

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ□□□-202□

水质 26 种有机氯农药的测定 液液萃取/气相色谱法

Water quality—Determination of 26 organochlorine pesticides

—Liquid liquid extraction gas chromatography

（征求意见稿）

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□实施

生态环境部 发布

目 次

前 言	ii
1 适用范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法原理	1
4 干扰和消除	1
5 试剂和材料	2
6 仪器和设备	3
7 样品	3
8 分析步骤	4
9 结果计算与表示	6
10 准确度	6
11 质量保证和质量控制	7
12 注意事项	7
附录 A（规范性附录）方法检出限和测定下限	9
附录 B（资料性附录）方法准确度	10
附录 C（资料性附录）目标化合物在色谱柱 2 上的色谱图	20

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国水污染防治法》《中华人民共和国海洋环境保护法》，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范水中有机氯农药的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中26种有机氯农药的液液萃取/气相色谱法。

本标准为首次发布。

本标准的附录A为规范性附录，附录B～附录C为资料性附录。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准主要起草单位：江苏省南京环境监测中心、江苏省环境监测中心、中国环境科学研究院。

本标准验证单位：广西壮族自治区生态环境监测中心、广东省中山生态环境监测站、江苏省徐州环境监测中心、江苏康达检测技术股份有限公司、山西省太原生态环境监测中心、武汉智惠国测检测科技有限公司和浙江人欣检测研究院股份有限公司。

本标准生态环境部202□年□□月□□日批准。

本标准自202□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

水质 26种有机氯农药的测定 液液萃取/气相色谱法

警告：实验中使用的有机溶剂、标准溶液均有一定的毒性，试剂配制和样品前处理过程应在通风橱中进行，操作时应按要求佩戴防护器具，避免吸入呼吸道或接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中 26 种有机氯农药的气相色谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中六氯苯、 α -六六六、 γ -六六六、 β -六六六、七氯、 δ -六六六、艾氏剂、外环氧七氯（环氧七氯 B）、内环氧七氯（环氧七氯 A）、反-氯丹（ γ -氯丹）、*o,p'*-滴滴伊、顺-氯丹（ α -氯丹）、硫丹 I（ α -硫丹）、*p,p'*-滴滴伊、狄氏剂、*o,p'*-滴滴滴、异狄氏剂、*o,p'*-滴滴涕、*p,p'*-滴滴滴、硫丹 II（ β -硫丹）、*p,p'*-滴滴涕、异狄氏剂醛、硫丹硫酸酯、甲氧滴滴涕、异狄氏剂酮和灭蚁灵共 26 种有机氯农药的测定。

当取样体积为 100 mL，定容体积为 1.0 mL 时，26 种有机氯农药检出限在 0.002 $\mu\text{g/L}$ ～0.006 $\mu\text{g/L}$ 之间，测定下限在 0.008 $\mu\text{g/L}$ ～0.024 $\mu\text{g/L}$ 之间。详见附录 A。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用标准，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用标准，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。其他文件被新文件废止、修改、修订的，新文件适用于本标准。

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分：样品采集、贮存与运输

HJ 91.1 污水监测技术规范

HJ 91.2 地表水环境质量监测技术规范

HJ 164 地下水环境监测技术规范

HJ 442.3 近岸海域环境监测技术规范 第三部分 近岸海域水质监测

3 方法原理

水样中有机氯农药在中性或酸性条件下经正己烷液液萃取、浓缩、净化、定容后，用具有电子捕获检测器（ECD）的气相色谱仪测定，根据保留时间定性，外标法定量。

4 干扰和消除

在 ECD 上有响应的物质或与目标物具有相近保留时间的物质可能对测定产生干扰。在分析柱上，2,4,6-三硝基甲苯与 γ -六六六保留时间相近，可采用弗罗里硅土柱净化去除；醚菊酯与六氯苯、杀螨酯与 *o,p'*-滴滴滴共流出，可使用辅助定性柱分离确认；多氯联苯中有些组分与有机氯农药不能完全分离，若样品中同时存在多氯联苯，可通过质谱法定性确认。

5 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂,实验用水为新制备的不含目标化合物的蒸馏水或通过纯水设备制备的纯水。

5.1 丙酮($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$): 色谱纯。

5.2 正己烷(C_6H_{14}): 色谱纯。

5.3 氯化钠(NaCl)。

使用前置于马弗炉中于 400 °C 灼烧 4 h, 冷却后装入具塞磨口玻璃瓶密封, 置于干燥器内贮存。

5.4 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。

使用前置于马弗炉中于 400 °C 灼烧 4 h, 冷却后装入具塞磨口玻璃瓶密封, 置于干燥器内贮存。

5.5 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。

5.6 硫酸(H_2SO_4): $\rho=1.84 \text{ g/mL}$, $w \in [95.0\%, 98.0\%]$ 。

5.7 盐酸(HCl): $\rho=1.19 \text{ g/mL}$, $w \in [36.0\%, 38.0\%]$ 。

5.8 丙酮-正己烷混合溶液。

丙酮(5.1)和正己烷(5.2)以 1:9 的体积比混合。

5.9 硫酸钠溶液: $\rho(\text{Na}_2\text{SO}_4)=20 \text{ g/L}$ 。

称取 20 g 无水硫酸钠(5.4)溶于 1 L 水中, 摇匀。

5.10 盐酸溶液, 1+1。

盐酸(5.7)和水以 1:1 的体积比混合。

5.11 有机氯农药标准溶液: $\rho=1\,000 \text{ mg/L}$ 。

市售有证标准溶液, 按照标准溶液证书要求保存, 使用时应恢复至室温并摇匀。

5.12 有机氯农药混合标准中间液: $\rho=50.0 \text{ mg/L}$ 。

取适量有机氯农药标准溶液(5.11)用正己烷(5.2)稀释, $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 以下冷冻密封避光保存, 保存期 3 个月。

