	22.3	21.6	20.0	108
2,6-二甲基苯胺	0.0	22.7	21.9	21.6	22.0	23.4	24.2	22.6	20.0	113
3-氯苯胺	0.0	23.1	23.8	26.6	23.8	25.4	24.4	24.5	20.0	123
3,3’-二氯联苯胺	0.0	22.7	21.5	22.4	23.8	22.6	24.3	22.9	20.0	114
N-亚硝基二苯胺	0.0	18.8	19.0	18.4	19.1	19.6	20.0	19.2	20.0	95.8

附表 1-152 空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	19.7	19.4	19.7	19.5	19.5	19.0	19.5	20.0	97.5
苯胺	0.0	15.2	15.4	14.9	15.0	15.4	15.2	15.2	20.0	76.0
4-甲基苯胺	0.0	20.1	20.3	20.2	19.6	20.1	19.6	20.0	20.0	100
2-甲氧基苯胺	0.0	16.2	15.1	19.4	18.0	15.8	16.8	16.9	20.0	84.5
3-甲基苯胺	0.0	14.9	15.2	15.0	15.1	15.2	15.6	15.2	20.0	76.0
2-甲基苯胺	0.0	19.2	17.1	18.3	16.5	18.0	18.7	18.0	20.0	90.0
2,4-二甲基苯胺	0.0	17.1	19.0	19.2	21.1	20.0	21.4	19.6	20.0	98.0
4-硝基苯胺	0.0	20.6	21.0	21.6	21.9	21.0	20.9	21.2	20.0	106z

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	29.2	28.9	28.4	28.4	28.7	29.3	28.8	40.0	72.0
4-氯苯胺	0.0	17.4	17.1	19.7	18.7	19.3	19.6	18.6	20.0	93.0
2-萘胺	0.0	16.3	16.1	16.0	16.7	15.8	18.0	16.5	20.0	82.5
2,6-二甲基苯胺	0.0	17.2	14.6	19.4	17.5	17.9	18.7	17.6	20.0	88.0
3-氯苯胺	0.0	20.0	17.1	21.6	19.5	21.7	22.8	20.5	20.0	103
3,3'-二氯联苯胺	0.0	14.9	14.3	13.7	14.3	14.5	14.5	14.4	20.0	72.0
N-亚硝基二苯胺	0.0	17.1	16.6	17.6	17.0	18.7	18.6	17.6	20.0	88.0

附表 1-153　空白加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	18.8	19.4	17.5	18.7	19.3	17.1	18.5	20.0	92.4
苯胺	0.0	15.9	15.5	16.1	16.5	16.8	15.5	16.0	20.0	80.1
4-甲基苯胺	0.0	16.2	15.8	15.2	16.4	15.3	16.4	15.9	20.0	79.4
2-甲氧基苯胺	0.0	15.1	15.0	14.0	14.7	15.1	14.8	14.8	20.0	73.9
3-甲基苯胺	0.0	19.6	19.5	18.6	19.2	20.0	18.7	19.3	20.0	96.3
2-甲基苯胺	0.0	18.1	16.3	17.5	19.3	17.5	18.0	17.8	20.0	89.0
2,4-二甲基苯胺	0.0	15.6	15.7	14.4	15.9	16.4	15.6	15.6	20.0	78.0
4-硝基苯胺	0.0	21.3	23.4	20.0	23.2	23.2	20.5	21.9	20.0	110
3-硝基苯胺	0.0	35.7	35.1	42.0	39.1	40.8	41.4	39.0	40.0	97.5
4-氯苯胺	0.0	15.2	15.3	14.8	15.2	15.6	14.7	15.1	20.0	75.7
2-萘胺	0.0	15.7	15.2	14.0	14.5	15.4	14.1	14.8	20.0	74.1
2,6-二甲基苯胺	0.0	14.4	15.9	15.2	16.2	15.6	15.6	15.5	20.0	77.5
3-氯苯胺	0.0	15.9	15.0	16.0	15.7	15.9	15.9	15.7	20.0	78.6
3,3'-二氯联苯胺	0.0	15.4	15.1	14.4	15.0	15.5	14.6	15.0	20.0	75.0
N-亚硝基二苯胺	0.0	15.1	15.2	14.3	15.1	15.8	14.7	15.0	20.0	75.2

附表 1-154～附表 1-159 为 6 家验证实验室对中等浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的准确度测试数据。

附表 1-154　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	169	163	178	193	167	157	171	200	85.6
苯胺	0.0	188	177	180	176	176	174	179	200	89.3
4-甲基苯胺	0.0	174	157	159	140	131	142	150	200	75.2
2-甲氧基苯胺	0.0	162	165	163	160	159	161	162	200	80.8
3-甲基苯胺	0.0	235	201	196	186	196	189	201	200	100
2-甲基苯胺	0.0	188	179	183	169	169	171	177	200	88.3
2,4-二甲基苯胺	0.0	137	137	161	173	142	132	147	200	73.5
4-硝基苯胺	0.0	181	179	181	182	181	181	181	200	90.4
3-硝基苯胺	0.0	315	307	301	300	305	304	305	400	76.3
4-氯苯胺	0.0	152	147	148	146	146	148	148	200	73.9
2-萘胺	0.0	172	181	174	174	171	172	174	200	87.1
2,6-二甲基苯胺	0.0	136	162	152	130	146	130	143	200	71.3
3-氯苯胺	0.0	190	182	176	175	176	178	179	200	89.7
3,3’-二氯联苯胺	0.0	176	180	170	171	170	173	173	200	86.7
N-亚硝基二苯胺	0.0	172	171	170	167	173	168	170	200	85.2

附表 1-155　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	212	225	207	194	178	181	200	200	99.8
苯胺	0.0	231	245	221	220	200	203	220	200	110
4-甲基苯胺	0.0	241	243	228	216	197	197	220	200	110
2-甲氧基苯胺	0.0	241	256	222	212	188	188	218	200	109
3-甲基苯胺	0.0	241	251	217	217	195	196	219	200	110
2-甲基苯胺	0.0	166	181	160	155	135	136	156	200	77.8
2,4-二甲基苯胺	0.0	241	276	242	233	201	202	233	200	116
4-硝基苯胺	0.0	213	247	203	197	167	172	200	200	99.9

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	489	525	491	460	422	400	465	400	116
4-氯苯胺	0.0	211	258	199	194	174	166	201	200	100
2-萘胺	0.0	233	267	224	215	190	181	219	200	109
2,6-二甲基苯胺	0.0	235	260	226	210	197	196	221	200	110
3-氯苯胺	0.0	227	251	222	203	177	183	211	200	105
3,3’-二氯联苯胺	0.0	219	231	211	188	167	181	200	200	99.8
N-亚硝基二苯胺	0.0	227	248	224	207	192	193	215	200	108

附表 1-156　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	190	181	173	169	184	183	180	200	90.1
苯胺	0.0	175	196	192	189	193	189	189	200	94.5
4-甲基苯胺	0.0	227	195	178	182	199	199	197	200	98.3
2-甲氧基苯胺	0.0	189	194	190	189	185	191	189	200	94.7
3-甲基苯胺	0.0	190	187	185	184	184	179	185	200	92.4
2-甲基苯胺	0.0	202	200	197	193	196	192	197	200	98.3
2,4-二甲基苯胺	0.0	195	185	182	191	188	192	189	200	94.4
4-硝基苯胺	0.0	180	195	229	205	179	200	198	200	98.9
3-硝基苯胺	0.0	412	475	393	468	439	429	436	400	109
4-氯苯胺	0.0	196	203	221	202	190	202	202	200	101
2-萘胺	0.0	196	194	199	193	202	195	197	200	98.3
2,6-二甲基苯胺	0.0	191	211	212	209	212	204	207	200	103
3-氯苯胺	0.0	186	208	256	236	181	192	210	200	105
3,3’-二氯联苯胺	0.0	184	175	184	171	185	185	181	200	90.4
N-亚硝基二苯胺	0.0	147	155	147	155	156	148	151	200	75.7

附表 1-157　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	190	167	202	204	174	206	191	200	95.3
苯胺	0.0	236	194	235	215	250	240	228	200	114
4-甲基苯胺	0.0	211	177	210	191	172	218	196	200	98.2
2-甲氧基苯胺	0.0	204	167	204	185	216	197	196	200	97.8
3-甲基苯胺	0.0	254	207	269	246	238	234	241	200	121
2-甲基苯胺	0.0	210	176	201	184	213	204	198	200	99.1
2.4-二甲基苯胺	0.0	213	182	207	188	219	209	203	200	101
4-硝基苯胺	0.0	247	198	222	239	212	200	220	200	110
3-硝基苯胺	0.0	436	354	432	387	452	436	416	400	104
4-氯苯胺	0.0	212	176	212	194	229	212	206	200	103
2-萘胺	0.0	204	182	204	186	214	202	199	200	99.4
2.6-二甲基苯胺	0.0	199	180	191	182	204	194	192	200	95.8
3-氯苯胺	0.0	224	187	222	198	236	215	214	200	107
3,3’-二氯联苯胺	0.0	218	172	210	186	208	206	200	200	100
N-亚硝基二苯胺	0.0	181	162	184	176	162	184	175	200	87.4

附表 1-158　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	151	161	152	171	163	161	160	200	80.0
苯胺	0.0	159	151	142	144	141	140	146	200	73.0
4-甲基苯胺	0.0	226	236	224	231	228	233	230	200	115
2-甲氧基苯胺	0.0	195	203	206	207	207	210	205	200	103
3-甲基苯胺	0.0	155	148	150	154	146	146	150	200	75.0
2-甲基苯胺	0.0	251	261	263	254	248	228	251	200	126
2,4-二甲基苯胺	0.0	209	204	208	209	211	205	208	200	104
4-硝基苯胺	0.0	236	227	228	214	204	211	220	200	110

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	286	308	294	289	282	289	291	400	72.8
4-氯苯胺	0.0	197	209	214	195	209	211	206	200	103
2-萘胺	0.0	163	171	167	160	167	157	164	200	82.0
2,6-二甲基苯胺	0.0	204	191	192	195	202	203	198	200	99.0
3-氯苯胺	0.0	228	217	253	254	265	246	244	200	122
3,3’-二氯联苯胺	0.0	221	216	226	221	234	212	222	200	111
N-亚硝基二苯胺	0.0	185	197	201	192	195	205	196	200	98.0

附表 1-159　空白加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	182	177	178	174	170	176	176	200	88.2
苯胺	0.0	195	181	191	184	177	183	185	200	92.6
4-甲基苯胺	0.0	189	181	170	172	162	166	173	200	86.7
2-甲氧基苯胺	0.0	163	159	149	144	149	146	152	200	75.8
3-甲基苯胺	0.0	206	203	226	222	198	217	212	200	107
2-甲基苯胺	0.0	195	191	204	195	181	190	193	200	96.3
2,4-二甲基苯胺	0.0	173	188	177	173	175	171	176	200	88.0
4-硝基苯胺	0.0	231	227	205	197	235	232	221	200	111
3-硝基苯胺	0.0	418	414	405	434	434	390	416	400	104
4-氯苯胺	0.0	176	175	166	162	163	163	168	200	83.9
2-萘胺	0.0	167	169	167	155	158	156	162	200	80.9
2,6-二甲基苯胺	0.0	186	196	208	186	187	176	190	200	94.9
3-氯苯胺	0.0	175	183	177	168	169	168	174	200	86.8
3,3’-二氯联苯胺	0.0	176	179	171	164	166	166	171	200	85.3
N-亚硝基二苯胺	0.0	177	172	167	160	163	163	167	200	83.5

附表 1-160～附表 1-165 为 6 家验证实验室对高浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的准确度测试数据。

附表 1-160　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	355	394	348	333	357	337	354	360	98.3
苯胺	0.0	361	351	337	353	361	360	354	360	98.3
4-甲基苯胺	0.0	357	342	339	348	348	349	347	360	96.4
2-甲氧基苯胺	0.0	404	390	380	396	388	400	393	360	109
3-甲基苯胺	0.0	384	420	355	370	354	317	367	360	102
2-甲基苯胺	0.0	317	350	312	326	380	401	348	360	96.6
2,4-二甲基苯胺	0.0	359	382	364	364	363	373	367	360	102
4-硝基苯胺	0.0	379	430	396	404	402	406	403	360	112
3-硝基苯胺	0.0	700	742	784	771	780	701	746	720	104
4-氯苯胺	0.0	350	344	330	353	346	365	348	360	96.7
2-萘胺	0.0	352	349	345	320	332	320	336	360	93.5
2,6-二甲基苯胺	0.0	324	322	294	406	393	367	351	360	97.4
3-氯苯胺	0.0	376	383	374	388	387	393	384	360	107
3,3’-二氯联苯胺	0.0	347	319	387	371	369	357	358	360	99.6
N-亚硝基二苯胺	0.0	341	339	335	356	325	335	339	360	94.0

附表 1-161　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	387	348	342	362	325	390	359	360	99.8
苯胺	0.0	347	326	336	357	335	385	348	360	96.6
4-甲基苯胺	0.0	346	294	313	345	281	387	328	360	91.0
2-甲氧基苯胺	0.0	337	288	308	330	281	376	320	360	88.9
3-甲基苯胺	0.0	395	381	351	386	331	396	373	360	104
2-甲基苯胺	0.0	264	231	243	268	207	280	249	360	69.1
2,4-二甲基苯胺	0.0	334	297	328	340	308	371	330	360	91.6
4-硝基苯胺	0.0	382	397	424	384	373	381	390	360	108

