

附件7

《水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法（报批稿）（二次征求意见）》

编制说明

《水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨

质谱法》标准编制组

二〇二五年八月

项目名称：水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-

高分辨质谱法

项目统一编号：2019-L-22

主要起草单位：浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心

编制组主要成员：巩宏平、刘劲松、李沐霏、朱国华、周 欣、

王 玲、王 静、傅清云、潘初红、许鹏军

环境标准研究所技术管理负责人：李旭华

生态环境部华南环境科学研究所管理负责人：张漫雯

生态环境监测司项目负责人：仇鹏

目 录

1	项目背景	1
1.1	任务来源	1
1.2	工作过程	1
2	标准制修订的必要性分析	3
2.1	二噁英类的理化性质及环境危害	3
2.2	相关生态环境标准和生态环境管理工作的需要	7
2.3	现行环境监测分析方法标准的实施情况和存在问题	10
3	国内外相关分析方法研究	11
3.1	主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究	11
3.2	国内相关分析方法研究	15
3.3	文献资料研究	15
3.4	说明与本方法标准的关系	16
4	标准制修订的基本原则和技术路线	16
4.1	标准制修订的基本原则	16
4.2	标准制修订的技术路线	16
5	方法研究报告	17
5.1	本方法研究的目标	17
5.2	术语和定义	19
5.3	方法原理	21
5.4	干扰和消除	22
5.5	试剂和材料	22
5.6	仪器设备	25
5.7	样品	27
5.8	试样的制备	32
5.9	分析步骤	43
5.10	结果计算与表示	54
5.11	方法参数	57
5.12	质量保证和质量控制	76
6	方法比对	83
6.1	比对方法	83
6.2	比对样品种类	83
6.3	比对结果评价	84
6.4	比对结论	84
7	方法验证	89
7.1	验证单位概况	89
7.2	方法验证方案	91
7.3	方法验证过程	92
7.4	方法验证结论	93
8	与开题报告差异说明	98
9	标准征求意见稿技术审查情况	98
10	标准征求意见情况	98
11	标准送审稿技术审查情况	99

12	标准实施建议	99
13	参考文献	99
附件一	方法验证报告	103
附件二	国家生态环境标准征求意见情况汇总处理表	522

《水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱- 高分辨质谱法（报批稿）》编制说明

1 项目背景

1.1 任务来源

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》和《中华人民共和国海洋环境保护法》，适应国家生态环境保护工作需要，完善国家生态环境标准体系，加强水中二噁英类的污染防治和生态环境管理，规范二噁英类的测定方法。2019年4月，生态环境部生态环境监测司下达了《水质 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法（修订 HJ 77.1-2008）》的制修订任务，项目编号为 2019-L-22，制修订工作由浙江省生态环境监测中心承担，协作单位为国家环境分析测试中心。

1.2 工作过程

1.2.1 成立标准编制组

2019年4月，接到任务后项目承担单位立即成立标准编制组。标准编制组成员均为实验室技术骨干，长期从事持久性有机污染物分析与研究工作，具有丰富的二噁英类分析经验。

1.2.2 查询国内外相关标准和文献资料

2019年4月~6月，标准编制组根据《国家环境保护标准制修订工作管理办法》（国环规科技〔2017〕1号）的相关规定，查阅了中国学术期刊网络出版总库、中国重要会议论文全文数据库，检索国际标准化组织、美国环保署、日本、欧盟等国内外排放标准和分析方法标准，搜集国内外相关标准及类似方法的进展情况以及我国二噁英类监测情况。同时向全国生态环境监测部门、科研院校等相关单位征求现行标准使用意见，收集反馈意见。经对比、筛选后制订工作方案和标准制修订技术路线。

1.2.3 组织专家论证，确定标准制修订技术路线和原则

2019年6月28日，浙江省生态环境监测中心和国家环境分析测试中心在杭州共同组织召开环境介质中二噁英类测定方法系列标准制修订工作专家论证会。标准编制组在会上明确了制修订的技术路线、原则及内容。专家组听取了标准主编单位所作的标准制修订论证报告和标准草案内容介绍，经质询、讨论，针对《水质 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法》（HJ 77.1-2008）的制修订工作形成以下论证意见：1、方法适用范围为地表水、地下水、工业废水、生活污水、海水等水质中二噁英类的测定。2、依据方法适用范围，选择代表性的样品进行方法验证，增加修订方法和原方法内容和实验结果的比对，根据6家实验室验证结果和积累数据确定质量控制指标；完善样品制备方法的调研，确定制备方案。3、标准内容与其他3个相关标准保持一致；4、按照《环境监测分析方法标准制修

订技术导则》(HJ 168-2010)、《环境保护标准编制出版技术指南》(HJ 565-2010)的相关要求进行标准文本和编制说明的编写。

1.2.4 制定方法实验方案，开展实验室内条件试验

2019年7月~2020年7月，根据专家论证意见以及《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2020)的要求，研究制订标准方法的实验方案，并开展方法前处理条件的选择、仪器条件的确定和方法检出限、精密度及正确度的测定等试验。