5.13 有机氯农药标准使用液: $\rho=1.00 \text{ mg/L}$ 。

取适量有机氯农药标准中间液(5.12)用正己烷(5.2)稀释, 临用现配。

5.14 p,p' -滴滴涕标准溶液: $\rho=1\,000 \text{ mg/L}$ 。

市售有证标准溶液, 按照标准溶液证书要求保存, 使用时应恢复至室温并摇匀。

5.15 异狄氏剂标准溶液: $\rho=1\,000 \text{ mg/L}$ 。

市售有证标准溶液, 按照标准溶液证书要求保存, 使用时应恢复至室温并摇匀。

5.16 降解率检查标准中间液: $\rho=50.0 \text{ mg/L}$ 。

取适量 p,p' -滴滴涕标准溶液(5.14)和异狄氏剂标准溶液(5.15)用正己烷(5.2)稀释。 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 以下冷冻密封避光保存, 保存期 3 个月。

5.17 降解率检查标准使用液: $\rho=1.00 \text{ mg/L}$ 。

取适量降解率检查标准中间液(5.16)用正己烷(5.2)稀释, 临用现配。

5.18 净化柱: 弗罗里硅土柱, 500 mg/6 mL, 或其他等效净化柱。

5.19 高纯氮气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5.20 淀粉-碘化钾试纸。

6 仪器和设备

6.1 采样瓶：100 mL，棕色玻璃瓶，具聚四氟乙烯内衬旋盖或磨口塞。

6.2 气相色谱仪：具分流/不分流进样口，配备电子捕获检测器（ECD）。

6.3 色谱柱 1：分析柱，30 m（柱长） $\times$ 0.25 mm（内径） $\times$ 0.25 μ m（膜厚），固定液为 35%苯基甲基聚硅氧烷的毛细管色谱柱，或其他等效毛细管色谱柱。

6.4 色谱柱 2：辅助定性柱，30 m（柱长） $\times$ 0.25 mm（内径） $\times$ 0.25 μ m（膜厚），固定液为 5%苯基 95%甲基聚硅氧烷的毛细管色谱柱，或其他等效毛细管色谱柱。

6.5 分液漏斗：100 mL、250 mL，具聚四氟乙烯旋塞。

6.6 浓缩装置：氮吹仪或其他性能相似的浓缩装置。

6.7 固相萃取装置：手动或自动，流速可调节。

6.8 微量注射器：10 μ L、50 μ L、100 μ L。

6.9 进样瓶：棕色玻璃瓶，2 mL。

6.10 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集和保存

按照 GB 17378.3、HJ 91.1、HJ 91.2、HJ 164、HJ 442.3 的相关规定采集样品，采样时不应用样品荡洗采样瓶。样品应采满瓶。若样品呈碱性，用盐酸溶液（5.10）调节 pH ≤ 7 。根据淀粉-碘化钾试纸（5.20）测试结果，若样品中有余氯存在，添加适量硫代硫酸钠（5.5）直至余氯除尽。每批次应至少采集 1 个全程序空白样品。

样品至少平行采集 3 份，采集后于 4 $^{\circ}$ C 保存，硫丹 I（ α -硫丹）和硫丹 II（ β -硫丹）需在 7 d 内萃取，其他有机氯农药在 14 d 内萃取。萃取液于 4 $^{\circ}$ C 密封避光保存，40 d 内完成分析。

7.2 试样的制备

7.2.1 萃取

将 100 mL 采样瓶中的样品全部转移至分液漏斗（6.5）中，加入 5 g 氯化钠（5.3）（海水可不加氯化钠），振荡至完全溶解。量取 30 mL 正己烷（5.2）分 2 次荡洗采样瓶，全部转移至分液漏斗中。充分振摇 5 min，期间经常开启旋塞排气，静置分层后，将下层水相全部转移至量筒，记录水样体积 V_s 。上层有机相萃取液经无水硫酸钠（5.4）除水，待净化。清洁水样萃取液可不净化，按 7.3 浓缩定容至 1.0 mL，混匀后转移至进样瓶中（6.9）待测。

7.2.2 净化

7.2.2.1 硫酸净化

将萃取液转移至分液漏斗（6.5）中，加入约 2 mL 硫酸（5.6）（注意：加硫酸后，先慢慢振摇，不断放气，然后再较快振摇），振摇约 1 min，静置分层后，弃去硫酸层。按上述步骤重复数次，直至有机相与硫酸相界面清晰均呈透明。弃去硫酸层，加入 15 mL 硫酸钠溶液（5.9），振摇十余次，静置分层后弃去下层。如此重复直至下层水相用 pH 试纸测定呈中性（用适量硫酸钠溶液冲洗分液漏斗塞子和分液漏斗口内壁，可在重复 3~4 次后洗至水相呈中性）。上层有机相经无水硫酸钠（5.4）除水，收集于浓缩管中，待浓缩。

注 1：硫酸净化不适用于狄氏剂、异狄氏剂、硫丹 II（ β -硫丹）、甲氧滴滴涕和异狄氏剂醛。

7.2.2.2 固相萃取柱净化

将 7.2.1 萃取液按 7.3 浓缩至约 1 mL。净化柱（5.18）用 6 mL 丙酮-正己烷混合溶液（5.8）活化，再用 6 mL 正己烷（5.2）平衡，在填料暴露于空气之前关闭控制阀。将浓缩至约 1 mL 的萃取液转移至净化柱，用 1 mL~2 mL 正己烷（5.2）洗涤浓缩管，重复 2~3 次，洗涤液一并转移至净化柱。缓慢打开控制阀，弃去流出液。用 6 mL 丙酮-正己烷混合溶液（5.8）洗脱，收集洗脱液于浓缩管中。待洗脱液全部流出后，吹干净化柱及管路里的残留洗脱液，全部收集于浓缩管中，待浓缩。

7.3 浓缩

将 7.2.2 净化后的溶液在 55 °C 以下浓缩至小于 1.0 mL，用正己烷（5.2）定容至 1.0 mL，混匀后转移至进样瓶（6.9）中待测。使用氮吹浓缩时保持液面微微波动；使用平行蒸发浓缩时，压力不宜骤降。

7.4 空白试样的制备

用实验用水代替样品，按照与试样的制备（7.2）相同的步骤制备实验室空白试样。

8 分析步骤

8.1 仪器参考条件

进样口温度：250 °C，进样模式：不分流。

柱温升温程序：80 °C 保持 1 min，以 20 °C/min 的速率升至 150 °C，再以 5 °C/min 的速率升至 300 °C，保持 5 min。