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 Pi（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	694	607	706	739	651	754	692	720	96.1
4-氯苯胺	0.0	291	260	275	301	223	336	281	360	78.1
2-萘胺	0.0	302	270	291	311	256	311	290	360	80.6
2,6-二甲基苯胺	0.0	334	300	313	346	302	338	322	360	89.5
3-氯苯胺	0.0	315	281	311	333	266	377	314	360	87.2
3,3’-二氯联苯胺	0.0	296	293	309	286	279	346	302	360	83.8
N-亚硝基二苯胺	0.0	335	300	319	353	284	384	329	360	91.5

附表 1-162　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 Pi（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	337	333	328	349	339	342	338	360	93.9
苯胺	0.0	354	376	367	376	380	361	369	360	103
4-甲基苯胺	0.0	396	404	400	391	393	384	395	360	110
2-甲氧基苯胺	0.0	359	361	366	351	357	367	360	360	100
3-甲基苯胺	0.0	338	341	342	341	335	346	341	360	94.6
2-甲基苯胺	0.0	356	358	362	356	357	360	358	360	99.5
2,4-二甲基苯胺	0.0	360	351	353	350	360	350	354	360	98.4
4-硝基苯胺	0.0	330	331	354	400	362	345	354	360	98.2
3-硝基苯胺	0.0	851	710	850	778	797	749	789	720	110
4-氯苯胺	0.0	355	381	366	397	343	388	372	360	103
2-萘胺	0.0	367	353	349	386	361	366	364	360	101
2,6-二甲基苯胺	0.0	385	398	384	396	396	395	392	360	109
3-氯苯胺	0.0	441	371	390	385	386	400	396	360	110
3,3’-二氯联苯胺	0.0	333	334	385	344	350	354	350	360	97.2
N-亚硝基二苯胺	0.0	261	265	270	274	261	266	266	360	73.9

附表 1-163　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	336	351	324	313	352	347	337	360	93.6
苯胺	0.0	356	368	347	334	369	380	359	360	99.7
4-甲基苯胺	0.0	348	352	341	328	363	384	353	360	98.0
2-甲氧基苯胺	0.0	322	337	320	316	340	346	330	360	91.8
3-甲基苯胺	0.0	397	415	405	383	422	433	409	360	114
2-甲基苯胺	0.0	339	354	349	330	357	363	349	360	96.9
2,4-二甲基苯胺	0.0	321	349	322	312	338	352	332	360	92.3
4-硝基苯胺	0.0	364	405	394	356	401	407	388	360	108
3-硝基苯胺	0.0	633	687	698	660	701	679	676	720	93.9
4-氯苯胺	0.0	339	354	334	328	362	370	348	360	96.6
2-萘胺	0.0	317	334	318	305	338	349	327	360	90.8
2,6-二甲基苯胺	0.0	291	296	287	278	298	308	293	360	81.4
3-氯苯胺	0.0	377	350	336	323	350	366	350	360	97.3
3,3’-二氯联苯胺	0.0	337	353	332	318	354	366	343	360	95.4
N-亚硝基二苯胺	0.0	278	296	268	258	285	290	279	360	77.6

附表 1-164　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	330	322	349	335	313	332	330	360	91.7
苯胺	0.0	254	260	277	254	264	253	260	360	72.2
4-甲基苯胺	0.0	422	439	438	419	434	410	427	360	119
2-甲氧基苯胺	0.0	394	382	378	381	379	389	384	360	107
3-甲基苯胺	0.0	277	276	279	262	270	261	271	360	75.3
2-甲基苯胺	0.0	447	453	448	419	427	438	438	360	122
2,4-二甲基苯胺	0.0	372	376	399	376	380	397	383	360	106
4-硝基苯胺	0.0	445	447	423	413	389	395	419	360	116

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	525	547	515	546	566	525	537	720	74.6
4-氯苯胺	0.0	366	373	394	381	376	409	383	360	106
2-萘胺	0.0	297	297	301	305	291	299	299	360	83.1
2,6-二甲基苯胺	0.0	430	396	406	412	417	437	416	360	116
3-氯苯胺	0.0	468	431	428	434	446	450	443	360	123
3,3’-二氯联苯胺	0.0	415	447	449	416	401	399	421	360	117
N-亚硝基二苯胺	0.0	344	370	369	372	359	370	364	360	101

附表 1-165　空白加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	266	268	280	284	261	272	272	360	75.5
苯胺	0.0	321	324	329	346	330	325	329	360	91.4
4-甲基苯胺	0.0	283	281	281	279	288	294	284	360	79.0
2-甲氧基苯胺	0.0	264	267	273	269	274	281	271	360	75.4
3-甲基苯胺	0.0	341	362	351	357	358	380	358	360	99.5
2-甲基苯胺	0.0	300	295	325	327	314	318	313	360	87.0
2,4-二甲基苯胺	0.0	285	290	295	302	295	308	296	360	82.2
4-硝基苯胺	0.0	400	435	406	387	422	459	418	360	117
3-硝基苯胺	0.0	789	733	776	785	786	741	768	720	107
4-氯苯胺	0.0	287	290	291	292	283	301	291	360	80.7
2-萘胺	0.0	266	263	276	266	273	274	270	360	74.9
2,6-二甲基苯胺	0.0	295	282	300	309	305	297	298	360	82.8
3-氯苯胺	0.0	284	296	309	314	312	304	303	360	84.2
3,3’-二氯联苯胺	0.0	289	286	290	296	293	293	291	360	80.9
N-亚硝基二苯胺	0.0	294	298	303	315	309	320	307	360	85.2

附表 1-166～附表 1-171 为 6 家验证实验室对壤土加标低浓度样品中的目标化合物进行测定的准确度测试数据。

附表 1-166 壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	17.0	18.0	18.7	16.0	15.7	17.8	17.2	20.0	86.1
苯胺	0.0	20.9	19.8	19.0	19.5	20.4	19.5	19.9	20.0	99.3
4-甲基苯胺	0.0	17.9	18.2	20.0	18.6	19.7	19.6	19.0	20.0	94.9
2-甲氧基苯胺	0.0	20.8	20.4	22.5	21.5	21.8	22.3	21.5	20.0	108
3-甲基苯胺	0.0	18.1	18.8	19.1	19.0	19.3	19.3	18.9	20.0	94.7
2-甲基苯胺	0.0	20.0	19.4	18.9	19.6	20.0	20.1	19.7	20.0	98.3
2,4-二甲基苯胺	0.0	19.6	21.2	20.6	18.9	20.8	19.5	20.1	20.0	101
4-硝基苯胺	0.0	16.3	20.7	17.7	18.2	17.7	15.4	17.7	20.0	88.3
3-硝基苯胺	0.0	39.0	43.2	40.0	42.3	39.6	38.0	40.3	40.0	101
4-氯苯胺	0.0	20.5	20.4	19.8	20.1	18.8	17.7	19.6	20.0	97.8
2-萘胺	0.0	19.4	18.9	19.3	20.3	20.9	19.3	19.7	20.0	98.4
2,6-二甲基苯胺	0.0	20.8	21.3	18.2	14.9	20.5	21.2	19.5	20.0	97.4
3-氯苯胺	0.0	19.7	22.2	22.2	20.4	21.2	21.0	21.1	20.0	105
3,3’-二氯联苯胺	0.0	19.3	20.3	20.9	23.2	18.5	19.8	20.3	20.0	102
N-亚硝基二苯胺	0.0	20.6	21.1	17.8	19.9	18.0	18.8	19.4	20.0	96.9

附表 1-167 壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	18.0	19.9	18.9	21.8	19.7	22.8	20.2	20.0	101
苯胺	0.0	19.0	20.2	20.1	20.2	20.7	20.4	20.1	20.0	101
4-甲基苯胺	0.0	15.2	15.7	16.3	17.3	16.7	17.3	16.4	20.0	82.1
2-甲氧基苯胺	0.0	15.9	17.7	18.7	19.2	18.1	18.7	18.0	20.0	90.2
3-甲基苯胺	0.0	17.5	18.9	18.9	20.8	19.8	19.6	19.2	20.0	96.2
2-甲基苯胺	0.0	14.6	13.8	14.9	15.2	15.2	15.7	14.9	20.0	74.5
2,4-二甲基苯胺	0.0	17.5	17.5	18.3	18.6	19.6	18.8	18.4	20.0	91.8
4-硝基苯胺	0.0	18.9	20.9	16.1	19.0	17.7	21.5	19.0	20.0	95.2

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	31.0	31.8	31.7	30.7	33.2	34.8	32.2	40.0	80.4
4-氯苯胺	0.0	14.9	16.7	16.3	17.5	17.3	17.4	16.7	20.0	83.3
2-萘胺	0.0	15.2	15.1	16.4	15.9	17.1	17.0	16.1	20.0	80.6
2,6-二甲基苯胺	0.0	16.4	17.5	17.3	17.7	18.6	18.1	17.6	20.0	87.9
3-氯苯胺	0.0	16.0	16.3	16.8	17.0	17.2	15.9	16.5	20.0	82.7
3,3’-二氯联苯胺	0.0	18.8	18.9	14.4	16.4	16.7	19.1	17.4	20.0	86.9
N-亚硝基二苯胺	0.0	17.0	17.2	17.5	19.8	17.4	17.0	17.7	20.0	88.3

附表 1-168　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	22.2	18.3	19.0	21.1	19.7	16.5	19.5	20.0	97.3
苯胺	0.0	19.1	18.4	18.8	18.3	18.9	17.8	18.5	20.0	92.7
4-甲基苯胺	0.0	18.7	17.6	19.5	22.1	18.1	18.0	19.0	20.0	95.0
2-甲氧基苯胺	0.0	19.8	19.7	19.8	19.6	19.7	19.7	19.7	20.0	98.6
3-甲基苯胺	0.0	20.6	18.2	20.9	25.9	18.7	19.8	20.7	20.0	103
2-甲基苯胺	0.0	18.5	18.3	20.9	15.7	19.1	19.0	18.6	20.0	92.8
2,4-二甲基苯胺	0.0	18.1	18.6	17.8	19.8	19.2	19.8	18.9	20.0	94.3
4-硝基苯胺	0.0	20.6	17.8	21.6	25.4	23.0	21.5	21.7	20.0	108
3-硝基苯胺	0.0	39.2	37.4	46.8	42.1	51.4	50.6	44.6	40.0	111
4-氯苯胺	0.0	19.9	20.5	18.9	20.9	20.8	22.8	20.6	20.0	103
2-萘胺	0.0	22.4	19.0	20.8	19.2	19.4	20.0	20.1	20.0	101
2,6-二甲基苯胺	0.0	17.8	14.6	21.1	20.0	20.8	19.5	19.0	20.0	94.9
3-氯苯胺	0.0	21.4	18.4	15.9	18.2	19.8	21.7	19.2	20.0	96.2
3,3’-二氯联苯胺	0.0	17.0	19.1	15.5	21.8	16.7	16.0	17.7	20.0	88.5
N-亚硝基二苯胺	0.0	15.3	15.8	14.8	14.8	15.3	16.0	15.3	20.0	76.7

附表 1-169　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	19.6	19.4	19.6	20.4	18.5	19.2	19.5	20.0	97.5
苯胺	0.8	22.1	21.2	20.2	19.9	20.7	20.6	20.8	20.0	100
4-甲基苯胺	0.0	21.0	21.0	19.4	19.7	21.0	19.7	20.3	20.0	102
2-甲氧基苯胺	0.0	21.4	20.7	19.5	19.9	20.0	19.6	20.2	20.0	101
3-甲基苯胺	0.0	25.7	24.3	22.5	24.2	24.3	23.8	24.1	20.0	121
2-甲基苯胺	0.0	21.2	20.8	19.9	20.5	20.4	20.4	20.5	20.0	103
2,4-二甲基苯胺	0.7	20.7	20.8	20.1	20.3	20.1	20.1	20.4	20.0	98.4
4-硝基苯胺	0.0	25.3	25.3	24.7	23.7	24.6	24.9	24.8	20.0	124
3-硝基苯胺	0.0	46.4	41.6	43.2	39.6	39.9	35.6	41.1	40.0	103
4-氯苯胺	0.0	21.3	22.4	20.5	19.8	21.0	20.7	21.0	20.0	105
2-萘胺	0.0	22.0	21.2	19.2	20.2	18.8	19.1	20.1	20.0	101
2,6-二甲基苯胺	0.0	23.2	20.2	20.6	21.2	19.2	19.3	20.6	20.0	103
3-氯苯胺	0.0	20.7	18.0	17.9	17.8	19.9	18.0	18.7	20.0	93.5
3,3’-二氯联苯胺	0.7	21.7	22.8	20.2	20.8	21.1	20.3	21.2	20.0	103
N-亚硝基二苯胺	0.0	16.8	17.0	15.1	15.7	15.8	15.7	16.0	20.0	80.0

附表 1-170　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	19.7	19.3	19.7	19.6	19.0	18.1	19.2	20.0	96.0
苯胺	0.0	14.8	14.8	14.4	14.4	14.5	14.1	14.5	20.0	72.5
4-甲基苯胺	0.0	22.6	24.1	20.3	23.5	21.7	19.7	22.0	20.0	111
2-甲氧基苯胺	0.0	17.5	18.7	20.5	18.0	19.2	16.8	18.4	20.0	92.0
3-甲基苯胺	0.0	15.8	15.9	15.7	15.4	15.3	15.0	15.5	20.0	77.5
2-甲基苯胺	0.0	15.8	17.9	19.6	16.0	17.8	16.8	17.3	20.0	86.5
2,4-二甲基苯胺	0.0	20.9	21.0	21.9	19.6	20.9	20.7	20.8	20.0	104
4-硝基苯胺	0.0	21.9	19.7	20.3	20.0	20.3	20.0	20.4	20.0	102