1.2.5 组织开展方法验证工作

2020年8月~2021年12月，标准编制单位组织6家单位开展方法验证工作，编写了《水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法》方法验证报告(附件一)。

1.2.6 编写标准征求意见稿和编制说明

2021年1月~2022年3月，标准编制组在查询、收集国内外相关标准、文献和技术资料以及专家论证意见的基础上，完成《水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法》标准征求意见稿和编制说明的编写。

1.2.7 召开征求意见稿审查会

2023年4月7日，生态环境部生态环境监测司主持召开了标准征求意见稿技术审查会(视频会)。专家组听取了标准主编单位所作的标准文本和编制说明的内容介绍，经质询、讨论，形成以下审查意见：

- 一、标准主编单位提供的材料齐全、内容完整；
- 二、标准主编单位对国内外方法标准及文献进行了充分调研；
- 三、标准定位准确，技术路线合理可行，方法验证内容完善。

专家组通过该标准征求意见稿的技术审查。建议按照以下意见修改完善后，提请公开征求意见：

1、标准文本进一步明确适用范围，调整术语和定义，凝练方法原理的表述，明确内标回收率的控制要求，完善标准曲线测定频次的要求，确认样品保存时间，完善规范性附录的修改；

2、编制说明根据标准文本同步更新；

3、按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2020)和《环境保护标准编制出版技术指南》(HJ 565-2010)对标准文本和编制说明进行编辑性修改。

1.2.8 修改征求意见稿及编制说明

编制组根据标准征求意见稿技术审查会专家意见，逐条修改完善。明确标准适用范围，总结凝练标准方法原理，确定内标物回收率范围的控制要求，对标准曲线测定频次及样品保存时间完善和确认，毒性当量因子的附表由资料性附录变更为规范性附录。按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2020)和《环境保护标准编制出版技术指南》(HJ

565-2010)的技术要求,进一步修改标准文本和编制说明。

1.2.9 完成征求意见稿及征求意见

2023年11月,生态环境部办公厅公布了《关于公开征求<水质 17种杂环类农药的测定 高效液相色谱法(征求意见稿)>等7项国家生态环境标准意见的通知》(环办标征函〔2023〕25号),征求了自然资源部以及生态环境部相关直属单位和地方生态环境部门的意见,并面向社会公开征求意见,共收到73条意见,采纳及原则采纳62条,占85%;未采纳11条,占15%。具体意见和处理情况见附件二。

编制组根据意见采纳情况对标准文本和编制说明中进行修改完善。

1.2.10 召开送审稿技术审查会

2025年3月25日,生态环境部生态环境监测司组织召开了标准送审稿的技术审查会。专家组听取了标准主编单位关于标准送审稿的主要技术内容、编制工作过程、征求意见及对征集意见的处理情况的汇报,经质询、讨论,形成如下审议意见:

- 一、标准主编单位提供的材料齐全、内容完整、格式规范;
- 二、制订的标准具有科学性、适用性和可操作性,能满足水中二噁英类的测定需要;
- 三、标准主编单位对征集意见的回复意见处理较恰当、合理。

专家组通过该标准的审议,提出的修改意见和建议如下:

1. 标准文本中补充液液萃取中二氯甲烷的使用体积要求,完善方法原理、提取液合并条款、注意事项和附录C中毒性当量因子的相关内容;
2. 编制说明按照标准文本同步进行修改,完善对征求意见的回复;
3. 按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2020)和《环境保护标准编制出版技术指南》(HJ 565-2010)对标准文本和编制说明进行编辑性修改。

1.2.11 完成报批稿及编制说明

根据技术审查会专家意见,标准文本中补充液液萃取中二氯甲烷的使用体积要求,对方法原理、注意事项及毒性当量因子的相关内容进行修改完善,根据标准文本的修改情况,同时根据技术审查会专家针对编制说明的其他修改意见,对编制说明相应章节及征求意见回复情况进行同步修改完善。标准文本及编制说明按照HJ168-2020及HJ565-2010进行编辑性修改。

2 标准制修订的必要性分析

2.1 二噁英类的理化性质及环境危害

2.1.1 二噁英类的理化性质

二噁英类是一类多氯代三环芳烃类化合物的统称,包括多氯代二苯并-对-二噁英(polychlorinated dibenzo-p-dioxins, PCDDs)和多氯代二苯并呋喃(polychlorinated dibenzofurans, PCDFs)两类芳香族杂环化合物,化学结构式如图2-1所示。根据分子中苯环上氯原子的取代数目和位置不同,分为众多同类物和异构体,包括75种PCDDs和135