载气：氮气，1.0 mL/min。

检测器：ECD。

检测器温度：300 °C。

尾吹：氮气，30 mL/min。

进样体积：1.0 μ L。

8.2 校准

8.2.1 仪器性能检查

在样品分析前及连续分析时每运行 24 h，应检查 p,p' -滴滴涕、异狄氏剂的降解率，注入 1.0 μL 降解率检查使用液（5.17），测定其降解率。

若只测定六六六或滴滴涕，则仅需检查 p,p' -滴滴涕降解率；若还需测定六六六和滴滴涕之外的其他有机氯农药，则检查 p,p' -滴滴涕和异狄氏剂降解率。如果单一组分的降解率 >15% 或总降解率 >30%，需在校准前对进样口和色谱柱头进行维护。系统检查合格后，方可进行样品的测定。

降解率按照公式（1）～（3）计算：

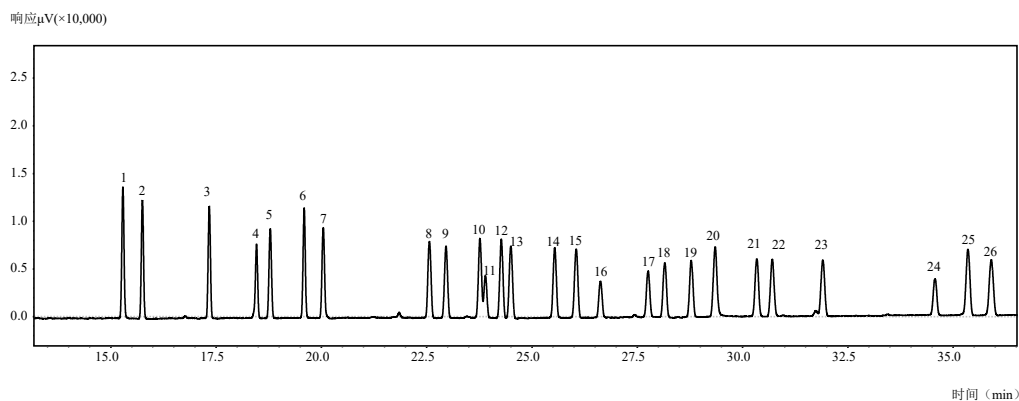
$$p,p'\text{-滴滴涕降解率}(\%) = \frac{p,p'\text{-滴滴涕伊峰面积} + p,p'\text{-滴滴涕峰面积}}{p,p'\text{-滴滴涕伊峰面积} + p,p'\text{-滴滴涕峰面积} + p,p'\text{-滴滴涕峰面积}} \times 100\% \quad (1)$$

$$\text{异狄氏剂降解率}(\%) = \frac{\text{异狄氏剂醛峰面积} + \text{异狄氏剂酮峰面积}}{\text{异狄氏剂峰面积} + \text{异狄氏剂醛峰面积} + \text{异狄氏剂酮峰面积}} \times 100\% \quad (2)$$

$$\text{总降解率}(\%) = p,p'\text{-滴滴涕降解率} + \text{异狄氏剂降解率} \quad (3)$$

8.2.2 标准曲线的建立

用微量注射器（6.8）取一定量有机氯农药标准使用液（5.13），用正己烷（5.2）配制 6 个浓度点的标准系列，质量浓度分别为 1.00 $\mu\text{g/L}$ 、2.00 $\mu\text{g/L}$ 、5.00 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ ，此为参考浓度。按照仪器参考条件（8.1），由低浓度到高浓度依次进样分析。以目标化合物浓度为横坐标，以其对应的峰面积或峰高为纵坐标，建立标准曲线。26 种有机氯农药在色谱柱 1 上的色谱图见图 1。



1——六氯苯；2—— α -六六六；3—— γ -六六六；4—— β -六六六；5——七氯；6—— δ -六六六；7——艾氏剂；8——外环氧七氯（环氧七氯 B）；9——内环氧七氯（环氧七氯 A）；10——反-氯丹（ γ -氯丹）；11—— o,p' -滴滴伊；12——顺-氯丹（ α -氯丹）；13——硫丹 I（ α -硫丹）；14—— p,p' -滴滴伊；15——狄氏剂；16—— o,p' -滴滴涕；17——异狄氏剂；18—— o,p' -滴滴涕；19—— p,p' -滴滴涕；20——硫丹 II（ β -硫丹）；21—— p,p' -滴滴涕；22——异狄氏剂醛；23——硫丹硫酸酯；24——甲氧滴滴涕；25——异狄氏剂酮；26——灭蚁灵。

图 1 26 种有机氯农药色谱图（ $\rho=10.0 \mu\text{g/L}$ ，色谱柱 1）

8.3 试样的测定

按照与标准曲线的建立（8.2.2）相同的仪器分析条件测定试样（7.2）。

8.4 空白试验

按照与试样的测定（8.3）相同的仪器分析条件测定空白试样（7.4）。

9 结果计算与表示

9.1 定性分析

根据目标化合物的保留时间定性。样品分析前，应建立保留时间窗口 $t \pm 3S$ ， t 为标准系列溶液中某目标化合物保留时间平均值， S 为标准系列溶液中某目标化合物保留时间平均值的标准偏差。当分析样品时，目标化合物保留时间应在保留时间窗口内。

当目标化合物检出时，需用色谱柱 2（6.4）进行验证。色谱柱 2 中目标化合物出峰顺序见附录 C 图 C.1。如果在色谱柱 2 也检出，视为该组分检出，否则视为该组分未检出。

9.2 定量分析

根据建立的标准曲线（8.2.2），按照目标物的峰面积或峰高，采用外标法定量。

9.3 结果计算

样品中有机氯农药的质量浓度 ρ_i 按照公式（4）计算。

$$\rho_i = \frac{\rho_{xi} \times V}{V_s} \quad (4)$$

式中： ρ_i ——样品中有机氯农药 i 的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

ρ_{xi} ——从标准曲线得到的试样中有机氯农药 i 的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