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	31.7	28.5	29.3	29.7	29.7	31.4	30.1	40.0	75.3
4-氯苯胺	0.0	19.8	20.0	20.9	18.6	20.7	20.0	20.0	20.0	100
2-萘胺	0.0	17.2	16.2	17.4	17.2	17.2	17.2	17.0	20.0	85.0
2,6-二甲基苯胺	0.0	18.6	18.2	20.5	17.5	18.5	19.2	18.7	20.0	93.5
3-氯苯胺	0.0	22.2	21.2	22.9	19.9	21.2	22.2	21.6	20.0	108
3,3’-二氯联苯胺	0.0	14.0	15.0	14.8	14.5	14.8	16.8	15.0	20.0	75.0
N-亚硝基二苯胺	0.0	18.6	18.4	19.2	19.0	17.8	19.1	18.7	20.0	93.5

附表 1-171　壤土加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	19.9	16.3	18.2	16.8	18.9	18.6	18.1	20.0	90.6
苯胺	0.0	16.4	15.8	16.3	16.4	16.6	16.0	16.3	20.0	81.3
4-甲基苯胺	0.0	16.1	15.9	15.8	15.3	15.8	15.4	15.7	20.0	78.6
2-甲氧基苯胺	0.0	15.0	14.3	14.5	14.4	15.2	15.4	14.8	20.0	74.1
3-甲基苯胺	0.0	17.4	17.0	17.9	17.1	17.8	17.6	17.5	20.0	87.3
2-甲基苯胺	0.0	16.4	16.9	17.1	17.6	17.7	17.3	17.2	20.0	85.8
2,4-二甲基苯胺	0.0	15.8	15.6	15.7	15.7	15.6	15.6	15.7	20.0	78.3
4-硝基苯胺	0.0	22.8	21.5	20.7	20.3	21.9	21.3	21.4	20.0	108
3-硝基苯胺	0.0	39.9	38.1	35.6	40.3	43.3	44.1	40.2	40.0	101
4-氯苯胺	0.0	15.5	15.5	15.0	15.5	15.2	15.3	15.3	20.0	76.6
2-萘胺	0.0	15.8	15.3	15.5	15.2	15.6	15.8	15.5	20.0	77.6
2,6-二甲基苯胺	0.0	15.6	14.4	14.9	15.1	13.6	13.5	14.5	20.0	72.6
3-氯苯胺	0.0	15.1	14.6	15.4	15.1	16.3	16.3	15.5	20.0	77.4
3,3’-二氯联苯胺	0.0	15.4	15.2	15.0	15.2	15.4	15.8	15.3	20.0	76.7
N-亚硝基二苯胺	0.0	15.2	14.5	14.7	15.0	15.4	15.3	15.0	20.0	75.1

附表 1-172～附表 1-177 为 6 家验证实验室对砂土加标高浓度样品中的目标化合物进行测定的准确度测试数据。

附表 1-172　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	381	343	357	348	375	373	363	360	101
苯胺	0.0	361	353	352	358	352	350	354	360	98.4
4-甲基苯胺	0.0	344	338	352	367	358	347	351	360	97.5
2-甲氧基苯胺	0.0	393	381	395	409	394	376	391	360	109
3-甲基苯胺	0.0	388	357	376	358	392	339	368	360	102
2-甲基苯胺	0.0	318	366	438	388	454	380	391	360	109
2,4-二甲基苯胺	0.0	374	367	352	356	395	344	365	360	101
4-硝基苯胺	0.0	411	409	370	363	391	359	384	360	107
3-硝基苯胺	0.0	722	720	711	771	763	741	738	720	102
4-氯苯胺	0.0	351	359	354	370	354	376	361	360	100
2-萘胺	0.0	368	402	348	378	381	368	374	360	104
2,6-二甲基苯胺	0.0	356	334	362	352	367	356	354	360	98
3-氯苯胺	0.0	382	383	386	398	392	386	388	360	108
3,3’-二氯联苯胺	0.0	328	309	318	333	364	312	327	360	90.9
N-亚硝基二苯胺	0.0	343	341	338	352	341	336	342	360	94.9

附表 1-173　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	342	326	371	375	307	368	348	360	96.7
苯胺	0.0	348	323	332	352	326	394	346	360	96.1
4-甲基苯胺	0.0	331	287	321	358	303	372	329	360	91.3
2-甲氧基苯胺	0.0	332	286	309	327	289	355	316	360	87.9
3-甲基苯胺	0.0	369	368	371	381	346	379	369	360	103
2-甲基苯胺	0.0	257	226	247	267	206	278	247	360	68.5
2,4-二甲基苯胺	0.0	343	299	331	338	289	371	329	360	91.3
4-硝基苯胺	0.0	398	376	381	395	385	405	390	360	108

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	690	612	660	715	636	718	672	720	93.3
4-氯苯胺	0.0	278	260	278	292	231	326	277	360	77.1
2-萘胺	0.0	301	267	280	305	250	311	286	360	79.3
2,6-二甲基苯胺	0.0	338	293	322	346	306	349	326	360	90.5
3-氯苯胺	0.0	322	285	307	335	289	338	313	360	86.9
3,3’-二氯联苯胺	0.0	283	279	272	295	271	328	288	360	80.0
N-亚硝基二苯胺	0.0	322	292	311	347	294	348	319	360	88.6

附表 1-174　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	348	336	342	346	345	330	341	360	94.8
苯胺	0.0	360	369	354	371	371	364	365	360	101
4-甲基苯胺	0.0	335	348	360	342	336	326	341	360	94.7
2-甲氧基苯胺	0.0	358	367	363	361	364	365	363	360	101
3-甲基苯胺	0.0	344	347	356	355	346	345	349	360	96.9
2-甲基苯胺	0.0	360	361	371	369	360	358	363	360	101
2,4-二甲基苯胺	0.0	356	351	356	355	353	351	354	360	98.3
4-硝基苯胺	0.0	426	366	342	371	425	345	379	360	105
3-硝基苯胺	0.0	821	748	734	778	848	761	782	720	109
4-氯苯胺	0.0	365	361	398	408	387	374	382	360	106
2-萘胺	0.0	344	361	349	368	364	350	356	360	98.8
2,6-二甲基苯胺	0.0	366	398	414	381	402	373	389	360	108
3-氯苯胺	0.0	374	421	433	462	441	370	417	360	116
3,3’-二氯联苯胺	0.0	382	358	339	345	357	375	359	360	99.8
N-亚硝基二苯胺	0.0	261	265	270	282	291	264	272	360	75.6

附表 1-175　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	338	318	347	354	279	281	319	360	88.7
苯胺	2.1	376	340	408	402	322	331	363	360	100
4-甲基苯胺	0.0	367	329	384	382	308	315	347	360	96.5
2-甲氧基苯胺	0.0	329	293	355	343	275	288	314	360	87.2
3-甲基苯胺	0.0	442	396	463	457	378	386	420	360	117
2-甲基苯胺	0.0	394	347	391	388	326	335	363	360	101
2,4-二甲基苯胺	0.0	299	285	312	304	268	282	292	360	81.0
4-硝基苯胺	0.8	277	271	273	287	267	335	285	360	79.0
3-硝基苯胺	0.0	541	524	634	570	513	590	562	720	78.1
4-氯苯胺	0.0	332	314	370	346	316	326	334	360	92.8
2-萘胺	0.0	330	334	371	400	309	338	347	360	96.4
2,6-二甲基苯胺	0.0	289	272	316	298	263	280	286	360	79.5
3-氯苯胺	0.0	314	282	328	311	295	315	308	360	85.4
3,3’-二氯联苯胺	0.0	278	254	312	270	266	269	275	360	76.3
N-亚硝基二苯胺	0.0	254	257	315	255	253	287	270	360	75.0

附表 1-176　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	336	331	328	319	374	330	336	360	93.3
苯胺	0.0	261	252	268	263	275	274	266	360	73.9
4-甲基苯胺	0.0	397	402	419	429	425	349	403	360	112
2-甲氧基苯胺	0.0	386	378	413	380	387	353	383	360	106
3-甲基苯胺	0.0	265	286	277	283	258	312	280	360	77.8
2-甲基苯胺	0.0	417	409	393	385	418	351	396	360	110
2,4-二甲基苯胺	0.0	387	376	394	377	395	400	388	360	108
4-硝基苯胺	0.0	386	385	357	360	375	371	372	360	103

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	527	535	545	567	564	350	515	720	71.5
4-氯苯胺	0.0	364	375	353	351	378	361	364	360	101
2-萘胺	0.0	334	321	319	300	316	313	317	360	88.1
2,6-二甲基苯胺	0.0	350	345	355	359	377	317	351	360	97.5
3-氯苯胺	0.0	403	417	428	430	453	350	413	360	115
3,3’-二氯联苯胺	0.0	426	402	426	395	369	378	399	360	111
N-亚硝基二苯胺	0.0	358	363	382	386	383	368	373	360	104

附表 1-177　砂土加标 360 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	274	276	277	282	288	283	280	360	77.9
苯胺	0.0	274	267	271	276	275	291	276	360	76.6
4-甲基苯胺	0.0	302	294	299	301	286	280	294	360	81.5
2-甲氧基苯胺	0.0	277	276	282	285	285	277	280	360	77.9
3-甲基苯胺	0.0	310	298	301	304	310	301	304	360	84.4
2-甲基苯胺	0.0	299	302	299	332	325	311	311	360	86.5
2,4-二甲基苯胺	0.0	301	299	306	314	314	300	306	360	84.9
4-硝基苯胺	0.0	371	340	354	367	358	382	362	360	101
3-硝基苯胺	0.0	745	694	739	725	703	743	725	720	101
4-氯苯胺	0.0	290	286	284	294	287	280	287	360	79.7
2-萘胺	0.0	278	271	262	274	280	245	268	360	74.5
2,6-二甲基苯胺	0.0	299	310	295	280	300	314	300	360	83.2
3-氯苯胺	0.0	294	309	303	294	311	301	302	360	83.9
3,3’-二氯联苯胺	0.0	289	280	287	283	281	286	284	360	79.0
N-亚硝基二苯胺	0.0	307	295	306	303	309	313	305	360	84.9

附表 1-178～附表 1-183 为 6 家验证实验室对海洋沉积物加标低浓度样品中的目标化合物进行测定的准确度测试数据。

附表 1-178　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	18.1	19.6	17.7	15.7	18.4	17.7	17.9	20.0	89.3
苯胺	0.0	21.7	21.2	18.5	20.1	19.3	19.4	20.1	20.0	100
4-甲基苯胺	0.0	18.9	18.9	19.9	18.9	19.0	19.5	19.2	20.0	95.9
2-甲氧基苯胺	0.0	21.3	21.2	21.0	21.3	21.5	21.6	21.3	20.0	107
3-甲基苯胺	0.0	17.8	19.0	17.3	18.4	20.6	20.3	18.9	20.0	94.4
2-甲基苯胺	0.0	20.0	21.4	18.2	20.0	18.8	20.9	19.9	20.0	99.4
2,4-二甲基苯胺	0.0	20.5	19.2	19.5	19.8	20.9	19.3	19.9	20.0	99.4
4-硝基苯胺	0.0	20.3	21.8	24.3	24.2	23.0	21.0	22.4	20.0	112
3-硝基苯胺	0.0	41.8	41.9	39.6	39.4	37.8	40.9	40.2	40.0	101
4-氯苯胺	0.0	21.0	18.3	20.3	19.2	19.6	18.7	19.5	20.0	97.5
2-萘胺	0.0	20.7	19.3	18.0	20.8	19.9	20.5	19.9	20.0	99.3
2,6-二甲基苯胺	0.0	20.2	19.7	21.7	20.4	19.5	14.8	19.4	20.0	96.9
3-氯苯胺	0.0	21.1	20.9	21.6	21.1	20.9	20.7	21.1	20.0	105
3,3’-二氯联苯胺	0.0	21.0	21.0	22.2	21.9	19.8	20.4	21.1	20.0	105
N-亚硝基二苯胺	0.0	18.7	18.9	18.2	20.0	20.3	19.6	19.3	20.0	96.4

附表 1-179　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	19.4	19.0	21.1	22.0	24.3	18.0	20.6	20.0	103
苯胺	0.0	19.3	20.6	18.4	19.6	20.8	20.2	19.8	20.0	99.0
4-甲基苯胺	0.0	15.8	17.4	17.6	16.0	17.8	16.0	16.8	20.0	84.0
2-甲氧基苯胺	0.0	16.9	17.8	17.6	18.2	18.8	17.5	17.8	20.0	88.9
3-甲基苯胺	0.0	18.9	21.2	21.7	20.0	21.7	20.8	20.7	20.0	104
2-甲基苯胺	0.0	13.4	14.1	14.8	14.2	15.0	14.3	14.3	20.0	71.5
2,4-二甲基苯胺	0.0	17.6	18.0	17.1	18.4	18.7	18.9	18.1	20.0	90.6
4-硝基苯胺	0.0	16.7	19.1	19.4	16.3	19.7	18.5	18.3	20.0	91.4

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	32.6	34.5	33.1	32.7	33.3	33.0	33.2	40.0	83.0
4-氯苯胺	0.0	16.5	16.7	17.1	16.7	17.1	17.0	16.8	20.0	84.2
2-萘胺	0.0	15.1	16.4	16.8	15.4	16.9	16.2	16.1	20.0	80.7
2,6-二甲基苯胺	0.0	17.0	17.9	16.6	17.1	18.6	17.6	17.5	20.0	87.3
3-氯苯胺	0.0	15.8	16.8	16.3	17.3	16.2	17.6	16.7	20.0	83.3
3,3’-二氯联苯胺	0.0	16.5	17.6	16.2	15.7	19.0	16.0	16.8	20.0	84.2
N-亚硝基二苯胺	0.0	17.4	16.1	16.8	15.9	20.0	18.4	17.4	20.0	87.2