种 PCDFs^[1]，一氯代~八氯代二噁英类名称及相应异构体数目见表 2-1。

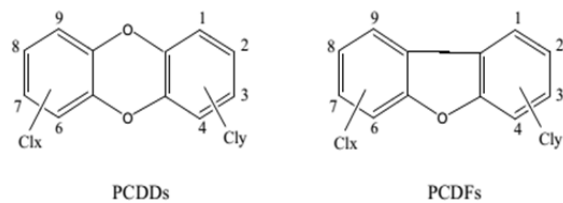


图 2-1 二噁英类的化学结构式

在室温下，二噁英类为无色结晶固体，具有较高的正辛醇-水分配系数和吸附系数，挥发性较小，极难溶于水，易溶于大部分有机溶剂和脂肪，是一类非常稳定的亲脂性固体化合物^[2,3]。在 210 种二噁英类中，17 种 2,3,7,8 位都有氯原子取代的二噁英类具有毒性，被认为对人类健康有较大危害。2,3,7,8-氯代二噁英类的理化性质见表 2-2。该类物质熔点较高，化学性质稳定，在环境中难以降解，具有较长的物理、化学和生物降解周期。2,3,7,8-氯代二噁英类在不同环境介质中的半衰期见表 2-3，其在人体内的半衰期可达 1 a~10 a，容易在生物体内累积并伴随食物链传递和放大^[4]。

表 2-1 二噁英类名称及异构体数目

序号	化合物名称	化合物简称	分子式	异构体数目
1	一氯代二苯并-对-二噁英	M ₁ CDDs	C ₁₂ H ₇ ClO ₂	2
2	二氯代二苯并-对-二噁英	D ₂ CDDs	C ₁₂ H ₆ Cl ₂ O ₂	10
3	三氯代二苯并-对-二噁英	T ₃ CDDs	C ₁₂ H ₅ Cl ₃ O ₂	14
4	四氯代二苯并-对-二噁英	T ₄ CDDs	C ₁₂ H ₄ Cl ₄ O ₂	22
5	五氯代二苯并-对-二噁英	P ₅ CDDs	C ₁₂ H ₃ Cl ₅ O ₂	14
6	六氯代二苯并-对-二噁英	H ₆ CDDs	C ₁₂ H ₂ Cl ₆ O ₂	10
7	七氯代二苯并-对-二噁英	H ₇ CDDs	C ₁₂ HCl ₇ O ₂	2
8	八氯代二苯并-对-二噁英	O ₈ CDD	C ₁₂ Cl ₈ O ₂	1
9	多氯代二苯并-对-二噁英	PCDDs	/	75
10	一氯代二苯并呋喃	M ₁ CDFs	C ₁₂ H ₇ ClO	4
11	二氯代二苯并呋喃	D ₂ CDFs	C ₁₂ H ₆ Cl ₂ O	16
12	三氯代二苯并呋喃	T ₃ CDFs	C ₁₂ H ₅ Cl ₃ O	28
13	四氯代二苯并呋喃	T ₄ CDFs	C ₁₂ H ₄ Cl ₄ O	38
14	五氯代二苯并呋喃	P ₅ CDFs	C ₁₂ H ₃ Cl ₅ O	28
15	六氯代二苯并呋喃	H ₆ CDFs	C ₁₂ H ₂ Cl ₆ O	16
16	七氯代二苯并呋喃	H ₇ CDFs	C ₁₂ HCl ₇ O	4
17	八氯代二苯并呋喃	O ₈ CDF	C ₁₂ Cl ₈ O	1
18	多氯代二苯并呋喃	PCDFs	/	135
注：/表示无此项内容。				

表 2-2 2, 3, 7, 8-氯代二噁英类物理化学参数

序号	化合物简称	CAS No.	摩尔质量 (g/mol)	熔点 (℃)	蒸气压 (Pa)	水溶解度 (g/m ³)	亨利常数 (Pa·m ³ /mol)	正辛醇-水分配系数 (LogK _{ow})	吸附系数 (LogK _{oc})
1	2,3,7,8-T ₄ CDD	1746-01-6	322	305	2.00×10^{-7}	1.93×10^{-5}	5.07	6.80	6.41
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	40321-76-4	356	240	5.90×10^{-8}	1.18×10^{-4}	3.05	6.64	6.25
3	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	39227-28-6	391	273	5.10×10^{-9}	4.42×10^{-6}	2.60	7.80	7.41
4	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	57653-85-7	391	285	4.80×10^{-9}	4.40×10^{-6}	2.60	7.30	6.91
5	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	19408-74-3	391	243	6.50×10^{-9}	4.40×10^{-6}	2.60	7.30	6.91
6	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	35822-46-9	425	265	7.50×10^{-10}	2.40×10^{-6}	1.77	8.00	7.61
7	O ₈ CDD	3268-87-9	460	322	1.10×10^{-10}	7.40×10^{-8}	0.683	8.20	7.81
8	2,3,7,8-T ₄ CDF	51207-31-9	306	227	2.00×10^{-6}	4.19×10^{-4}	5.42	6.10	5.71
9	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	57117-41-6	340	225	2.30×10^{-7}	2.40×10^{-4}	4.62	6.79	6.40
10	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	57117-31-4	340	196	3.50×10^{-7}	2.36×10^{-4}	4.62	6.90	6.51
11	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	70648-26-9	375	226	3.20×10^{-8}	8.25×10^{-6}	3.93	7.00	6.61
12	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	57117-44-9	375	232	3.50×10^{-8}	1.77×10^{-5}	3.93	7.00	6.61
13	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	60851-34-5	375	239	2.70×10^{-8}	1.30×10^{-5}	3.93	7.00	6.61
14	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	72918-21-9	375	246	2.40×10^{-8}	1.30×10^{-5}	3.93	7.00	6.61
15	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	67562-39-4	409	236	4.70×10^{-9}	1.35×10^{-6}	3.34	7.40	7.01
16	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	55673-89-7	409	221	6.20×10^{-9}	1.40×10^{-6}	3.34	7.99	7.60
17	O ₈ CDF	39001-02-0	444	258	5.00×10^{-10}	1.16×10^{-6}	2.85	8.00	7.61