V ——试样体积， mL ；

V_s ——水样体积， mL 。

9.4 结果表示

测定结果最多保留 3 位有效数字，小数点后位数的保留与方法检出限一致。

10 准确度

10.1 精密度

7 家实验室对加标浓度为 0.010 $\mu\text{g/L}$ 、0.050 $\mu\text{g/L}$ 、0.200 $\mu\text{g/L}$ 的统一空白样品重复测定 6 次，实验室内相对标准偏差分别为：0.7%~26%、0.8%~22%、2.2%~11%；实验室间相对标准偏差分别为：7.9%~25%、4.8%~15%、7.5%~16%；重复性限分别为：0.002 $\mu\text{g/L}$ ~0.003 $\mu\text{g/L}$ 、0.008 $\mu\text{g/L}$ ~0.015 $\mu\text{g/L}$ 、0.024 $\mu\text{g/L}$ ~0.038 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为：0.003 $\mu\text{g/L}$ ~0.006 $\mu\text{g/L}$ 、0.011 $\mu\text{g/L}$ ~0.024 $\mu\text{g/L}$ 、0.050 $\mu\text{g/L}$ ~0.093 $\mu\text{g/L}$ 。

7 家实验室对地表水加标浓度为 0.050 µg/L、地下水加标浓度为 0.010 µg/L、海水加标浓度为 0.200 µg/L、生活污水加标浓度为 0.450 µg/L、工业废水加标浓度为 0.450 µg/L 的非统一样品重复测定 6 次，实验室内相对标准偏差分别为 1.5%~24%、1.7%~24%、2.3%~16%、1.9%~25%、1.0%~20%。

精密度结果统计见附录 B 中的表 B.1。

10.2 正确度

7 家实验室对加标浓度为 0.010 µg/L、0.050 µg/L、0.200 µg/L 的统一空白样品重复测定 6 次，加标回收率分别为 87.3%~102%、84.4%~101%、84.6%~103%。加标回收率最终值分别为 $89.8\% \pm 43.0\%$ ~ $96.4\% \pm 40.4\%$ 、 $84.4\% \pm 24.8\%$ ~ $101\% \pm 29.2\%$ 、 $84.6\% \pm 25.6\%$ ~ $103\% \pm 28.2\%$ 。

7 家实验室对地表水加标浓度为 0.050 µg/L、地下水加标浓度为 0.010 µg/L、海水加标浓度为 0.200 µg/L、生活污水加标浓度为 0.450 µg/L、工业废水加标浓度为 0.450 µg/L 的非统一样品重复测定 6 次，加标回收率分别为 84.6%~104%、82.6%~101%、82.5%~97.8%、81.8%~96.5%、78.3%~90.7%。

正确度结果统计见附录 B 中的表 B.2。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

每 20 个样品或每批次（少于 20 个）至少分析 1 个实验室空白。实验室空白和全程序空白中目标化合物的浓度均应低于方法检出限。

11.2 校准

标准曲线的相关系数应 ≥ 0.990 。每 20 个样品或每批次（少于 20 个）应分析一次曲线中间浓度点标准溶液，其测定结果与标准曲线该点浓度的相对误差应在 $\pm 20\%$ 以内，否则应重新绘制标准曲线。

11.3 平行样

每 20 个样品或每批次（少于 20 个）应测定 1 个平行样，平行样测定结果的相对偏差应在 $\pm 30\%$ 以内。

11.4 基体加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个）应测定 1 个基体加标样品，回收率应在 60%~130 % 之间。

12 注意事项

12.1 使用硫酸时，应注意安全。硫酸废液应单独收集，不应与其他有机废液混合。

12.2 使用新批次净化柱前，应先检查目标化合物回收率，回收率满足 11.4 要求方可使用。

附 录 A
(规范性附录)
方法检出限和测定下限

当取样体积为 100 mL，定容体积为 1.0 mL 时，26 种有机氯农药的方法检出限和测定下限见表 A.1。

表 A.1 方法检出限及测定下限

序号	化合物名称	CAS No.	方法检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)
1	六氯苯	118-74-1	0.002	0.008
2	α -六六六	319-84-6	0.002	0.008
3	γ -六六六	58-89-9	0.002	0.008
4	β -六六六	319-85-7	0.002	0.008
5	七氯	76-44-8	0.002	0.008
6	δ -六六六	319-86-8	0.002	0.008
7	艾氏剂	309-00-2	0.004	0.016
8	外环氧七氯 (环氧七氯 B)	1024-57-3	0.003	0.012
9	内环氧七氯 (环氧七氯 A)	28044-83-9	0.003	0.012
10	反-氯丹 (γ -氯丹)	5103-74-2	0.003	0.012
11	<i>o,p'</i> -滴滴伊	3424-82-6	0.004	0.016
12	顺-氯丹 (α -氯丹)	5103-71-9	0.003	0.012
13	硫丹 I (α -硫丹)	959-98-8	0.003	0.012
14	<i>p,p'</i> -滴滴伊	72-55-9	0.002	0.008
15	狄氏剂	60-57-1	0.003	0.012
16	<i>o,p'</i> -滴滴涕	53-19-0	0.005	0.020
17	异狄氏剂	72-20-8	0.004	0.016
18	<i>o,p'</i> -滴滴涕	789-02-6	0.002	0.008
19	<i>p,p'</i> -滴滴涕	72-54-8	0.002	0.008
20	硫丹 II (β -硫丹)	33213-65-9	0.003	0.012
21	<i>p,p'</i> -滴滴涕	50-29-3	0.002	0.008
22	异狄氏剂醛	7421-93-4	0.003	0.012
23	硫丹硫酸酯	1031-07-8	0.003	0.012
24	甲氧滴滴涕	72-43-5	0.006	0.024
25	异狄氏剂酮	53191-70-5	0.003	0.012
26	灭蚊灵	2385-85-5	0.003	0.012