附表 1-180　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	17.3	20.9	17.7	17.0	20.5	19.7	18.8	20.0	94.2
苯胺	0.0	19.0	19.3	18.7	18.6	17.2	18.5	18.5	20.0	92.7
4-甲基苯胺	0.0	21.2	19.6	24.2	18.3	21.6	18.8	20.6	20.0	103
2-甲氧基苯胺	0.0	20.2	20.2	20.0	20.8	20.3	19.9	20.2	20.0	101
3-甲基苯胺	0.0	19.0	16.5	18.5	19.6	18.1	17.6	18.2	20.0	91.0
2-甲基苯胺	0.0	16.8	15.8	17.4	19.4	16.2	18.3	17.3	20.0	86.5
2,4-二甲基苯胺	0.0	18.1	18.7	16.7	19.7	19.8	19.4	18.7	20.0	93.7
4-硝基苯胺	0.0	20.0	22.0	21.3	21.4	22.6	22.9	21.7	20.0	109
3-硝基苯胺	0.0	43.3	41.0	40.4	43.8	31.9	38.5	39.8	40.0	99.6
4-氯苯胺	3.0	21.1	20.2	19.1	23.8	19.7	19.3	20.5	20.0	87.7
2-萘胺	0.0	20.1	19.9	19.0	20.4	20.5	19.7	19.9	20.0	99.6
2,6-二甲基苯胺	0.0	17.3	15.7	19.9	16.4	16.5	17.5	17.2	20.0	86.2
3-氯苯胺	5.3	20.7	19.0	18.6	21.2	22.4	19.2	20.2	20.0	74.5
3,3’-二氯联苯胺	0.0	21.9	16.5	16.4	18.5	20.6	15.6	18.2	20.0	91.2
N-亚硝基二苯胺	0.0	15.2	15.4	14.6	14.0	15.5	15.8	15.1	20.0	75.5

附表 1-181　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	16.1	19.1	17.6	16.6	18.8	14.8	17.2	20.0	85.8
苯胺	0.0	17.7	18.4	21.1	18.2	16.2	16.2	18.0	20.0	89.9
4-甲基苯胺	0.0	16.4	18.3	18.5	16.5	15.2	14.8	16.6	20.0	83.0
2-甲氧基苯胺	0.0	21.1	21.3	23.6	19.4	18.5	17.4	20.2	20.0	101
3-甲基苯胺	0.0	20.4	20.5	23.2	19.8	20.8	21.2	21.0	20.0	105
2-甲基苯胺	0.0	16.8	17.4	20.3	17.4	16.0	14.8	17.1	20.0	85.6
2,4-二甲基苯胺	0.0	16.1	15.5	18.4	16.4	14.3	14.4	15.8	20.0	79.2
4-硝基苯胺	2.7	25.2	22.3	25.3	21.1	21.5	21.1	22.7	20.0	100
3-硝基苯胺	0.0	33.9	31.7	35.4	31.0	28.6	29.0	31.6	40.0	79.0
4-氯苯胺	0.0	16.5	15.9	17.4	14.8	14.3	14.0	15.5	20.0	77.4
2-萘胺	0.0	16.9	16.5	17.0	15.9	14.2	14.3	15.8	20.0	79.0
2,6-二甲基苯胺	0.0	18.0	17.4	19.1	16.7	15.3	15.5	17.0	20.0	85.0
3-氯苯胺	0.0	16.7	17.8	18.0	16.7	15.3	14.2	16.5	20.0	82.3
3,3’-二氯联苯胺	0.0	20.5	18.3	18.7	17.1	16.1	16.3	17.8	20.0	89.2
N-亚硝基二苯胺	0.0	17.8	14.9	17.9	14.8	16.0	14.5	16.0	20.0	79.9

附表 1-182　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	16.5	19.4	19.2	20.0	19.0	18.2	18.7	20.0	93.5
苯胺	0.0	15.1	14.7	14.8	14.2	15.3	14.3	14.7	20.0	73.5
4-甲基苯胺	0.0	21.3	18.8	17.9	18.7	18.8	17.9	18.9	20.0	94.5
2-甲氧基苯胺	0.0	21.0	20.8	17.7	19.1	20.9	17.3	19.5	20.0	97.5
3-甲基苯胺	0.0	14.9	15.1	14.2	15.2	14.6	14.4	14.7	20.0	73.5
2-甲基苯胺	0.0	17.2	17.0	15.3	15.9	17.0	16.6	16.5	20.0	82.5
2,4-二甲基苯胺	0.0	20.3	19.7	18.7	18.2	20.2	19.1	19.4	20.0	97.0
4-硝基苯胺	0.0	25.5	22.3	22.3	21.4	21.7	22.9	22.7	20.0	114

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	28.9	28.2	31.3	27.7	28.9	28.8	29.0	40.0	72.5
4-氯苯胺	0.0	21.1	21.3	20.3	18.6	19.9	21.4	20.4	20.0	102
2-萘胺	0.0	15.8	15.7	15.4	15.2	16.5	16.2	15.8	20.0	79.0
2,6-二甲基苯胺	0.0	16.7	18.6	17.1	16.0	18.3	18.2	17.5	20.0	87.5
3-氯苯胺	0.0	22.5	22.5	18.8	21.8	21.2	20.6	21.2	20.0	106
3,3’-二氯联苯胺	0.0	14.7	15.0	15.4	15.6	14.9	15.4	15.2	20.0	76.0
N-亚硝基二苯胺	0.0	16.0	17.6	16.6	15.9	15.1	16.8	16.3	20.0	81.5

附表 1-183　海洋沉积物加标 20.0 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	18.4	17.1	18.2	17.0	17.7	15.6	17.3	20.0	86.7
苯胺	0.0	17.3	16.2	16.3	16.2	16.1	16.5	16.4	20.0	82.1
4-甲基苯胺	0.0	16.1	16.1	17.1	16.6	16.3	16.7	16.5	20.0	82.5
2-甲氧基苯胺	0.0	13.3	13.4	14.1	13.8	13.7	13.4	13.6	20.0	68.1
3-甲基苯胺	0.0	13.6	14.1	13.9	13.5	14.2	13.7	13.8	20.0	69.2
2-甲基苯胺	0.0	17.4	16.6	17.7	16.1	17.8	17.5	17.2	20.0	85.9
2,4-二甲基苯胺	0.0	17.8	17.8	17.5	16.8	17.6	18.0	17.6	20.0	87.9
4-硝基苯胺	0.0	20.7	18.6	17.8	18.2	19.2	20.7	19.2	20.0	96.1
3-硝基苯胺	0.0	34.0	42.5	41.9	34.0	37.2	40.2	38.3	40.0	95.8
4-氯苯胺	0.0	16.0	15.4	16.7	15.5	15.9	16.3	16.0	20.0	79.8
2-萘胺	0.0	16.2	16.3	17.0	15.7	16.2	16.7	16.4	20.0	81.8
2,6-二甲基苯胺	0.0	12.6	14.2	15.0	13.8	15.7	15.0	14.4	20.0	71.9
3-氯苯胺	0.0	15.9	16.0	16.6	15.8	16.0	16.7	16.2	20.0	80.8
3,3’-二氯联苯胺	0.0	16.1	15.9	16.3	15.1	15.2	15.8	15.7	20.0	78.6
N-亚硝基二苯胺	0.0	16.5	16.4	16.4	16.2	16.7	16.3	16.4	20.0	82.0

附表 1-184～附表 1-189 为 6 家验证实验室对河流沉积物加标中等浓度样品中的目标化合物进行测定的准确度测试数据。

附表 1-184　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值(μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	加标浓度(μg/kg)	回收率P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	137	143	177	168	151	191	161	200	80.5
苯胺	0.0	176	175	178	177	171	175	175	200	87.6
4-甲基苯胺	0.0	147	152	157	152	162	150	153	200	76.6
2-甲氧基苯胺	0.0	160	164	172	163	172	160	165	200	82.6
3-甲基苯胺	0.0	163	160	146	179	144	183	163	200	81.3
2-甲基苯胺	0.0	165	168	163	166	158	176	166	200	83.0
2,4-二甲基苯胺	0.0	150	147	148	153	147	143	148	200	73.9
4-硝基苯胺	0.0	163	158	160	158	155	154	158	200	79.1
3-硝基苯胺	0.0	299	304	302	298	299	307	301	400	75.3
4-氯苯胺	0.0	155	153	155	150	151	154	153	200	76.5
2-萘胺	0.0	169	168	171	163	166	170	168	200	83.9
2,6-二甲基苯胺	0.0	133	146	154	136	139	148	143	200	71.3
3-氯苯胺	0.0	176	180	183	177	171	175	177	200	88.5
3,3’-二氯联苯胺	0.0	174	174	177	171	168	169	172	200	86.1
N-亚硝基二苯胺	0.0	173	174	172	168	169	169	171	200	85.5

附表 1-185　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	样品测定值(μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	加标浓度(μg/kg)	回收率P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	217	213	200	216	211	219	213	200	106
苯胺	0.0	213	210	189	209	218	218	210	200	105
4-甲基苯胺	0.0	192	187	165	186	187	186	184	200	92.0
2-甲氧基苯胺	0.0	215	199	163	213	212	202	201	200	100
3-甲基苯胺	0.0	205	202	189	219	207	215	206	200	103
2-甲基苯胺	0.0	148	144	129	147	145	140	142	200	71.1
2,4-二甲基苯胺	0.0	212	204	174	200	207	204	200	200	100
4-硝基苯胺	0.0	213	247	203	197	167	172	200	200	99.9

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	387	367	322	403	380	383	374	400	93.4
4-氯苯胺	0.0	187	180	152	192	190	176	180	200	89.8
2-萘胺	0.0	187	168	146	176	180	179	173	200	86.3
2,6-二甲基苯胺	0.0	214	189	170	196	202	195	194	200	97.1
3-氯苯胺	0.0	208	178	165	194	190	189	187	200	93.6
3,3’-二氯联苯胺	0.0	218	209	163	212	200	202	201	200	100
N-亚硝基二苯胺	0.0	207	187	156	196	201	194	190	200	95.1

附表 1-186　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	194	182	199	193	193	181	190	200	95.2
苯胺	0.0	199	196	189	187	197	187	193	200	96.3
4-甲基苯胺	0.0	177	186	189	178	182	185	183	200	91.5
2-甲氧基苯胺	0.0	193	198	192	199	198	194	196	200	97.8
3-甲基苯胺	0.0	194	199	194	193	189	198	194	200	97.2
2-甲基苯胺	0.0	199	199	199	192	194	201	197	200	98.7
2,4-二甲基苯胺	0.0	188	194	190	188	184	187	189	200	94.3
4-硝基苯胺	0.0	254	224	212	218	239	215	227	200	113
3-硝基苯胺	0.0	441	434	378	452	375	442	420	400	105
4-氯苯胺	0.0	213	191	203	189	204	213	202	200	101
2-萘胺	0.0	200	189	193	185	182	193	190	200	95.2
2,6-二甲基苯胺	0.0	207	193	202	201	204	193	200	200	100
3-氯苯胺	0.0	204	221	236	203	216	196	213	200	106
3,3’-二氯联苯胺	0.0	220	200	210	197	219	186	205	200	103
N-亚硝基二苯胺	0.0	160	159	154	151	154	149	155	200	77.3

附表 1-187　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	13.0	140	158	147	143	170	163	153	200	70.2
苯胺	3.9	212	181	181	184	173	197	188	200	92.0
4-甲基苯胺	0.0	171	146	150	148	145	160	153	200	76.6
2-甲氧基苯胺	0.0	179	156	157	149	152	166	160	200	80.0
3-甲基苯胺	0.0	222	196	195	196	188	208	201	200	100
2-甲基苯胺	0.0	202	179	175	171	170	187	181	200	90.3
2,4-二甲基苯胺	0.5	181	150	146	142	141	155	153	200	76.0
4-硝基苯胺	0.6	205	176	174	177	167	190	182	200	90.5
3-硝基苯胺	0.0	362	302	298	306	303	346	319	400	79.9
4-氯苯胺	0.0	191	159	166	154	162	181	169	200	84.4
2-萘胺	0.0	160	149	146	143	149	158	151	200	75.4
2,6-二甲基苯胺	0.0	191	166	163	161	156	171	168	200	84.1
3-氯苯胺	0.0	191	166	165	162	172	182	173	200	86.5
3,3’-二氯联苯胺	0.0	188	157	158	149	160	175	164	200	82.1
N-亚硝基二苯胺	0.0	179	149	152	141	153	160	156	200	77.8

附表 1-188　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	样品测定值 (μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值 (μg/kg)	加标浓度 (μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	177	169	163	168	174	163	169	200	84.5
苯胺	0.0	141	143	153	145	146	155	147	200	73.5
4-甲基苯胺	0.0	180	175	179	173	184	171	177	200	88.5
2-甲氧基苯胺	0.0	195	182	170	190	184	172	182	200	91.0
3-甲基苯胺	0.0	153	148	141	157	154	142	149	200	74.5
2-甲基苯胺	0.0	208	201	204	209	188	211	203	200	102
2,4-二甲基苯胺	0.0	181	192	183	186	199	180	187	200	93.5
4-硝基苯胺	0.0	161	171	172	153	166	179	167	200	83.5

化合物名称	样品测定值(μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	加标浓度(μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	0.0	282	305	288	280	281	285	287	400	71.8
4-氯苯胺	0.0	193	199	180	189	204	172	190	200	95.0
2-萘胺	0.0	168	158	148	158	160	143	156	200	78.0
2,6-二甲基苯胺	0.0	181	180	167	173	183	165	175	200	87.5
3-氯苯胺	0.0	211	235	227	224	237	229	227	200	114
3,3’-二氯联苯胺	0.0	216	210	207	230	228	224	219	200	110
N-亚硝基二苯胺	0.0	206	214	207	214	221	205	211	200	106