表 2-3 2, 3, 7, 8-氯代二噁英类在不同环境介质中的半衰期

序号	化合物简称	空气 (h)	气溶胶 (h)	水 (h)	悬浮颗粒物 (h)	土壤 (h)	沉积物 (h)
1	2,3,7,8-T ₄ CDD	170	170	550	550	17000	55000
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	550	550	550	550	17000	55000
3	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	550	550	1700	1700	55000	55000
4	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	550	550	1700	1700	55000	55000
5	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	550	550	1700	1700	55000	55000
6	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	550	550	1700	1700	55000	55000
7	O ₈ CDD	550	550	5500	5500	55000	55000
8	2,3,7,8-T ₄ CDF	170	550	550	550	17000	55000
9	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	550	550	550	550	17000	55000
10	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	550	550	550	550	17000	55000
11	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	550	550	1700	1700	17000	55000
12	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	550	550	1700	1700	17000	55000
13	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	550	550	1700	1700	17000	55000
14	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	550	550	1700	1700	17000	55000
15	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	550	550	1700	1700	17000	55000
16	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	550	550	1700	1700	17000	55000
17	O ₈ CDF	550	550	5500	5500	55000	55000

2.1.2 二噁英类的环境危害及来源

二噁英类对人体具有不可逆的致畸、致癌、致突变毒性，能显著增加癌症死亡率，降低人体免疫能力，影响正常荷尔蒙分泌^[5,6]，且在环境中长期相对稳定存在。其毒性与氯原子的数量和氯原子在苯环上的取代位置有着密切联系，其中毒性最强的为 2,3,7,8-四氯代二苯并-对-二噁英（2,3,7,8-T₄CDD）。1997 年国际癌症研究中心把 2,3,7,8-T₄CDD 列为一级致癌物，该化合物是人类已知的毒性最强的致癌剂，致肝癌剂量仅需 10 ng/kg（体重）^[7]。人类主要通过摄入高脂肪食品进而长期暴露于低剂量二噁英类中，此外也可能因工业事故而导致意外遭受二噁英类的暴露影响。由于二噁英类的高度亲脂性，该类物质易于通过食物链富集在动物的脂肪和乳汁中，通过母乳传递给下一代；并且更容易累积在儿童体内，婴儿通过母乳吸收的四氯代~六氯代二噁英类占总吸收量的 60%~90%^[8,9]。Jacobson 等^[10]对美国密歇根州曾食用过受二噁英类污染的鱼类的孕妇跟踪研究发现，二噁英类可以通过胎盘和母乳转移到婴儿体内，造成其智商和阅读能力低于正常情况的孩子。二噁英类主要通过芳香烃受体结合形成的二聚体结构和位于核内染色体上的二噁英类响应基因片段结合，诱导基因表达，改变激酶活性，改变蛋白质功能，从而导致产生毒性效应。

二噁英类在环境中主要以混合物形式存在，对二噁英类的毒性进行评价时，常把二噁英类化合物各单体的毒性折算成 2,3,7,8-T₄CDD 的毒性来表示，为此引入毒性当量因子（toxicity equivalency factor, TEF）的概念。二噁英类化合物与 2,3,7,8-四氯代二苯并-对-二噁英（2,3,7,8-T₄CDD）对芳香烃受体（AhR）的亲性能之比，称为毒性当量因子。毒性当量质

量浓度为各二噁英类化合物浓度折算为相当于 2,3,7,8-T₄CDD 毒性的等价浓度，毒性当量质量浓度为实测质量浓度与该化合物毒性当量因子的乘积。北大西洋公约组织（NATO）率先制定了 2,3,7,8-氯代二噁英类的国际毒性当量因子（I-TEF），世界卫生组织（WHO）于 1997 年针对生物体制订了不同 TEF，分别于 2005 年和 2022 年重新修订。17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类的毒性当量因子^[3,11]见表 2-4。