附 录 B
(资料性附录)
方法准确度

本方法的精密度汇总数据见表 B.1，正确度汇总数据见表 B.2。

表 B.1 精密度汇总表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (μg/L)	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限 <i>r</i> (μg/L)	再现性限 <i>R</i> (μg/L)
1	六氯苯	空白	0.010	3.3~15	11	0.002	0.003
		空白	0.050	1.8~17	12	0.012	0.018
		空白	0.200	3.8~8.0	11	0.032	0.065
		地下水	0.010	2.9~24	/	/	/
		地表水	0.050	2.0~15	/	/	/
		海水	0.200	2.6~14	/	/	/
		生活污水	0.450	2.1~14	/	/	/
		工业废水	0.450	1.3~15	/	/	/
2	α -六六六	空白	0.010	1.2~19	10	0.002	0.003
		空白	0.050	2.0~15	13	0.011	0.019
		空白	0.200	3.4~10	12	0.038	0.071
		地下水	0.010	1.5~23	/	/	/
		地表水	0.050	1.9~16	/	/	/
		海水	0.200	2.5~18	/	/	/
		生活污水	0.450	1.9~14	/	/	/
		工业废水	0.450	1.4~15	/	/	/
3	γ -六六六	空白	0.010	0.7~1.3	10	0.002	0.004
		空白	0.050	1.5~15	13	0.011	0.019
		空白	0.200	3.4~10	10	0.035	0.062
		地下水	0.010	1.8~18	/	/	/
		地表水	0.050	2.1~6.0	/	/	/
		海水	0.200	2.6~14	/	/	/
		生活污水	0.450	2.1~14	/	/	/
		工业废水	0.450	1.0~15	/	/	/
4	β -六六六	空白	0.010	4.0~26	9.6	0.003	0.004
		空白	0.050	2.1~11	5.7	0.008	0.011
		空白	0.200	4.0~7.1	8.7	0.030	0.054
		地下水	0.010	2.4~20	/	/	/
		地表水	0.050	1.7~14	/	/	/
		海水	0.200	2.4~12	/	/	/
		生活污水	0.450	1.9~14	/	/	/
		工业废水	0.450	4.0~10	/	/	/
5	七氯	空白	0.010	4.1~20	11	0.003	0.004
		空白	0.050	1.6~17	7.8	0.011	0.014

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)
		空白	0.200	2.5~7.2	11	0.028	0.064
		地下水	0.010	2.7~18	/	/	/
		地表水	0.050	2.5~7.1	/	/	/
		海水	0.200	2.7~13	/	/	/
		生活污水	0.450	2.1~12	/	/	/
		工业废水	0.450	1.2~11	/	/	/
6	δ -六六六	空白	0.010	1.2~15	14	0.002	0.004
		空白	0.050	1.8~13	8.5	0.010	0.014
		空白	0.200	2.8~8.0	9.7	0.031	0.058
		地下水	0.010	2.3~20	/	/	/
		地表水	0.050	2.3~18	/	/	/
		海水	0.200	2.7~10	/	/	/
		生活污水	0.450	2.6~13	/	/	/
		工业废水	0.450	1.0~15	/	/	/
7	艾氏剂	空白	0.010	6.8~16	19	0.003	0.005
		空白	0.050	1.0~8.8	14	0.012	0.020
		空白	0.200	4.0~8.0	15	0.031	0.077
		地下水	0.010	1.7~18	/	/	/
		地表水	0.050	2.9~15	/	/	/
		海水	0.200	2.7~11	/	/	/
		生活污水	0.450	2.3~14	/	/	/
		工业废水	0.450	2.0~18	/	/	/
8	外环氧七氯 (环氧七氯 B)	空白	0.010	3.1~12	7.9	0.002	0.003
		空白	0.050	2.3~14	9.4	0.009	0.015
		空白	0.200	2.8~7.0	11	0.029	0.063
		地下水	0.010	3.0~19	/	/	/
		地表水	0.050	2.3~18	/	/	/
		海水	0.200	2.6~8.8	/	/	/
		生活污水	0.450	2.0~13	/	/	/
		工业废水	0.450	1.1~12	/	/	/
9	内环氧七氯 (环氧七氯 A)	空白	0.010	3.5~19	10	0.002	0.004
		空白	0.050	3.9~13	8.4	0.011	0.015
		空白	0.200	3.1~6.9	11	0.026	0.062
		地下水	0.010	2.9~22	/	/	/
		地表水	0.050	3.0~24	/	/	/
		海水	0.200	2.6~7.7	/	/	/
		生活污水	0.450	2.6~11	/	/	/
		工业废水	0.450	1.4~13	/	/	/
10	反-氯丹 (γ -氯丹)	空白	0.010	3.6~13	9.8	0.002	0.003
		空白	0.050	1.5~13	7.6	0.009	0.012
		空白	0.200	3.1~7.3	9.4	0.027	0.055

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)
		地下水	0.010	2.4~18	/	/	/
		地表水	0.050	2.4~15	/	/	/
		海水	0.200	2.7~6.8	/	/	/
		生活污水	0.450	2.4~15	/	/	/
		工业废水	0.450	2.0~14	/	/	/
11	<i>o,p'</i> -滴滴伊	空白	0.010	4.1~20	13	0.003	0.004
		空白	0.050	4.8~17	0.012	0.016	0.012
		空白	0.200	3.0~7.7	12	0.028	0.069
		地下水	0.010	3.0~21	/	/	/
		地表水	0.050	2.8~16	/	/	/
		海水	0.200	2.5~8.0	/	/	/
		生活污水	0.450	2.5~11	/	/	/
		工业废水	0.450	1.3~16	/	/	/
12	顺-氯丹 (α -氯丹)	空白	0.010	2.8~13	11	0.002	0.003
		空白	0.050	0.9~19	11	0.011	0.017
		空白	0.200	3.2~8.0	9.1	0.031	0.056
		地下水	0.010	3.1~22	/	/	/
		地表水	0.050	2.2~20	/	/	/
		海水	0.200	2.8~7.0	/	/	/
		生活污水	0.450	3.4~13	/	/	/
		工业废水	0.450	1.9~16	/	/	/
13	硫丹 I (α -硫丹)	空白	0.010	1.1~23	16	0.002	0.005
		空白	0.050	0.8~14	8.2	0.010	0.014
		空白	0.200	2.8~8.0	8.0	0.029	0.050
		地下水	0.010	1.6~19	/	/	/
		地表水	0.050	2.0~18	/	/	/
		海水	0.200	2.7~7.0	/	/	/
		生活污水	0.450	2.1~12	/	/	/
		工业废水	0.450	2.0~11	/	/	/
14	<i>p,p'</i> -滴滴伊	空白	0.010	0.8~11	19	0.002	0.005
		空白	0.050	0.9~14	13	0.010	0.020
		空白	0.200	4.1~8.0	7.5	0.033	0.050
		地下水	0.010	2.8~18	/	/	/
		地表水	0.050	2.2~8.5	/	/	/
		海水	0.200	2.6~8.7	/	/	/
		生活污水	0.450	2.4~12	/	/	/
		工业废水	0.450	1.5~19	/	/	/
15	狄氏剂	空白	0.010	2.9~15	13	0.002	0.004
		空白	0.050	3.2~14	9.4	0.009	0.015
		空白	0.200	3.6~8.2	9.9	0.034	0.062
		地下水	0.010	2.4~14	/	/	/