附表 1-189　河流沉积物加标 200 μg/kg（以苯胺计）的准确度测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	样品测定值(μg/kg)	加标测定值（μg/kg）						平均值(μg/kg)	加标浓度(μg/kg)	回收率 P_i（%）
		1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.0	193	194	187	187	192	191	191	200	95.3
苯胺	17.3	212	204	196	189	185	186	195	200	89.0
4-甲基苯胺	1.5	188	186	185	187	188	176	185	200	91.8
2-甲氧基苯胺	0.0	144	137	159	159	145	140	147	200	73.7
3-甲基苯胺	0.0	158	159	176	169	156	156	162	200	81.0
2-甲基苯胺	0.8	193	187	181	189	179	187	186	200	92.5
2,4-二甲基苯胺	0.0	181	186	175	185	178	181	181	200	90.6
4-硝基苯胺	0.0	195	200	197	176	174	177	187	200	93.3
3-硝基苯胺	0.0	377	409	457	418	431	395	414	400	104
4-氯苯胺	2.1	190	181	178	177	181	176	181	200	89.2
2-萘胺	0.5	180	172	178	181	172	172	176	200	87.7
2,6-二甲基苯胺	0.0	186	177	154	170	164	163	169	200	84.5
3-氯苯胺	6.9	184	178	170	174	180	176	177	200	85.1
3,3’-二氯联苯胺	1.3	179	179	170	173	176	176	176	200	87.1
N-亚硝基二苯胺	0.0	192	189	186	187	188	186	188	200	94.0

1.5 内标物回收率测试数据

附表 1-190～附表 1-195 为 6 家验证实验室对石英砂、土壤和沉积物样品进行测定的内

标回收率测试数据。内标物回收率=样品中内标物的峰面积/标准溶液中内标物的峰面积×100%。

附表 1-190　内标物回收率测试数据

验证单位：南京市环境监测中心站

化合物名称	回收率（%）			
	石英砂	土壤	沉积物	汇总
联苯胺-D_8	35.0-～64.3	36.1～45.6	34.0～53.2	34.0～64.3
苯胺-D_5	21.5～43.5	24.1～45.3	23.4～38.7	21.5～45.3
4-甲基苯胺-D_9	24.3～54.5	24.1～47.5	25.9～42.8	24.1～-54.5
2-甲氧基苯胺-D_3	17.3～50.2	17.0～50.2	22.8～44.7	17.0～50.2
2-甲基苯胺-D_9	24.9～51.6	26.7～51.6	27.1～47.0	24.9～51.6
2,4-二甲基苯胺-D_6	26.7～51.4	12.5～52.9	26.4～46.8	12.5～52.9
3-硝基苯胺-D_4	37.3～55.2	40.3～51.6	34.9～51.3	34.9-～55.2
4-氯苯胺-D_2	25.7～53.1	27.3～-50.8	27.1～43.0	25.7～53.1
2-萘胺-D_7	32.6～50.0	34.1～49.0	32.7～46.0	32.6～50.0
2,6-二甲基苯胺-D_6	26.4～68.6	27.2～-53.8	27.6～67.2	26.4～68.6
3-氯苯胺-D_3	25.9～51.1	28.2～52.1	26.3～44.7	25.9～52.1
3,3’-二氯联苯胺-D_6	36.6～47.6	35.0～46.6	34.5～42.9	34.5～47.6
N-亚硝胺二苯胺-D_6	21.4～40.2	21.5～34.7	18.7-～30.6	18.7～40.2

附表 1-191　内标物回收率测试数据

验证单位：福建省环境监测中心站

化合物名称	回收率（%）			
	石英砂	土壤	沉积物	汇总
联苯胺-D_8	11.6～24.8	14.2～29.3	17.4～34.9	11.6～34.9
苯胺-D_5	23.2～51.2	27.0～57.5	40.7～52.0	23.2～57.5
4-甲基苯胺-D_9	29.4～55.7	37.6～66.5	48.4～63.5	29.4～66.5
2-甲氧基苯胺-D_3	28.5～55.3	39.8～63.2	45.8～61.5	28.5～63.2
2-甲基苯胺-D_9	28.8～63.7	41.5～68.5	51.6～64.1	28.8～68.5
2,4-二甲基苯胺-D_6	22.1～53.9	30.1～53.7	43.5～58.3	22.1～58.3
3-硝基苯胺-D_4	27.1～55.7	33.6～63.4	40.8～63.3	27.1～63.4
4-氯苯胺-D_2	28.2～55.2	33.8～66.3	45.7～64.7	28.2～66.3
2-萘胺-D7	25.6～49.3	31.1～53.5	40.4～58.0	25.6～58.0

化合物名称	回收率（%）			
	石英砂	土壤	沉积物	汇总
2,6-二甲基苯胺-D_6	27.5～56.8	40.3～66.3	46.2～64.5	27.5～66.3
3-氯苯胺-D_3	26.9～55.2	33.3～65.9	42.1～60.8	26.9～65.9
3,3’-二氯联苯胺-D_6	20.6～51.9	22.6～48.5	29.2～50.0	20.6～51.9
N-亚硝胺二苯胺-D_6	22.1～49.8	28.5～49.3	30.6～48.4	22.1～49.8

附表 1-192　内标物回收率测试数据

验证单位：广州市环境监测中心站

化合物名称	回收率（%）			
	石英砂	土壤	沉积物	汇总
联苯胺-D_8	30.1～35.1	26.8～30.2	20.0～29.9	20.0～35.1
苯胺 D_5	15.7～37.3	22.4～36.4	21.2～29.6	15.7～37.3
4-甲基苯胺-D_9	18.6～24.3	25.4～29.9	28.1～31.5	18.6～31.5
2-甲氧基苯胺-D_3	19.0～27.8	27.1～29.8	30.7～32.4	19.0～32.4
2-甲基苯胺-D_9	20.3～28.5	26.4～29.8	25.4～30.1	20.3～30.1
2,4 二甲基苯胺-D_6	17.7～23.6	24.8～29.2	26.1～31.8	17.7～31.8
3-硝基苯胺-D_4	17.4～36.8	26.0～36.4	23.8～33.4	17.4～36.8
4-氯苯胺-D_2	19.7～36.0	25.9～34.5	23.9～28.6	19.7～36.0
2-萘胺-D_7	21.8～26.4	24.6～29.1	25.2～29.2	21.8～29.2
2,6-二甲基苯胺-D_6	22.3～28.2	25.5～30.6	25.4～30.5	22.3～30.6
3-氯苯胺-D_3	23.3～34.8	27.3～34.0	23.8～30.3	23.3～34.8
3,3’-二氯联苯胺-D_6	20.5～29.0	23.9～29.5	23.2～29.5	20.5～29.5
N-亚硝胺二苯胺-D_6	21.0～34.2	30.1～35.2	28.2～31.6	21.0～35.2

附表 1-193　内标物回收率测试数据

验证单位：韶关市环境监测中心站

化合物名称	回收率（%）			
	石英砂	土壤	沉积物	汇总
联苯胺-D_8	16.4～30.7	15.5～20.4	12.0～18.4	12.0～30.7
苯胺-D_5	17.5～30.7	20.8～26.7	12.8～28.2	12.8～30.7
4-甲基苯胺-D_9	21.0～39.0	24.9～33.3	15.9～33.2	15.9～39.0
2-甲氧基苯胺-D_3	22.3～39.8	25.0～32.8	15.8～37.3	15.8～39.8
2-甲基苯胺-D_9	20.1～37.5	24.0～32.0	16.0～37.3	16.0～37.5

化合物名称	回收率（%）			
	石英砂	土壤	沉积物	汇总
2,4-二甲基苯胺-D_6	26.5～50.8	28.6～36.5	18.9～41.6	18.9～50.8
3-硝基苯胺-D_4	19.8～35.4	17.1～30.3	15.0～36.6	15.0～36.6
4-氯苯胺-D_2	21.6～36.3	23.4～33.6	16.4～39.0	16.4～39.0
2-萘胺-D_7	21.6～38.7	21.6～32.9	14.9～35.9	14.9～38.7
2,6-二甲基苯胺-D_6	25.5～42.1	21.2～32.1	17.1～42.3	17.1～42.3
3-氯苯胺-D_3	21.6～38.9	21.5～32.3	15.8～39.5	15.8～39.5
3,3’-二氯联苯胺-D_6	18.8～36.2	14.5～23.6	12.2～24.6	12.2～36.2
N-亚硝胺二苯胺-D_6	15.0～36.3	14.8～31.2	13.2～31.4	13.2～36.3

附表 1-194　内标物回收率测试数据

验证单位：华测检测认证集团股份有限公司

化合物名称	回收率（%）			
	石英砂	土壤	沉积物	汇总
联苯胺-D_8	10.2～51.7	10.1～13.9	10.2～12.9	10.1～51.7
苯胺-D_5	22.4～59.5	21.2～62.3	28.4～53.2	21.2～62.3
4-甲基苯胺-D_9	10.3～37.1	11.7～31.3	10.9～19.1	10.3～37.1
2-甲氧基苯胺-D_3	14.2～42.0	15.0～35.4	14.8～22.9	14.2～42.0
2-甲基苯胺-D_9	12.6～45.6	18.6～40.1	15.6～27.7	12.6～45.6
2,4-二甲基苯胺-D_6	13.5～56.7	21.3～49.8	23.6～33.8	13.5～56.7
3-硝基苯胺-D_4	26.8～57.7	28.6～54.4	16.6～52.7	16.6～57.7
4-氯苯胺-D_2	18.7～88.0	22.3～75.9	38.0～54.0	18.7～88.0
2-萘胺-D_7	17.7～84.8	18.3～80.8	29.1～57.0	17.7～84.8
2,6-二甲基苯胺-D_6	19.4～87.8	36.0～75.9	34.6～66.2	19.4～87.8
3-氯苯胺-D_3	20.0～89.9	28.1～85.5	39.1～59.3	20.0～89.9
3,3’-二氯联苯胺-D_6	14.7～76.1	20.8～82.6	40.8～71.0	14.7～82.6
N-亚硝基二苯胺-D_6	21.9～86.5	22.2～83.6	18.6～71.5	18.6～86.5

附表 1-195　内标物回收率测试数据

验证单位：岛津企业管理（中国）有限公司

化合物名称	回收率（%）			汇总
	石英砂	土壤	沉积物	
联苯胺-D_8	37.1～54.7	33.8～42.6	37.0～43.1	33.8～54.7
苯胺-D_5	34.6～46.5	33.0～45.5	36.4～49.0	33.0～49.0
4-甲基苯胺-D_9	42.2～53.5	39.9～51.1	41.7～52.7	39.9～53.5
2-甲氧基苯胺-D_3	46.3～60.0	44.4～56.7	44.3～54.1	44.3～60.0
2-甲基苯胺-D_9	39.7～52.0	36.6～49.4	44.2～54.0	36.6～54.0
2,4-二甲基苯胺-D_6	45.4～60.4	44.3～57.9	46.9～55.9	44.3～60.4
3-硝基苯胺-D_4	38.0～54.1	30.0～46.6	26.5～51.5	26.5～54.1
4-氯苯胺-D_2	42.0～58.5	38.9～51.3	40.4～52.0	38.9～58.5
2-萘胺-D_7	45.6～58.2	43.3～54.7	42.7～54.4	43.3～58.2
2,6-二甲基苯胺-D_6	43.6～59.7	40.3～53.4	45.2～55.6	40.3～59.7
3-氯苯胺-D_3	45.6～59.9	41.8～54.4	40.5～54.1	40.5～59.9
3,3’-二氯联苯胺-D_6	38.0～55.0	40.5～48.2	25.9～46.7	25.9～55.0
N-亚硝胺二苯胺-D_6	39.4～58.9	41.6～54.9	31.3～48.0	31.3～58.9

2 方法验证数据汇总

2.1 方法检出限、测定下限数据汇总

附表 2-1　方法检出限与测定下限数据汇总表（4 种内标定量）

化合物名称	6 家验证实验室检出限(μg/kg)						编制组检出限（μg/kg）	检出限（μg/kg）	测定下限（μg/kg）
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.9	0.7	1.4	0.7	1.3	0.7	0.3	1.4	5.6
苯胺	1.1	0.5	1.3	0.6	2.0	0.4	0.6	2.0	8.0
4-甲基苯胺	0.7	0.5	1.1	0.6	0.7	0.3	0.3	1.1	4.4
2-甲氧基苯胺	0.7	0.5	1.1	0.5	1.3	0.3	0.7	1.3	5.2
3-甲基苯胺	0.5	0.4	0.9	0.7	1.4	0.3	0.4	1.4	5.6
2-甲基苯胺	0.7	0.6	1.1	0.5	1.0	0.3	0.4	1.1	4.4
2,4-二甲基苯胺	0.6	0.6	1.2	0.6	1.4	0.3	0.3	1.4	5.6
4-硝基苯胺	0.5	0.6	1.2	0.7	1.6	0.2	0.4	1.6	6.4

化合物名称	6 家验证实验室检出限(μg/kg)						编制组检出限（μg/kg）	检出限（μg/kg）	测定下限（μg/kg）
	1	2	3	4	5	6			
3-硝基苯胺	2.6	1.3	2.1	1.5	1.2	1.8	2.0	2.6	10.4
4-氯苯胺	0.6	0.7	1.1	0.6	1.8	0.2	0.5	1.8	7.2
2-萘胺	0.7	0.4	1.3	0.6	1.2	0.2	0.3	1.3	5.2
2,6-二甲基苯胺	0.6	0.5	1.0	0.8	1.1	0.4	0.3	1.1	4.4
3-氯苯胺	0.6	0.5	1.1	0.6	1.0	0.4	0.3	1.1	4.4
3,3’-二氯联苯胺	0.3	0.6	1.2	0.7	0.7	0.2	0.3	1.2	4.8
N-亚硝基二苯胺	0.3	0.7	1.2	0.6	1.0	0.2	0.3	1.2	4.8