表 2-4 2, 3, 7, 8-氯代二噁英类毒性当量因子

序号	化合物简称	I-TEF	WHO-TEF（2005）	WHO-TEF（2022）
1	2,3,7,8-T ₄ CDD	1	1	1
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.5	1	0.4
3	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.1	0.1	0.09
4	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.1	0.1	0.07
5	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.1	0.1	0.05
6	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.01	0.01	0.05
7	O ₈ CDD	0.001	0.0003	0.001
8	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.1	0.1	0.07
9	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.05	0.03	0.01
10	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.5	0.3	0.1
11	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.1	0.1	0.3
12	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.1	0.1	0.09
13	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.1	0.1	0.1
14	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.1	0.1	0.2
15	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.01	0.01	0.02
16	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.01	0.01	0.1
17	O ₈ CDF	0.001	0.0003	0.002

二噁英类是人类活动及工业化过程中无意识合成的副产物，其来源可分为工业来源和非工业来源。二噁英类的形成主要与燃烧过程和氯代芳香族化合物的生产、使用和处理有关。工业来源主要包括城市生活垃圾、固体废弃物（含废弃塑料）、工业锅炉的焚烧；金属的生产与回收；生产杀虫剂、防腐剂、除草剂和油漆添加剂等化工过程以及造纸工业的漂白过程等。非工业来源主要有汽油的不完全燃烧、家庭燃料、光化学反应及生化反应。

2.2 相关生态环境标准和生态环境管理工作的需要

2.2.1 相关生态环境保护工作的需要

原环境保护部已于 2008 年颁布了不同环境介质中二噁英类的检测分析方法，其中包括《水质 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法》（HJ 77.1-2008）。2010 年 11 月，九部委联合发布《关于加强二噁英污染防治的指导意见》中提出二噁英污染防治的路线图和时间表，要在京津冀、长三角、珠三角等重点区域开展二噁英排放总量控制试点工作。到 2015 年，我国建立比较完善的二噁英污染防治体系和长效监管机制，重点行业二噁英排放强度降低 10%，基本控制二噁英排放增长趋势。随着我国生活垃圾焚烧处理

能力的快速增长，国家从调查研究、法律法规、技术升级等方面采取各种二噁英削减控制措施，均取得了良好的效果。2017 年，为掌握生活垃圾焚烧企业二噁英排放状况，加强环保监管，督促企业全面达标排放，提高企业环保意识，消除公众疑虑，原环境保护部下达《关于开展全国垃圾焚烧厂二噁英排放监督性监测工作的通知》。2018 年，我国也加大了对土壤环境的污染状况掌握和控制力度，生态环境部开展全国土壤污染状况详查工作，二噁英类为土壤中增测化合物。虽然二噁英类不易溶于水，但是水体中的二噁英类比较容易富集于悬浮颗粒物中，通过检测水体中二噁英类浓度，可以反映周围环境中二噁英类污染状况。

目前，在我国水污染物排放标准中，《石油化学工业污染物排放标准》（GB 31571-2015）和《制浆造纸工业水污染物排放标准》（GB 3544-2008）中已制定了废水中二噁英类排放限值；在生态环境质量标准中，《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）水质参考指标（附录 A）中仅对 2,3,7,8-TCDD 限值进行了规定，《地表水环境质量标准》（GB 3838-2002）、《地下水质量标准》（GB/T14848-2017）、《海水水质标准》（GB 3097-1997）暂未把二噁英类纳入管制污染物。

2.2.2 国际履约的需要

在国际履约方面，联合国环境规划署将二噁英类污染问题列为全球重大环境问题之一。该类物质是《关于持久性有机污染物的斯德哥尔摩公约》确定的首批必须优先控制的持久性有机污染物之一。该公约要求每个缔约国明确持久性有机污染物的主要来源和环境污染状况，研究其对环境及人体健康的负面影响、危害，以及开展削减技术研发，逐步削减二噁英类等持久性有机污染物的排放。我国是履行《关于持久性有机污染物的斯德哥尔摩公约》的缔约国，需要对各类环境介质中二噁英类削减控制。

2.2.3 相关生态环境标准的要求

我国依据二噁英类污染状况与变化趋势，针对不同环境介质中的二噁英类制定了一系列的相关排放标准，该系列标准的实施为我国环境管理工作和履约需求提供技术支持。我国不同环境介质中的二噁英类相关排放标准具体参见表 2-5。