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)
		地表水	0.050	1.8~20	/	/	/
		海水	0.200	2.5~7.1	/	/	/
		生活污水	0.450	2.3~12	/	/	/
		工业废水	0.450	2.2~14	/	/	/
16	<i>o,p'</i> -滴滴涕	空白	0.010	3.4~11	22	0.002	0.006
		空白	0.050	2.4~12	12	0.011	0.018
		空白	0.200	3.0~7.3	12	0.024	0.064
		地下水	0.010	2.8~17	/	/	/
		地表水	0.050	3.3~9.2	/	/	/
		海水	0.200	2.5~7.6	/	/	/
		生活污水	0.450	2.6~13	/	/	/
		工业废水	0.450	1.6~13	/	/	/
17	异狄氏剂	空白	0.010	3.3~11	14	0.002	0.004
		空白	0.050	1.8~16	13	0.009	0.020
		空白	0.200	3.2~6.9	14	0.029	0.083
		地下水	0.010	3.4~17	/	/	/
		地表水	0.050	3.1~17	/	/	/
		海水	0.200	2.6~7.3	/	/	/
		生活污水	0.450	2.5~12	/	/	/
		工业废水	0.450	1.4~14	/	/	/
18	<i>o,p'</i> -滴滴涕	空白	0.010	3.3~8.9	19	0.002	0.005
		空白	0.050	1.1~14	8.0	0.011	0.014
		空白	0.200	3.4~9.0	9.6	0.036	0.060
		地下水	0.010	1.5~18	/	/	/
		地表水	0.050	2.6~8.8	/	/	/
		海水	0.200	2.8~8.0	/	/	/
		生活污水	0.450	2.7~15	/	/	/
		工业废水	0.450	1.4~14	/	/	/
19	<i>p,p'</i> -滴滴涕	空白	0.010	2.4~14	8.4	0.002	0.003
		空白	0.050	3.9~14	12	0.011	0.018
		空白	0.200	3.9~8.2	11	0.032	0.066
		地下水	0.010	3.1~17	/	/	/
		地表水	0.050	2.5~6.0	/	/	/
		海水	0.200	2.9~8.2	/	/	/
		生活污水	0.450	2.6~13	/	/	/
		工业废水	0.450	1.5~14	/	/	/
20	硫丹 II (β -硫丹)	空白	0.010	3.1~13	12	0.002	0.003
		空白	0.050	1.0~15	8.0	0.010	0.014
		空白	0.200	2.9~9.0	11	0.034	0.066
		地下水	0.010	4.2~19	/	/	/
		地表水	0.050	2.3~17	/	/	/

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)
		海水	0.200	2.9~7.3	/	/	/
		生活污水	0.450	2.5~13	/	/	/
		工业废水	0.450	1.7~13	/	/	/
21	<i>p,p'</i> -滴滴涕	空白	0.010	2.7~10	13	0.002	0.004
		空白	0.050	1.9~18	7.1	0.015	0.017
		空白	0.200	3.4~8.3	9.8	0.033	0.060
		地下水	0.010	3.5~22	/	/	/
		地表水	0.050	2.3~14	/	/	/
		海水	0.200	2.7~11	/	/	/
		生活污水	0.450	2.9~13	/	/	/
		工业废水	0.450	2.0~13	/	/	/
22	异狄氏剂醛	空白	0.010	3.0~12	18	0.002	0.005
		空白	0.050	2.1~16	13	0.012	0.020
		空白	0.200	4.4~11	11	0.036	0.068
		地下水	0.010	5.5~18	/	/	/
		地表水	0.050	5.9~9.0	/	/	/
		海水	0.200	2.3~17	/	/	/
		生活污水	0.450	2.0~25	/	/	/
		工业废水	0.450	1.6~20	/	/	/
23	硫丹硫酸酯	空白	0.010	3.3~11	24	0.002	0.006
		空白	0.050	1.0~14	11	0.009	0.017
		空白	0.200	2.2~7.4	14	0.030	0.083
		地下水	0.010	2.9~20	/	/	/
		地表水	0.050	2.8~12	/	/	/
		海水	0.200	2.8~11	/	/	/
		生活污水	0.450	2.0~14	/	/	/
		工业废水	0.450	1.4~20	/	/	/
24	甲氧滴滴涕	空白	0.010	3.6~22	16	0.003	0.005
		空白	0.050	1.0~13	14	0.013	0.024
		空白	0.200	4.5~7.8	16	0.035	0.093
		地下水	0.010	6.5~18	/	/	/
		地表水	0.050	2.8~16	/	/	/
		海水	0.200	3.3~7.5	/	/	/
		生活污水	0.450	3.4~10	/	/	/
		工业废水	0.450	2.1~18	/	/	/
25	异狄氏剂酮	空白	0.010	3.2~11	20	0.002	0.006
		空白	0.050	1.8~17	11	0.011	0.018
		空白	0.200	3.8~7.3	8.6	0.035	0.057
		地下水	0.010	2.8~18	/	/	/
		地表水	0.050	1.8~13	/	/	/
		海水	0.200	2.8~9.0	/	/	/

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)
26	灭蚁灵	生活污水	0.450	2.5~13	/	/	/
		工业废水	0.450	1.3~15	/	/	/
		空白	0.010	2.1~14	9.4	0.002	0.003
		空白	0.050	1.0~17	4.8	0.012	0.013
		空白	0.200	3.9~11	9.6	0.038	0.062
		地下水	0.010	7.0~20	/	/	/
		地表水	0.050	3.2~11	/	/	/
		海水	0.200	2.3~6.7	/	/	/
		生活污水	0.450	1.9~13	/	/	/
		工业废水	0.450	1.8~13	/	/	/