附表 2-2　方法检出限与测定下限数据汇总表（13 种内标定量）

化合物名称	6 家验证实验室检出限(μg/kg)						编制组检出限（μg/kg）	检出限（μg/kg）	测定下限（μg/kg）
	1	2	3	4	5	6			
联苯胺	0.9	0.7	1.4	0.7	1.3	0.7	0.3	1.4	5.6
苯胺	1.1	0.5	1.3	0.6	2.0	0.4	0.6	2.0	8.0
4-甲基苯胺	0.8	0.6	1.4	0.5	0.7	0.2	0.3	1.4	5.6
2-甲氧基苯胺	0.7	0.5	1.0	0.4	1.3	0.3	0.5	1.3	5.2
3-甲基苯胺	0.5	0.4	0.9	0.7	1.4	0.3	0.4	1.4	5.6
2-甲基苯胺	0.6	0.6	0.9	0.6	0.8	0.4	0.4	0.9	3.6
2,4-二甲基苯胺	0.7	0.7	1.4	0.5	1.1	0.3	0.4	1.4	5.6
4-硝基苯胺	0.5	0.6	1.2	0.7	1.6	0.2	0.4	1.7	6.8
3-硝基苯胺	2.3	0.8	1.9	1.4	3.5	2.3	1.2	3.5	14.0
4-氯苯胺	0.6	0.5	1.5	0.5	1.1	0.2	0.4	1.5	6.0
2-萘胺	0.6	0.4	1.1	0.5	1.2	0.2	0.3	1.2	4.8
2,6-二甲基苯胺	0.7	0.4	1.1	0.5	1.0	0.3	0.3	1.1	4.4
3-氯苯胺	0.6	0.6	1.4	0.5	0.9	0.4	0.3	1.4	5.6
3,3’-二氯联苯胺	0.3	0.6	1.2	0.7	0.7	0.2	0.3	1.0	4.0
N-亚硝基二苯胺	0.3	0.7	1.2	0.6	1.0	0.2	0.3	1.4	5.6

2.2 方法精密度数据汇总

附表 2-3 为 6 家验证实验室采用 4 种内标定量的方法验证结果的精确度数据汇总表。

附表 2-3　方法精密度数据汇总表（4 种内标定量）

化合物名称	样品类型	加标浓度 (μg/kg)	总均值 (μg/kg)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 r (μg/kg)	再现性限 R (μg/kg)
联苯胺	石英砂	20	19.4	1.3～11	7.1	4	11
		200	180	2.3～9.2	7.9	35	104
		360	332	2.1～7.2	9.4	47	156
	壤土	20	19.0	3.2～11	5.8	4	12
	砂土	360	331	1.8～11	8.7	58	179
	海洋沉积物	20	18.4	5.8～12	6.9	5	13
	河流沉积物	200	177	1.7～13	15	31	111
苯胺	石英砂	20	19.0	1.3～7.2	17	3	12
		200	191	2.9～8.8	16	34	125
		360	337	2.6～6.1	12	38	153
	壤土	20	18.2	1.8～3.8	13	2	8
	砂土	360	328	1.2～11	14	55	197
	海洋沉积物	20	17.9	2.8～9.9	12	3	10
	河流沉积物	200	181	1.4～7.5	12	26	93
4-甲基苯胺	石英砂	20	19.3	1.3～12	19	4	14
		200	192	2.5～9.6	20	37	146
		360	353	1.8～6.8	17	46	209
	壤土	20	19.2	2.0～7.3	18	4	12
	砂土	360	357	2.0～9.4	16	63	231
	海洋沉积物	20	19.1	0.80～13	13	4	13
	河流沉积物	200	189	1.7～9.1	14	33	115
2-甲氧基苯胺	石英砂	20	19.6	1.8～8.8	19	4	14
		200	191	1.4～8.8	19	38	145
		360	350	1.7～6.9	16	41	191
	壤土	20	20.0	2.6～9.4	16	4	13
	砂土	360	353	3.0～9.3	13	61	206
	海洋沉积物	20	19.2	1.1～9.3	17	3	13
	河流沉积物	200	186	3.3～13	13	41	130
3-甲基苯胺	石英砂	20	18.9	1.5～14	18	5	15
		200	200	2.6～11	17	45	152
		360	351	2.8～9.4	14	60	212
	壤土	20	18.7	2.2～7.6	16	3	11

化合物名称	样品类型	加标浓度 (μg/kg)	总均值 (μg/kg)	实验室内相对标准偏差（%）	实验室间相对标准偏差（%）	重复性限 r (μg/kg)	再现性限 R (μg/kg)
	砂土	360	346	1.7～9.0	16	60	220
	海洋沉积物	20	18.1	2.0～13	17	4	14
	河流沉积物	200	183	4.3～6.5	13	29	102
2-甲基苯胺	石英砂	20	18.8	1.9～9.5	17	4	13
		200	190	2.3～14	14	43	137
		360	344	2.3～9.6	15	67	230
	壤土	20	18.7	1.9～5.8	19	2	11
	砂土	360	354	3.8～7.2	15	59	217
	海洋沉积物	20	18.4	3.3～8.3	19	4	13
	河流沉积物	200	192	2.8～6.8	14	32	113
2,4-二甲基苯胺	石英砂	20	20.1	2.2～11	15	4	14
		200	198	5.9～11	21	46	170
		360	355	4.0～9.4	13	65	219
	壤土	20	20.0	1.6～12	14	4	12
	砂土	360	372	3.2～9.3	11	65	211
	海洋沉积物	20	20.0	2.4～12	15	4	14
	河流沉积物	200	199	5.0～7.4	20	33	140
4-硝基苯胺	石英砂	20	20.3	2.3～14	14	5	14
		200	209	0.50～15	9.2	51	150
		360	395	4.1～7.3	6.1	63	187
	壤土	20	20.8	2.4～12	12	5	15
	砂土	360	362	2.9～9.9	11	64	207
	海洋沉积物	20	20.7	4.8～8.8	8.7	5	13
	河流沉积物	200	187	2.2～15	14	46	143
3-硝基苯胺	石英砂	40	39.8	3.8～9.2	16	8	28
		400	398	2.2～9.6	24	65	314
		720	740	2.4～8.4	16	109	446
	壤土	40	39.0	4.6～14	15	10	31
	砂土	720	702	2.5～9.1	18	128	500
	海洋沉积物	40	38.1	2.3～14	13	9	28
	河流沉积物	400	381	1.2～9.6	17	74	269
4-氯苯胺	石英砂	20	21.8	2.4～8.2	12	4	13

化合物名称	样品类型	加标浓度 (μg/kg)	总均值 (μg/kg)	实验室内相对标准偏差（%）	实验室间相对标准偏差（%）	重复性限 r (μg/kg)	再现性限 R (μg/kg)
		200	211	2.7～11	8.7	44	132
		360	389	1.8～8.4	11	59	199
	壤土	20	21.2	1.0～11	12	3	11
	砂土	360	376	2.8～9.5	8.4	65	200
	海洋沉积物	20	20.0	2.3～7.4	11	4	11
	河流沉积物	200	202	1.6～9.0	6.7	41	119
2-萘胺	石英砂	20	20.5	1.8～9.6	15	4	13
		200	209	2.8～13	9.6	42	128
		360	372	3.0～8.1	7.7	57	175
	壤土	20	19.7	3.5～9.2	14	4	12
	砂土	360	363	2.4～9.0	7.9	63	191
	海洋沉积物	20	19.7	3.5～9.9	6.1	4	11
	河流沉积物	200	179	0.80～8.7	9.3	34	103
2,6-二甲基苯胺	石英砂	20	21.5	1.4～7.0	13	3	11
		200	224	3.4～8.1	22	36	167
		360	387	2.1～7.9	6.1	58	171
	壤土	20	20.7	2.8～15	11	4	13
	砂土	360	388	1.5～8.6	7.6	58	179
	海洋沉积物	20	20.3	3.0～9.0	14	5	14
	河流沉积物	200	209	2.2～9.4	16	38	137
3-氯苯胺	石英砂	20	21.0	2.9～15	12	5	15
		200	215	3.2～14	10	50	149
		360	389	1.8～7.7	6.1	54	162
	壤土	20	20.3	2.9～15	10	4	12
	砂土	360	388	1.5～9.3	9.1	64	202
	海洋沉积物	20	20.0	1.4～8.9	14	4	13
	河流沉积物	200	202	2.3～11	13	38	127
3,3'-二氯联苯胺	石英砂	20	17.6	2.6～8.2	19	3	12
		200	191	2.3～13	11	38	117
		360	344	1.2～8.0	14	55	200
	壤土	20	17.7	1.9～14	14	5	14
	砂土	360	322	1.2～7.4	16	53	200

化合物名称	样品类型	加标浓度 (μg/kg)	总均值 (μg/kg)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 r (μg/kg)	再现性限 R (μg/kg)
	海洋沉积物	20	17.5	2.2～14	13	4	13
	河流沉积物	200	189	2.0～9.7	12	34	112
N-亚硝基二苯胺	石英砂	20	17.4	3.0～11	9.1	3	10
		200	179	1.4～11	13	31	105
		360	314	1.9～11	12	50	172
	壤土	20	17.0	2.2～7.1	11	3	9
	砂土	360	314	1.7～9.5	13	46	170
	海洋沉积物	20	16.7	1.1～9.4	8.7	3	9
	河流沉积物	200	178	1.3～9.4	13	28	98

附表 2-4 为 6 家验证实验室采用 13 种内标定量的方法验证结果的精确度数据汇总表。

附表 2-4　方法精密度的数据汇总表（13 种内标定量）

化合物名称	样品类型	加标浓度 (μg/kg)	总均值 (μg/kg)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 r (μg/kg)	再现性限 R (μg/kg)
联苯胺	石英砂	20	19.4	1.3～11	7.1	4	11
		200	180	2.3～9.2	7.9	35	104
		360	332	2.1～7.2	9.4	47	156
	壤土	20	19.0	3.0～11	5.8	4	12
	砂土	360	331	1.8～11	8.7	58	179
	海洋沉积物	20	18.4	5.8～12	6.9	5	13
	河流沉积物	200	177	1.7～13	15	31	111
苯胺	石英砂	20	19.0	1.3～7.2	17	3	12
		200	191	2.9～8.8	16	34	125
		360	337	2.6～6.1	12	38	153
	壤土	20	18.2	1.8～3.8	13	2	8
	砂土	360	328	1.2～11	14	55	197
	海洋沉积物	20	17.9	2.8～9.9	12	3	10
	河流沉积物	200	181	1.4～7.5	12	26	93
4-甲基苯胺	石英砂	20	19.1	1.6～13	11	4	12
		200	194	2.1～11	16	44	147
		360	356	1.8～12	15	53	203
	壤土	20	18.7	2.1～8.7	13	4	11

化合物名称	样品 类型	加标浓度 (μg/kg)	总均值 (μg/kg)	实验室内 相对标准 偏差（%）	实验室间 相对标准 偏差（%）	重复性限 r (μg/kg)	再现性限 R (μg/kg)
	砂土	360	344	3.0～9.9	11	67	210
	海洋沉积物	20	18.1	2.2～11	9.4	4	11
	河流沉积物	200	172	2.6～6.8	8.8	20	69
2-甲氧基苯胺	石英砂	20	18.5	2.9～9.8	14	4	13
		200	187	1.4～13	14	39	129
		360	343	1.6～11	14	46	179
	壤土	20	18.8	0.40～7.1	13	3	10
	砂土	360	341	0.80～11	13	55	197
	海洋沉积物	20	18.8	1.1～11	15	4	12
	河流沉积物	200	175	1.5～9.7	13	31	104
3-甲基苯胺	石英砂	20	19.1	1.5～15	17	5	16
		200	201	2.0～11	16	43	148
		360	353	1.1～9.4	14	57	203
	壤土	20	19.3	2.2～14	16	4	14
	砂土	360	348	1.5～9.0	15	57	210
	海洋沉积物	20	17.9	2.0～7.0	17	3	12
	河流沉积物	200	179	1.8～9.9	14	29	105
2-甲基苯胺	石英砂	20	18.6	4.0～11	9.5	4	11
		200	195	1.9～12	17	34	127
		360	343	0.60～11	18	58	236
	壤土	20	18.0	2.1～9.1	12	3	10
	砂土	360	345	1.5～13	17	81	275
	海洋沉积物	20	17.1	3.9～11	11	4	11
	河流沉积物	200	179	1.8～6.7	13	22	86
2,4-二甲基苯胺	石英砂	20	19.2	3.3～11	12	4	12
		200	193	1.2～13	16	42	142
		360	344	1.4～7.9	9.0	41	141
	壤土	20	18.9	0.40～4.5	9.5	2	8
	砂土	360	339	0.70～9.2	11	47	165
	海洋沉积物	20	18.3	2.5～9.6	7.9	3	9
	河流沉积物	200	176	1.8～9.7	12	26	93
4-硝基苯胺	石英砂	20	20.3	2.3～14	14	5	14
		200	209	0.50～15	9.2	51	150