表 2-5 国内二噁英类相关标准

类别	标准名称与标准号	二噁英类限值
饮用水	《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2022) 附录 A 参考指标	2,3,7,8-T ₄ CDD: 30 pg/L
废水	《制浆造纸工业水污染物排放标准》(GB 3544-2008)	30 pg TEQ/L
	《石油化学工业污染物排放标准》(GB 31571-2015)	300 pg TEQ/L
废气	《生活垃圾焚烧污染控制标准》(GB 18485-2014)	0.1 ng TEQ/m ³
	《水泥窑协同处置固体废物污染控制标准》(GB 30485-2013)	0.1 ng TEQ/m ³
	《烧碱、聚氯乙烯工业污染物排放标准》(GB 15581-2016)	0.1 ng TEQ/m ³
	《危险废物焚烧污染控制标准》(GB 18484-2020)	0.5 ng TEQ/m ³
	《炼钢工业大气污染物排放标准》(GB 28664-2012)	0.5 ng TEQ/m ³
	《钢铁烧结、球团工业大气污染物排放标准》 (GB 28662-2012)	0.5 ng TEQ/m ³
	《再生铜、铝、铅、锌工业污染物排放标准》(GB 31574-2015)	0.5 ng TEQ/m ³
	《火葬场大气污染物排放标准》(GB 13801-2015)	遗体火化: 0.5 ng TEQ/m ³ 祭品焚烧: 1.0 ng TEQ/m ³
	《石油化学工业污染物排放标准》(GB 31571-2015)	0.1 ng TEQ/m ³
固体废物	《生活垃圾填埋场污染控制标准》(GB 16889-2008)	3 μg TEQ/kg
	《危险废物鉴别标准 毒性物质含量》(GB 5085.6-2007)	15 μg TEQ/kg
土壤	《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)	筛选值: 第一类用地 10 ng TEQ/kg 第二类用地 40 ng TEQ/kg
		管制值: 第一类用地 100 ng TEQ/kg 第二类用地 400 ng TEQ/kg
污泥处置	《城镇污水处理厂污染物排放标准》(GB 18918-2002)	100 ng TEQ/kg

发达国家建立较为完善的二噁英类标准体系,行业划分细致,排放标准分级明显,涵盖了饮用水、土壤、大气环境、风险评估等各个方面,已将二噁英类纳入到污染风险控制范畴。很多国家给出了二噁英类对人类的危险水平值,加拿大对农业区土壤中二噁英类的指导值为 4 pg TEQ/g^[12],荷兰农业用地土壤中二噁英类指导值为 1 pg TEQ/g,牧业用途土壤中二噁英类指导值为 10 pg TEQ/g^[13]。德国规定,土壤中二噁英类浓度小于 5 pg TEQ/g 时,土地用途不受限制;浓度为 5 pg TEQ/g~40 pg TEQ/g 时,土地不能用于牧场;当大于 40 pg TEQ/g 时,不能用于种植蔬菜,可用于果树栽培,但家畜需远离该土地;当大于 100 pg TEQ/g 时,若在儿童游乐场附近时,需采取相应的保护对策^[13]。日本为全面控制国内二噁英污染状况,于 1999 年 7 月颁布了《二噁英类对策特别措施法》^[14],确定在各种途径下的暴露水平,建立各环境介质中的二噁英类环境质量标准,公共水域及地下水中的标准限值为 1.0 pg TEQ/L;公共水域底泥中的标准限值为 150 pg TEQ/g;工业区和非居民居住区以外的区域空气中二噁英类的标准限值(年均值)为 0.6 pg TEQ/m³;垃圾填埋场以外区域的土壤中二噁英类的标准限值为 1000 pg TEQ/g。

2.3 现行环境监测分析方法标准的实施情况和存在问题

2.3.1 现行标准的实施情况

我国于 2008 年颁布实施了《水质 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法》(HJ 77.1-2008)、《环境空气与废气 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法》(HJ 77.2-2008)、《固体废物 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法》(HJ 77.3-2008)、《土壤与沉积物 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法》(HJ 77.4-2008) 二噁英类的分析方法, 为我国环境介质中二噁英类测定提供了依据。十余年间, 该系列分析方法得到了广泛的应用, 是近些年国家颁布的二噁英类相关污染控制标准及污染整治工作中指定的分析方法, 对我国环境检测机构开展二噁英类检测起到了很好的指导作用。随着我国环境管理的日趋严格以及监测能力的提高, 对检测标准科学性和检测数据的质量提出更高要求, 监测数据已成为环境执法的依据和行政处罚的主要依据。我国现行二噁英类检测分析标准主要借鉴美国、日本、欧盟、国际标准化组织等相关分析方法, 标准方法文本中直接引用内容较多, 缺少相关实验数据验证支撑。该系列标准体系中部分技术规定已与实际检测工作不一致, 且不满足后期颁布的相关控制标准的需求。另外, 检测分析测试技术的日新月异, 样品前处理及分析方法也有了较大的变化, 急需提高现行标准的适用性和可操作性。为保障方法标准的科学性, 需要对该标准系列修订。