表 B.2 正确度汇总表

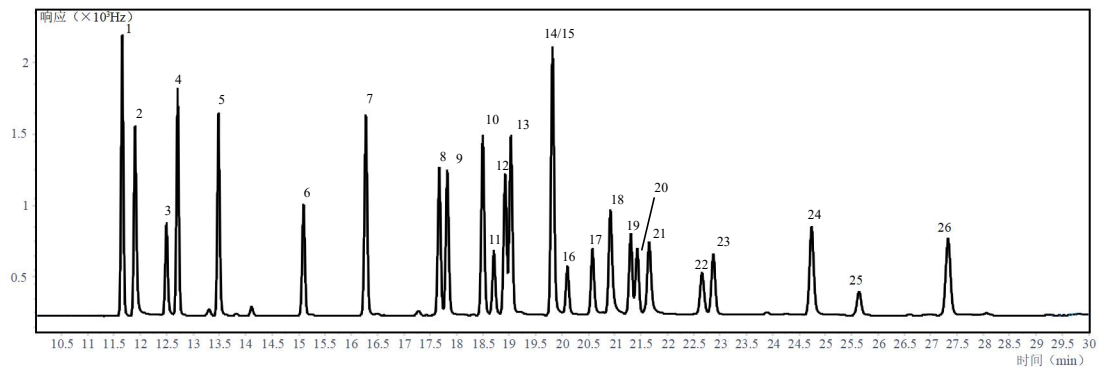
化合物名称	统计值	空白加标			地下水	地表水	海水	生活污水	工业废水
		0.010 (μg/L)	0.050 (μg/L)	0.200 (μg/L)	0.010 (μg/L)	0.050 (μg/L)	0.200 (μg/L)	0.450 (μg/L)	0.450 (μg/L)
六氯苯	$\bar{P}$ (%)	92.4	88.8	91.7	95.1	92.9	89.8	86.3	81.3
	S_p (%)	8.2	10.4	10.5	8.1	8.4	8.0	14.4	7.6
	$\bar{P} \pm 2S_p$	92.4±16.4	88.8±20.8	91.7±21.0	/	/	/	/	/
α -六六六	$\bar{P}$ (%)	95.6	87.7	93.2	91.4	93.1	90.9	89.5	85.3
	S_p (%)	9.4	11.5	11.1	6.3	9.9	12.1	13.7	12.7
	$\bar{P} \pm 2S_p$	95.6±18.8	87.7±23.0	93.2±22.2	/	/	/	/	/
γ -六六六	$\bar{P}$ (%)	102	90.3	92.6	91.7	93.3	89.7	89.0	81.8
	S_p (%)	10.4	12.0	9.4	10.7	7.5	9.2	14.5	7.2
	$\bar{P} \pm 2S_p$	102±20.8	90.3±24.0	92.6±18.8	/	/	/	/	/
β -六六六	$\bar{P}$ (%)	91.8	93.8	94.9	95.6	96.4	93.2	88.6	82.4
	S_p (%)	7.4	5.4	8.3	6.1	6.5	7.9	11.9	7.7
	$\bar{P} \pm 2S_p$	91.8±14.8	93.8±10.8	94.9±16.6	/	/	/	/	/
七氯	$\bar{P}$ (%)	98.7	94.1	92.3	100	91.9	92.2	89.9	83.9
	S_p (%)	11.8	7.1	10.4	10.3	6.8	8.6	11.7	8.1
	$\bar{P} \pm 2S_p$	98.7±23.6	94.1±14.2	92.3±20.8	/	/	/	/	/
δ -六六六	$\bar{P}$ (%)	98.6	89.1	93.2	90.3	94.1	91.0	90.4	83.8
	S_p (%)	13.6	7.9	9.2	15.1	8.9	11.9	12.8	9.6
	$\bar{P} \pm 2S_p$	98.6±27.2	89.1±15.8	93.2±18.4	/	/	/	/	/
艾氏剂	$\bar{P}$ (%)	87.8	84.4	84.6	91.5	82.6	82.5	87.6	83.2
	S_p (%)	16.1	12.4	12.8	13.9	11.8	14.5	14.6	83.4
	$\bar{P} \pm 2S_p$	87.8±32.2	84.4±24.8	84.6±25.6	/	/	/	/	/

外环氧七氯 (环氧七氯 B)	$\bar{P}$ (%)	93.5	91.7	96.3	93.1	92.9	92.8	88.7	83.4
	S_P (%)	6.1	8.3	10.4	10.4	5.7	10.3	14.9	9.3
	$\bar{P} \pm 2 S_P$	93.5±12.2	91.7±16.6	96.3±20.8	/	/	/	/	/
内环氧七氯 (环氧七氯 A)	$\bar{P}$ (%)	96.0	93.6	92.1	91.3	90.8	92.2	89.0	83.8
	S_P (%)	9.8	8.0	10.2	15.9	6.5	10.8	15.1	6.7
	$\bar{P} \pm 2 S_P$	96.0±19.6	93.6±16.0	92.1±20.4	/	/	/	/	/
反-氯丹 (γ -氯丹)	$\bar{P}$ (%)	91.6	88.1	94.0	97.4	89.7	87.8	81.8	80.2
	S_P (%)	8.8	6.8	8.9	7.4	6.1	11.6	14.0	3.3
	$\bar{P} \pm 2 S_P$	91.6±17.6	88.1±13.6	94.0±17.8	/	/	/	/	/
<i>o,p'</i> -滴滴伊	$\bar{P}$ (%)	93.9	90.6	90.6	87.4	83.9	91.3	84.5	85.4
	S_P (%)	11.0	10.4	11.4	14.6	10.7	8.9	8.6	9.5
	$\bar{P} \pm 2 S_P$	93.9±22.0	90.6±20.8	90.6±22.8	/	/	/	/	/
顺-氯丹 (α -氯丹)	$\bar{P}$ (%)	92.3	88.1	94.0	93.7	93.7	91.8	88.3	83.6
	S_P (%)	10.2	10.0	8.7	5.0	3.7	10.3	13.1	6.7
	$\bar{P} \pm 2 S_P$	92.0±20.4	88.1±20.0	94.0±17.4	/	/	/	/	/
硫丹 I (α -硫丹)	$\bar{P}$ (%)	87.9	90.0	94.2	88.2	91.9	92.7	88.2	81.5
	S_P (%)	14.5	7.5	7.6	16.7	7.1	10.7	12.5	5.3
	$\bar{P} \pm 2 S_P$	87.9±29.0	90.2±15.0	94.1±15.2	/	/	/	/	/
<i>p,p'</i> -滴滴伊	$\bar{P}$ (%)	95.4	93.9	95.8	92.9	91.4	90.2	89.0	83.7
	S_P (%)	16.4	12.5	7.3	19.5	8.4	11.7	14.8	4.7
	$\bar{P} \pm 2 S_P$	95.4±32.8	93.9±25.0	95.8±14.6	/	/	/	/	/
狄氏剂	$\bar{P}$ (%)	90.5	92.1	96.8	94.4	92.8	93.8	88.2	82.7
	S_P (%)	12.8	6.8	9.2	13.1	6.4	12.1	14.2	5.3
	$\bar{P} \pm 2 S_P$	90.5±25.6	92.1±13.6	96.8±18.4	/	/	/	/	/
<i>o,p'</i> -滴滴滴	$\bar{P}$ (%)	96.4	97.5	95.9	95.6	98.6	94.3	90.8	84.3