化合物名称	样品 类型	加标浓度 (μg/kg)	总均值 (μg/kg)	实验室内 相对标准 偏差（%）	实验室间 相对标准 偏差（%）	重复性限 r (μg/kg)	再现性限 R (μg/kg)
		360	395	4.1～7.3	6.1	63	187
	壤土	20	20.8	2.4～12	12	5	15
	砂土	360	362	2.9～9.9	11	64	207
	海洋沉积物	20	20.7	4.8～8.8	8.7	5	13
	河流沉积物	200	187	2.2～15	14	46	143
3-硝基苯胺	石英砂	40	38.8	1.3～13	15	10	31
		400	388	1.8～11	19	81	302
		720	701	3.2～8.0	13	110	398
	壤土	40	38.1	4.1～14	15	10	31
	砂土	720	666	3.0～16	16	134	474
	海洋沉积物	40	35.3	2.1～11	14	8	26
	河流沉积物	400	353	1.2～8.6	17	69	250
4-氯苯胺	石英砂	20	19.2	2.2～8.4	15	4	13
		200	189	1.4～17	13	46	144
		360	337	2.1～14	13	59	200
	壤土	20	18.9	1.4～6.4	13	3	9.8
	砂土	360	334	1.7～12	13	52	187
	海洋沉积物	20	17.6	1.4～8.6	12	3	10
	河流沉积物	200	179	1.4～8.3	9.5	30	96
2-萘胺	石英砂	20	18.2	2.4～8.5	14	3	10
		200	186	1.8～15	13	40	126
		360	314	1.6～7.8	11	40	146
	壤土	20	18.1	1.5～6.4	12	3	10
	砂土	360	325	2.7～9.4	13	56	193
	海洋沉积物	20.0	17.3	2.7～8.0	12	3	9
	河流沉积物	200	169	1.6～8.3	8.4	23	75
2,6-二甲基苯胺	石英砂	20	18.7	4.1～9.4	13	4	12
		200	192	2.9～12	14	38	127
		360	345	1.6～13	15	61	220
	壤土	20	18.3	4.2～13	12	5	15
	砂土	360	334	3.2～7.0	12	50	174
	海洋沉积物	20	17.2	4.1～13	9.4	5	13
	河流沉积物	200	175	2.8～7.5	12	30	99

化合物名称	样品类型	加标浓度(μg/kg)	总均值(μg/kg)	实验室内相对标准偏差（%)	实验室间相对标准偏差（%)	重复性限 r (μg/kg)	再现性限 R (μg/kg)
3-氯苯胺	石英砂	20	19.6	2.4～14	16	5	15
		200	205	3.2～15	13	57	172
		360	365	1.9～13	15	62	226
	壤土	20	18.8	3.2～12	13	4	12
	砂土	360	357	1.5～9.0	16	68	242
	海洋沉积物	20	17.8	1.4～8.9	16	4	12
	河流沉积物	200	191	2.3～7.9	13	30	106
3,3'-二氯联苯胺	石英砂	20	17.6	2.6～8.2	19	3	12
		200	191	2.3～13	11	38	117
		360	344	1.2～8.0	14	55	200
	壤土	20	17.7	1.9～14	14	5	14
	砂土	360	322	1.2～7.4	16	53	200
	海洋沉积物	20	17.5	2.2～14	13	4	13
	河流沉积物	200	189	2.0～9.7	12	34	112
N-亚硝基二苯胺	石英砂	20	17.4	3.0～11	9.1	3	10
		200	179	1.4～11	13	31	105
		360	314	1.9～11	12	50	172
	壤土	20	17.0	2.2～7.1	11	3	9
	砂土	360	314	1.7～9.5	13	46	170
	海洋沉积物	20	16.7	1.1～9.4	8.7	3	9
	河流沉积物	200	178	1.3～9.4	13	28	98

2.3 方法准确度数据汇总

附表 2-5 为 6 家验证实验室采用 4 种内标定量的方法验证结果的准确度数据汇总表。

附表 2-5　方法准确度数据汇总表（4 种内标定量）

化合物名称	样品类型	加标浓度（μg/kg）	加标回收率范围（%）	$\overline{\overline{P}}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	加标回收率最终值（%）$\overline{\overline{P}} \pm 2S_{\overline{P}}$
联苯胺	石英砂	20	88.1～108	96.9	6.7	96.9±13.4
		200	80.0～99.8	89.8	7.0	89.8±14.0
		360	75.5～99.8	92.1	8.7	92.1±17.4
	壤土	20	86.1～101	94.8	5.4	94.8±10.8

化合物名称	样品类型	加标浓度（μg/kg）	加标回收率范围（%）	$\overline{\overline{P}}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	加标回收率最终值（%）$\overline{\overline{P}} \pm 2S_{\overline{P}}$
	砂土	360	77.9～101	92.1	8.0	92.1±16.0
	海洋沉积物	20	85.8～103	92.1	6.4	92.1±12.7
	河流沉积物	200	70.2～106	88.6	12.7	88.6±25.5
苯胺	石英砂	20	76.0～117	95.4	15.8	95.4±31.6
		200	73.0～114	95.6	14.9	95.6±29.8
		360	72.2～103	93.5	11.1	93.5±22.3
	壤土	20	72.5～101	91.1	11.7	91.1±23.5
	砂土	360	73.9～101	91.0	12.3	91.0±24.7
	海洋沉积物	20	73.5～100	89.5	10.2	89.5±20.4
	河流沉积物	200	73.5～105	90.6	10.4	90.6±20.9
4-甲基苯胺	石英砂	20	73.0～127	96.1	18.2	96.1±36.3
		200	77.0～122	96.1	19.0	96.1±38.0
		360	71.7～113	97.8	16.6	97.8±33.1
	壤土	20	75.5～124	95.9	17.0	95.9±34.0
	砂土	360	73.9～115	98.9	15.0	98.9±30.0
	海洋沉积物	20	74.0～106	95.6	12.1	95.6±24.3
	河流沉积物	200	73.5～111	94.5	12.5	94.5±25.1
2-甲氧基苯胺	石英砂	20	73.5～126	97.9	17.9	97.9±35.9
		200	77.0～120	95.2	18.0	95.2±36.0
		360	73.6～114	97.2	15.2	97.2±30.3
	壤土	20	73.0～122	100	16.1	100±32.2
	砂土	360	76.7～109	97.9	11.8	97.9±23.7
	海洋沉积物	20	75.0～111	96.1	16.2	96.1±32.3
	河流沉积物	200	80.5～108	93.2	11.8	93.2±23.6
3-甲基苯胺	石英砂	20	76.0～123	94.6	16.4	94.6±32.8
		200	75.0～121	100	16.4	100±32.8
		360	75.3～114	97.6	13.2	97.6±26.4
	壤土	20	77.5～121	93.5	15.2	93.5±30.3
	砂土	360	75.6～117	96.2	14.7	96.2±29.3
	海洋沉积物	20	69.2～105	90.5	15.4	90.5±30.8
	河流沉积物	200	74.5～103	91.7	11.3	91.7±22.6

化合物名称	样品类型	加标浓度（μg/kg）	加标回收率范围（%）	$\overline{\overline{P}}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	加标回收率最终值（%）$\overline{\overline{P}} \pm 2S_{\overline{P}}$
2-甲基苯胺	石英砂	20	76.0～119	93.9	15.7	93.9±31.4
		200	79.5～118	94.8	12.6	94.8±25.2
		360	72.8～112	95.4	13.4	95.4±26.8
	壤土	20	74.0～122	93.3	17.4	93.3±34.8
	砂土	360	75.3～120	98.4	14.4	98.4±28.7
	海洋沉积物	20	73.0～116	92.1	16.7	92.1±33.4
	河流沉积物	200	75.0～111	95.8	12.9	95.8±25.8
2,4-二甲基苯胺	石英砂	20	81.5～126	100	15.3	100±30.6
		200	77.1～128	98.9	20.4	98.9±40.8
		360	83.7～116	98.7	12.6	98.7±25.1
	壤土	20	85.3～124	100	13.7	100±27.4
	砂土	360	89.4～121	103	11.0	103±22.0
	海洋沉积物	20	77.5～119	100	14.6	100±29.3
	河流沉积物	200	76.3～121	99.4	19.3	99.4±38.6
4-硝基苯胺	石英砂	20	81.5～119	101	13.7	101±27.4
		200	90.4～117	105	9.8	105±19.6
		360	98.2～117	110	6.9	110±13.7
	壤土	20	88.3～124	104	12.3	104±24.7
	砂土	360	79.0～108	101	10.8	101±21.7
	海洋沉积物	20	91.4～114	104	9.2	104±18.5
	河流沉积物	200	79.1～113	93.2	12.1	93.2±24.3
3-硝基苯胺	石英砂	40	72.0～117	99.6	15.5	99.6±31.1
		400	97.4～121	109	7.6	109±15.2
		720	71.4～119	103	16.4	103±32.8
	壤土	40	76.0～111	97.6	14.0	97.6±27.9
	砂土	720	72.4～117	97.6	17.5	97.6±35.0
	海洋沉积物	40	76.5～113	95.3	12.1	95.3±24.3
	河流沉积物	400	74.8～116	95.5	15.9	95.5±31.9
4-氯苯胺	石英砂	20	93.2～123	109	12.3	109±24.6
		200	92.1～116	105	9.2	105±18.3
		360	93.6～123	108	11.4	108±22.7

化合物名称	样品类型	加标浓度（μg/kg）	加标回收率范围（%）	$\overline{\overline{P}}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	加标回收率最终值（%）$\overline{\overline{P}}\pm 2S_{\overline{P}}$
	壤土	20	89.7～123	106	11.9	106±23.8
	砂土	360	91.7～112	105	9.0	105±18.0
	海洋沉积物	20	85.9～109	100	10.3	100±20.6
	河流沉积物	200	91.3～107	101	6.7	101±13.5
2-萘胺	石英砂	20	79.7～122	103	15.1	103±30.1
		200	93.2～117	104	10.0	104±20.0
		360	92.9～113	104	7.9	104±15.8
	壤土	20	73.1～113	98.7	14.0	98.7±27.9
	砂土	360	87.2～111	101	7.9	101±15.8
	海洋沉积物	20	90.8～109	98.6	6.1	98.6±12.2
	河流沉积物	200	75.0～96.5	89.3	8.3	89.3±16.6
2,6-二甲基苯胺	石英砂	20	96.7～125	108	13.3	108±26.7
		200	75.0～125	99.8	19.6	99.8±39.3
		360	99.0～116	108	6.7	108±13.4
	壤土	20	90.2～118	104	11.3	104±22.7
	砂土	360	97.0～122	108	8.2	108±16.5
	海洋沉积物	20	85.9～119	102	14.0	102±28.1
	河流沉积物	200	77.4～120	104	15.8	104±31.7
3-氯苯胺	石英砂	20	88.7～118	105	11.7	105±23.4
		200	89.7～119	108	10.7	108±21.4
		360	99.2～118	108	6.6	108±13.2
	壤土	20	91.2～119	101	10.1	101±20.2
	砂土	360	97.8～124	108	9.7	108±19.4
	海洋沉积物	20	77.2～114	99.9	13.8	99.9±27.5
	河流沉积物	200	87.6～122	101	12.7	101±25.4
3,3’-二氯联苯胺	石英砂	20	72.0～114	87.8	16.0	87.8±31.9
		200	85.3～111	95.5	9.9	95.5±19.7
		360	80.9～117	95.7	12.9	95.7±25.8
	壤土	20	75.0～103	88.7	12.0	88.7±23.9
	砂土	360	76.3～111	89.5	13.7	89.5±27.5
	海洋沉积物	20	76.0～105	87.4	10.4	87.4±20.9

化合物名称	样品类型	加标浓度（μg/kg）	加标回收率范围（%）	$\overline{\overline{P}}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	加标回收率最终值（%）$\overline{\overline{P}} \pm 2S_{\overline{P}}$
	河流沉积物	200	82.1～110	94.7	11.1	94.7±22.3
N-亚硝基二苯胺	石英砂	20	75.2～95.8	86.7	7.8	86.7±15.5
		200	75.7～108	89.6	11.5	89.6±23.0
		360	73.9～101	87.2	10.3	87.2±20.6
	壤土	20	75.1～96.9	85.1	9.1	85.1±18.3
	砂土	360	75.0～104	87.2	11.2	87.2±22.5
	海洋沉积物	20	75.5～96.4	83.8	7.3	83.8±14.5
	河流沉积物	200	77.3～106	89.3	11.2	89.3±22.4

结论：从表中可以看出，采用 4 种内标定量对不同浓度不同类型样品进行加标测定，其加标回收率最终值为 83.8±14.5%～110±13.7%。

附表 2-6 为 6 家验证实验室采用 13 种内标定量的方法验证结果的准确度数据汇总表。

附表 2-6　方法准确度的数据汇总表（13 种内标定量）

化合物名称	样品类型	加标浓度（μg/kg）	加标回收率范围（%）	$\overline{\overline{P}}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	加标回收率最终值（%）$\overline{\overline{P}} \pm 2S_{\overline{P}}$
联苯胺	石英砂	20	88.1～108	96.9	6.7	96.9±13.4
		200	80.0～99.8	89.8	7.0	89.8±14.0
		360	75.5～99.8	92.1	8.7	92.1±17.4
	壤土	20	86.1～101	94.8	5.4	94.8±10.8
	砂土	360	77.9～101	92.1	8.0	92.1±16.0
	海洋沉积物	20	85.8～103	92.1	6.4	92.1±12.7
	河流沉积物	200	70.2～106	88.6	12.7	88.6±25.5
苯胺	石英砂	20	76.0～117	95.4	15.8	95.4±31.6
		200	73.0～114	95.6	14.9	95.6±29.8
		360	72.2～103	93.5	11.1	93.5±22.3
	壤土	20	72.5～101	91.1	11.7	91.1±23.5
	砂土	360	73.9～102	91.0	12.3	91.0±24.7
	海洋沉积物	20	73.5～100	89.5	10.2	89.5±20.4
	河流沉积物	200	73.5～105	90.6	10.4	90.6±20.9
4-甲基苯胺	石英砂	20	79.4～111	95.4	10.4	95.4±20.8