2.3.2 现行标准存在的问题

a) 与后续颁布的环境监测技术规范及其他标准不一致

原标准中工业废水采集方法参考《水污染物排放总量监测技术规范》(HJ/T 92-2002), 该技术规范主要适用于水污染物排放总量的监测, 废水样品手工监测方法应参照《地表水和污水监测技术规范》(HJ 91-2002) 以及后续颁布的《污水监测技术规范》(HJ 91.1-2019); 原标准缺少方法精密度及正确度的验证内容, 未列出方法检出限和测定下限, 不符合现行《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2020) 技术要求。

b) 不能满足新技术和新方法快速发展更新的需求

二噁英类的采集、提取、净化、分析技术已经得到快速发展, 成熟、稳定、简单化、快速化的设备已得到广泛应用。原标准的技术限定较多, 检测技术以人工手动检测为主, 不利于检测工作的高效、快速开展。

c) 部分技术规定不合理

原标准 HJ 77.1-2008 制作相对响应因子规定“标准溶液质量浓度序列应有 5 种以上质量浓度, 对每个质量浓度应重复 3 次进样测定”, 重复 3 次进样的方式耗时, 制作一次标准曲线, 至少耗时 1 天时间。原标准文本中对于标准曲线的使用时间没有明确规定, 部分实验室一条标准曲线使用长达一年之久, 不符合检测分析规范要求。原标准质量控制措施中有关空白、检出限的说明及操作与现行技术规范有冲突。原标准制作废气样品、土壤、水质等不同类别样品中二噁英类浓度差别大, 原标准 HJ 77.1~HJ 77.4 系列中二噁英类校准溶液浓度系列和内标添加量相同, 未依据环境介质中二噁英浓度水平存在差异而适当调整内标添加量。

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，国际上有关二噁英类样品分析方法主要分为仪器分析方法和生物分析方法两类。仪器分析方法主要以高分辨气相色谱-高分辨质谱为主。美国环境保护署、日本工业标准调查会和欧盟标准组织等相继制订了环境二噁英类的检测分析标准。主要分析方法包括 EU EN 1948、JISK 0312、JISK 0311、USEPA 23 、USEPA 513、USEPA 613、USEPA TO-9A、USEPA 8280B、USEPA 8290A、USEPA 1613B、ISO 13914 等。

近二十年，分子生物学领域的研究异常活跃，其中特异性强、灵敏度高、操作简便且分析时间短的生物检测技术发展迅猛，多种生物学检测技术方法应用到二噁英类检测。欧盟于 2002 年 7 月 26 日颁布的 EC 指令（2002/69/EC）中规定生物监测法可作为筛选方法来使用。美国环保署于 2002 年 10 月颁布了 EPA Method 4000 系列的酶免疫监测方法，即用二噁英类抗体来检测土壤中的二噁英类。日本国土交通省于 2004 年 7 月公布了河流、湖泊底泥中的二噁英类简易测定法（草案）中把生物检测法定为标准方法。2009 年日本工业标准调查会颁布实施了十分详细二噁英报告基因检测法（JIS K 0463-2009）。国外标准组织有关二噁英检测方法^[15-30]见表 3-1。

表 3-1 国外标准组织有关二噁英类检测方法标准

标准号	标准名称	适用范围	目标化合物	分析方法	方法检出限
EPA 1613B-1994	Tetra-through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS: revision B	水、土壤、底泥、污泥、生物组织	2,3,7,8-氯代二噁英类	样品提取后, 经过硅胶柱、氧化铝柱、碳柱净化, 采用 HRGC/HRMS 分析。	水质: 10 pg/L~100 pg/L; 固体: 1 ng/kg~10 ng/kg; 试样: 0.5 pg/μl~5.0 pg/μl。
EPA 23-1996	Determination of polychlorinated dibenzo- <i>p</i> -dioxins and polychlorinated dibenzofurans from stationary sources	废气	2,3,7,8-氯代二噁英类	使用滤筒和树脂 (XAD-2) 作为吸附材料, 等速跟踪采样, 样品经提取、净化后, 用 HRGC/HRMS 分析	TCDD/F: 50 pg。
EPA TO-9A-1999	Determination of polychlorinated, polybrominated and brominated/chlorinated dibenzo- <i>p</i> -dioxins and dibenzofurans in ambient air	大气	四氯代~八氯代二噁英和呋喃	样品提取、净化后采用 HRGC/HRMS 分析。	采样体积 300 m ³ ~450 m ³ 时, 方法检出限为 0.2 pg/m ³ 。
EPA 8280B-2007	Polychlorinated dibenzo- <i>p</i> -dioxins (PCDDs) and polychlorinated dibenzofurans (PCDFs) by high-resolution gas chromatography /low-resolution mass spectrometry ((HRGC/LRMS))	土壤、底泥、飞灰、燃油、蒸馏残渣和水等废物	四氯代~八氯代二噁英和呋喃	样品提取后, 经碱液、硫酸、氧化铝及 PX-2 活性炭柱净化, 采用 HRGC/LRMS 分析。	测定下限: 10 ng/L~50 ng/L 或 1.0 μg/kg~5.0 μg/kg。
EPA 8290A-2007	Polychlorinated dibenzodioxins (PCDDs) and polychlorinated dibenzofurans(PCDFs) by high-resolution gas chromatography /high-resolution mass spectrometry (HRGC/HRMS)	土壤、底泥、飞灰、燃油、蒸馏残渣和水等废物	四氯代~八氯代二噁英和呋喃	样品提取后, 碱解, 硫酸处理、氧化铝柱及 PX-2 活性炭柱净化, 试样采用 HRGC/HRMS 分析。	/
EPA 613-1984	Methods organic chemical analysis industrial waste water-2,3,7,8-tetrachloro dibenzo- <i>p</i> -dioxin	工业废水、城市污水	2,3,7,8-T ₄ CDD	样品经萃取后, 用氧化铝柱及硅胶柱净化, 采用 SP-2330 色谱柱, LRMS 或 HRMS 分析。	2 ng/L。