	$S_{\bar{P}}$ (%)	20.2	9.7	11.2	21.6	14.3	12.2	15.5	5.8
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	96.4 $\pm$ 40.4	97.5 $\pm$ 19.4	95.9 $\pm$ 22.4	/	/	/	/	/
异狄氏剂	$\bar{P}$ (%)	102	98.8	103	104	101	97.8	96.5	90.7
	$S_{\bar{P}}$ (%)	13.7	13.2	14.1	13.4	11.7	9.6	13.2	9.0
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	102 $\pm$ 27.4	98.8 $\pm$ 26.4	103 $\pm$ 28.2	/	/	/	/	/
<i>o,p'</i> -滴滴涕	$\bar{P}$ (%)	93.8	95.6	94.7	92.9	94.7	93.6	88.6	82.5
	$S_{\bar{P}}$ (%)	17.8	7.5	9.3	18.2	10.1	13.0	14.2	7.2
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	93.8 $\pm$ 35.6	95.6 $\pm$ 15.0	94.7 $\pm$ 18.6	/	/	/	/	/
<i>p,p'</i> -滴滴涕	$\bar{P}$ (%)	94.3	93.4	94.4	97.3	91.9	92.8	88.2	82.0
	$S_{\bar{P}}$ (%)	7.5	10.6	10.6	9.7	4.7	12.9	13.7	6.4
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	94.3 $\pm$ 15.0	93.4 $\pm$ 21.2	94.4 $\pm$ 21.2	/	/	/	/	/
硫丹 II (β -硫丹)	$\bar{P}$ (%)	92.2	93.5	97.5	90.1	94.0	97.4	89.8	82.5
	$S_{\bar{P}}$ (%)	10.9	7.3	10.5	10.7	9.5	11.4	12.9	6.8
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	92.2 $\pm$ 21.8	93.5 $\pm$ 14.6	97.5 $\pm$ 21.0	/	/	/	/	/
<i>p,p'</i> -滴滴涕	$\bar{P}$ (%)	93.7	95.8	94.3	90.6	90.4	95.1	92.3	83.6
	$S_{\bar{P}}$ (%)	12.2	6.6	9.4	12.6	13.6	11.3	12.3	5.6
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	93.7 $\pm$ 24.4	95.8 $\pm$ 13.2	94.3 $\pm$ 19.8	/	/	/	/	/
异狄氏剂醛	$\bar{P}$ (%)	91.0	89.5	93.8	84.6	89.8	91.7	85.9	78.3
	$S_{\bar{P}}$ (%)	17.1	11.7	10.8	18.9	10.9	13.1	6.0	6.2
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	91.0 $\pm$ 34.2	90.0 $\pm$ 23.4	93.8 $\pm$ 21.6	/	/	/	/	/
硫丹硫酸酯	$\bar{P}$ (%)	89.8	94.7	97.2	95.7	89.9	94.3	88.4	82.8
	$S_{\bar{P}}$ (%)	21.5	10.7	14.1	20.8	6.5	16.5	9.4	6.7
	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$	89.8 $\pm$ 43.0	94.9 $\pm$ 21.4	97.2 $\pm$ 28.2	/	/	/	/	/
甲氧滴滴涕	$\bar{P}$ (%)	90.3	101	96.3	92.7	94.9	89.4	90.9	86.7
	$S_{\bar{P}}$ (%)	13.9	14.6	15.5	14.6	14.5	8.3	9.8	8.3

	$\bar{P} \pm 2 S_P$	90.3±27.8	101±29.2	96.3±31.0	/	/	/	/	/
异狄氏剂酮	$\bar{P}$ (%)	87.6	97.0	96.8	91.2	92.0	95.3	88.3	83.3
	S_P (%)	18.4	10.6	8.4	18.4	8.7	13.1	11.5	7.3
	$\bar{P} \pm 2 S_P$	87.6±36.8	97.0±21.2	96.8±16.8	/	/	/	/	/
灭蚁灵	$\bar{P}$ (%)	89.4	101	97.3	90.9	90.7	95.9	86.5	79.8
	S_P (%)	8.0	4.7	9.4	16.7	12.8	13.1	11.6	7.4
	$\bar{P} \pm 2 S_P$	89.4±16.0	101±9.4	97.3±18.8	/	/	/	/	/

附 录 C
(资料性附录)
目标化合物在色谱柱 2 上的色谱图



1—— α -六六六；2——六氯苯；3—— β -六六六；4—— γ -六六六；5—— δ -六六六；6——七氯；7——艾氏剂；8——外环氧七氯（环氧七氯 B）；9——内环氧七氯（环氧七氯 A）；10——反-氯丹（ γ -氯丹）；11—— o,p' -滴滴伊；12——硫丹 I（ α -硫丹）；13——顺-氯丹（ α -氯丹）；14/15—— p,p' -滴滴伊/狄氏剂；16—— o,p' -滴滴涕；17——异狄氏剂；18——硫丹 II（ β -硫丹）；19—— p,p' -滴滴涕；20—— o,p' -滴滴涕；21——异狄氏剂醛；22——硫丹硫酸酯；23—— p,p' -滴滴涕；24——异狄氏剂酮；25——甲氧滴滴涕；26——灭蚁灵。

图 C.1 26 种有机氯农药在色谱柱 2（固定液为 5%苯基 95%甲基聚硅氧烷）上的色谱图