化合物名称	样品类型	加标浓度（μg/kg）	加标回收率范围（%）	$\overline{\overline{P}}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	加标回收率最终值（%）$\overline{\overline{P}} \pm 2S_{\overline{P}}$
		200	75.2～115	97.2	14.7	97.2±29.4
		360	79.0～119	98.9	14.1	98.9±28.2
	壤土	20	78.6～111	93.9	12.1	93.9±24.2
	砂土	360	81.5～112	95.6	9.9	95.6±19.8
	海洋沉积物	20	82.5～103	90.5	8.5	90.5±17.1
	河流沉积物	200	76.6～92.0	86.2	7.5	86.2±15.0
2-甲氧基苯胺	石英砂	20	73.9～111	92.3	12.9	92.3±25.7
		200	75.8～109	93.5	12.8	93.5±25.7
		360	75.4～109	95.4	12.6	95.4±25.2
	壤土	20	74.1～108	94.0	11.7	94.0±23.3
	砂土	360	77.9～109	94.8	12.3	94.8±24.6
	海洋沉积物	20	68.1～107	93.9	14.0	93.9±27.9
	河流沉积物	200	73.7～100	87.5	10.4	87.5±20.9
3-甲基苯胺	石英砂	20	76.0～123	95.4	15.7	95.4±31.3
		200	75.0～121	101	15.9	101±31.8
		360	75.3～114	98.2	12.9	98.9±25.9
	壤土	20	77.5～121	96.6	14.8	96.6±29.5
	砂土	360	77.8～117	96.9	14.1	96.9±28.1
	海洋沉积物	20	69.2～105	89.5	15.1	89.5±30.3
	河流沉积物	200	74.5～103	89.5	12.0	89.5±23.9
2-甲基苯胺	石英砂	20	84.6～108	93.1	9.0	93.1±18.0
		200	77.8～126	97.6	16.1	97.6±32.1
		360	69.1～122	95.2	17.3	95.2±34.5
	壤土	20	74.5～103	90.2	10.2	90.2±20.3
	砂土	360	68.5～110	96.0	15.9	96.0±31.8
	海洋沉积物	20	71.5～99.4	85.2	8.9	85.2±17.9
	河流沉积物	200	71.1～102	89.6	11.2	89.6±22.5
2,4-二甲基苯胺	石英砂	20	78.0～112	95.8	11.1	95.8±22.3
		200	73.5～116	96.2	14.6	96.2±29.1
		360	82.2～106	95.4	8.5	95.4±17.0
	壤土	20	78.3～104	94.6	9.1	94.6±18.3

化合物名称	样品类型	加标浓度（μg/kg）	加标回收率范围（%）	$\overline{\overline{P}}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	加标回收率最终值（%）$\overline{\overline{P}} \pm 2S_{\overline{P}}$
	砂土	360	81.0～108	94.1	10.2	94.1±20.4
	海洋沉积物	20	79.2～99.4	91.3	7.2	91.3±14.5
	河流沉积物	200	73.9～100	88.1	10.6	88.1±21.2
4-硝基苯胺	石英砂	20	81.5～119	101	13.7	101±27.4
		200	90.4～111	105	9.8	105±19.6
		360	98.2～117	110	6.9	110±13.7
	壤土	20	88.3～124	104	12.3	104±24.7
	砂土	360	79.0～108	101	10.8	101±21.7
	海洋沉积物	20	91.4～114	104	9.2	104±18.5
	河流沉积物	200	79.1～113	93.2	12.1	93.2±24.3
3-硝基苯胺	石英砂	40	72.0～112	97.2	14.4	97.2±28.8
		400	72.8～116	97.0	18.0	97.0±36.0
		720	74.6～110	97.6	12.9	97.6±25.7
	壤土	40	75.3～111	95.3	14.1	95.3±28.2
	砂土	720	71.5～109	92.5	14.7	92.5±29.4
	海洋沉积物	40	72.5～101	88.5	11.9	88.5±23.8
	河流沉积物	400	71.8～105	88.2	14.6	88.2±29.2
4-氯苯胺	石英砂	20	75.7～119	96.1	14.4	96.1±28.8
		200	73.9～103	94.1	12.3	94.1±24.5
		360	78.1～106	93.5	11.6	93.5±23.1
	壤土	20	76.6～105	94.3	11.6	94.3±23.1
	砂土	360	77.1～106	92.8	11.9	92.8±23.9
	海洋沉积物	20	77.4～102	88.1	9.8	88.1±19.6
	河流沉积物	200	76.5～101	89.3	8.5	89.3±16.9
2-萘胺	石英砂	20	74.1～108	91.0	12.0	91.0±24.0
		200	80.9～109	92.8	11.2	92.8±22.4
		360	74.9～101	87.3	9.5	87.3±19.1
	壤土	20	77.6～101	90.6	10.7	90.6±21.5
	砂土	360	74.5～104	90.2	11.6	90.2±23.2
	海洋沉积物	20	79.0～99.6	86.6	10.0	86.6±20.1
	河流沉积物	200	75.4～95.2	84.4	7.1	84.4±14.2

化合物名称	样品类型	加标浓度（μg/kg）	加标回收率范围（%）	$\overline{\overline{P}}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	加标回收率最终值（%）$\overline{\overline{P}} \pm 2S_{\overline{P}}$
2,6-二甲基苯胺	石英砂	20	77.5～113	93.7	11.9	93.7±23.9
		200	71.3～110	95.7	13.2	95.7±26.3
		360	81.4～116	96.0	14.1	96.0±28.3
	壤土	20	72.6～103	91.6	10.5	91.6±21.0
	砂土	360	79.5～108	92.8	10.5	92.8±21.1
	海洋沉积物	20	71.9～96.9	85.8	8.0	85.8±16.1
	河流沉积物	200	71.3～100	87.4	10.3	87.4±20.6
3-氯苯胺	石英砂	20	78.6～123	98.0	15.7	98.0±31.5
		200	86.8～122	103	12.8	103±25.7
		360	84.2～123	101	14.7	101±29.5
	壤土	20	77.4～108	93.8	12.0	93.8±24.1
	砂土	360	83.9～116	99.2	15.4	99.2±30.8
	海洋沉积物	20	74.5～106	88.7	13.4	88.7±26.8
	河流沉积物	200	85.1～114	95.6	11.8	95.6±23.6
3,3’-二氯联苯胺	石英砂	20	72.0～114	87.8	16.0	87.8±31.9
		200	85.3～111	95.5	9.9	95.5±19.7
		360	80.9～117	95.7	12.9	95.7±25.8
	壤土	20	75.0～103	88.7	12.0	88.7±23.9
	砂土	360	76.3～111	89.5	13.7	89.5±27.5
	海洋沉积物	20	76.0～105	87.4	10.4	87.4±20.9
	河流沉积物	200	82.1～110	94.7	11.1	94.7±22.3
N-亚硝基二苯胺	石英砂	20	75.2～95.8	86.7	7.8	86.7±15.5
		200	75.7～108	89.6	11.5	89.6±23.0
		360	73.9～101	87.2	10.3	87.2±20.6
	壤土	20	75.1～96.9	85.1	9.1	85.1±18.3
	砂土	360	75.0～104	87.2	11.2	87.2±22.5
	海洋沉积物	20	75.5～96.4	83.8	7.3	83.8±14.5
	河流沉积物	200	77.3～106	89.3	11.2	89.3±22.4

结论：从表中可以看出，采用 13 种内标定量对不同浓度不同类型样品进行加标测定，其加标回收率最终值为 83.8±14.5%～110±13.7%。

2.4 内标物回收率数据汇总

附表 2-7　内标物回收率数据汇总表-1

化合物名称	南京站	福建站	广州站	韶关站	华测	岛津	深圳站	汇总
联苯胺-D_8	34.0~64.3	11.6~34.9	20.0~35.1	12.0~30.7	10.1~51.7	33.8~54.7	14.2~44.8	10.1~64.3
苯胺-D_5	21.5~45.3	23.2~57.5	15.7~37.3	12.8~30.7	21.2~62.3	33.0~49.0	23.3~55.6	12.8~62.3
4-甲基苯胺-D_9	24.1~54.5	29.4~66.5	18.6~31.5	15.9~39.0	10.3~37.1	39.9~53.5	23.6~58.1	10.3~66.5
2-甲氧基苯胺-D_3	17.0~50.2	28.5~63.2	19.0~32.4	15.8~39.8	14.2~42.0	44.3~60.0	23.5~54.1	14.2~63.2
2-甲基苯胺-D_9	24.9~51.6	28.8~68.5	20.3~30.1	16.0~37.5	12.6~45.6	36.6~54.0	22.3~55.2	12.6~68.5
2,4-二甲基苯胺-D_6	12.5~52.9	22.1~58.3	17.7~31.8	18.9~50.8	13.5~56.7	44.3~60.4	25.2~56.6	12.5~87.8
3-硝基苯胺-D_4	34.9~55.2	27.1~63.4	17.4~36.8	15.0~36.6	16.6~57.7	26.5~54.1	21.4~56.7	15.0~63.4
4-氯苯胺-D_2	25.7~53.1	28.2~66.3	19.7~36.0	16.4~39.0	18.7~88.0	38.9~58.5	21.9~54.8	16.4~88.0
2-萘胺-D_7	32.6~50.0	25.6~58.0	21.8~29.2	14.9~38.7	17.7~84.8	43.3~58.2	21.6~52.7	14.9~84.8
2,6-二甲基苯胺-D_6	26.4~68.6	27.5~66.3	22.3~30.6	17.1~42.3	19.4~87.8	40.3~59.7	22.2~57.7	17.1~87.8
3-氯苯胺-D_3	25.9~52.1	26.9~65.9	23.3~34.8	15.8~39.5	20.0~89.9	40.5~59.9	23.6~57.8	15.8~89.9
3,3'-二氯联苯胺-D_6	34.5~47.6	20.6~51.9	20.5~29.5	12.2~36.2	14.7~82.6	25.9~55.0	19.2~41.1	12.2~82.6
N-亚硝胺二苯胺-D_6	18.7~40.2	22.1~49.8	21.0~35.2	13.2~36.3	18.6~86.5	31.3~58.9	27.5~56.9	13.2~86.5

附表 2-8　内标物回收率数据汇总表-2

化合物名称	样品类型		
	石英砂	土壤	沉积物
联苯胺-D_8	10.2~64.3	10.1~45.6	10.2~53.2
苯胺-D_5	15.7~59.5	20.8~62.3	12.8~53.2
4-甲基苯胺-D_9	10.3~58.1	11.7~66.5	10.9~63.5
2-甲氧基苯胺-D_3	14.2~60.0	15.0~63.2	14.8~61.5
2-甲基苯胺-D_9	12.6~63.7	18.6~68.5	15.6~64.1
2,4-二甲基苯胺-D_6	13.5~60.4	12.5~57.9	18.9~58.3
3-硝基苯胺-D_4	17.4~57.7	17.1~63.4	15.0~63.3
4-氯苯胺-D_2	18.7~88.0	22.3~75.9	16.4~64.7
2-萘胺-D_7	17.7~84.8	18.3~80.8	14.9~58.0
2,6-二甲基苯胺-D_6	19.4~87.8	21.2~75.9	17.1~67.2
3-氯苯胺-D_3	20.0~89.9	21.5~85.5	15.8~60.8
3,3'-二氯联苯胺-D_6	14.7~76.1	14.5~82.6	12.2~71.0

化合物名称	样品类型		
	石英砂	土壤	沉积物
N-亚硝基二苯胺-D_6	15.0~86.5	14.8~83.6	13.2~71.5

结论：从表中可以看出，内标物的回收率范围为10.1%～89.9%。

3 方法验证结论

（1）标准编制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：选择4种内标定量测定目标化合物的方法检出限为2 μg/kg～3 μg/kg，测定下限为8 μg/kg～12 μg/kg。方法具有较好的重复性和再现性，空白样品加标测定的实验室间重复性限为3 μg/kg～109 μg/kg，再现性限为10 μg/kg～446 μg/kg；实际样品加标测定的实验室间重复性限为2 μg/kg～128 μg/kg，再现性限为8 μg/kg～500 μg/kg。对不同浓度不同类型样品进行加标测定，其加标回收率最终值为83.8±14.5%～110±13.7%。选择13种内标定量测定目标化合物的方法检出限为1 μg/kg～4 μg/kg，测定下限为4 μg/kg～16 μg/kg。方法具有较好的重复性和再现性，空白样品加标测定的实验室间重复性限为3 μg/kg～110 μg/kg，再现性限为10 μg/kg～398 μg/kg；实际样品加标测定的实验室间重复性限为2 μg/kg～134 μg/kg，再现性限为8 μg/kg～474 μg/kg。对不同浓度不同类型样品进行加标测定，其加标回收率最终值为83.8±14.5%～110±13.7%。内标物的回收率范围为10.1～89.9%。

（3）从方法验证结果可以看出，采用4种内标和13种内标两种定量模式获得的检出限、测定下限、重复性限、再现性限及加标回收率最终值等特性指标均能达到预期要求。同位素内标物价格昂贵，并且内标物数量越多，实验过程越繁琐，数据处理工作量越大。所以最后标准编制组确定选择4种内标定量模式。

（4）苯胺的检出限为2 μg/kg，3,3’-二氯联苯胺的检出限为2 μg/kg，远远低于最新发布的土壤环境质量评价标准《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018）中规定的苯胺的筛选值92 mg/kg（第一类用地）、3,3’-二氯联苯胺的筛选值1.3 mg/kg（第一类用地），所以本方法检出限满足现在环保工作的要求。