续表

标准号	标准名称	适用范围	目标化合物	分析方法	方法检出限
EN 1948-2010	Stationary source emissions -Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs	废气	2,3,7,8-氯代二噁英类和共平面多氯联苯	使用滤筒和树脂 (XAD-2) 作为吸附材料, 等速跟踪采样, 样品经提取、净化后, 用 HRGC/HRMS 分析	采样体积为 4 m ³ 时, 2,3,7,8-T ₄ CDD 的方法检出限为 0.6 pg/m ³ 。
JIS K 0311-2020	Method for determination of tetra-through octachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxins,tetra-through octachlorodibenzofurans and dioxin-like polychlorinatedbiphenyls in stationary source emissions	固定污染源 废气	2,3,7,8-氯代二噁英类和共平面多氯联苯	使用滤筒和树脂 (XAD-2) 作为吸附材料, 等速跟踪采样, 样品经提取、净化后, 用 HRGC/HRMS 分析	采样体积为 4 m ³ 时, 2,3,7,8-T ₄ CDD 的方法检出限为 0.6 pg/m ³ 。
JIS K 0312-2020	Method for determination of tetra-through octachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxins,tetra-through octachlorodibenzofurans and dioxin-like polychlorinatedbiphenyls in industrial water and waste water	工业废水、 污水	2,3,7,8-氯代二噁英类和共平面多氯联苯	样品富集、萃取后, 经过硫酸处理, 多层硅胶柱或者氧化铝柱、活性炭柱净化分离, 采用 HRGC/HRMS 分析。	采样体积为 10 L 时, 2,3,7,8-T ₄ CDD 的方法检出限为 0.5 pg/L。
ISO 16000-14:2009	Indoor air-Part 14: Determination of total (gas and particle-phase)polychlorinated dioxin-like biphenyls(PCBs) and polychlorinated dibenzo- <i>p</i> -dioxins /dibenzofurans(PCDDs/PCDFs)-Extraction\clean-up and analysis by high -resolution gas chromatography and mass spectrometry	室内空气	2,3,7,8-氯代二噁英类和共平面多氯联苯	采集气体后, 样品经过萃取后, 采用多层硅胶柱或者氧化铝柱净化, 然后经过活性炭柱分离, 最后采用 HRGC/HRMS 分析。	采样体积为 360 m ³ 时, 2,3,7,8-T ₄ CDD 方法检出限为 0.2 pg/m ³ 。
ISO 18073: 2004	Water quality -Determination of tetra- to octa-chlorinated dioxins and furans- Method using isotope dilution HRGC/HRMS	水、废水	2,3,7,8-氯代二噁英类	采用液液萃取法或固相萃取法对样品目标化合物富集, 后经过多层硅胶柱净化、活性炭柱分离, 最后采用 HRGC/HRMS 测定	采样体积为 1 L 时, 2,3,7,8-T ₄ CDD, 方法检出限为 4.4 pg/L。

续表

标准号	标准名称	适用范围	目标化合物	分析方法	方法检出限
ISO 13914: 2013	Soil quality-Determination of dioxins and furans and dioxin-like polychlorinated biphenyls by gas chromatography with high-resolution mass selective detection (GC/HRMS)	土壤、生物废弃物、污泥中	2,3,7,8-氯代二噁英类和共平面多氯联苯	采用索氏提取或者加压流体萃取样品，然后经过液相色谱净化和分离，最后采用 GC/HRMS 测定。	2,3,7,8-T ₄ CDD, 方法检出限为 1 pg/g。
EPA 4025 -2014	Screening for polychlorinated dibenzodioxins and polychlorinated dibenzofurans(PCDD/Fs) by immunoassay	土壤	二噁英类总毒性当量的测定	样品萃取、多层硅胶柱净化、活性炭柱分离，然后采用商业化的试剂盒对二噁英类进行筛查，灵敏度要比仪器方法低，而且特异性和选择性较差。	500 pg/g。
EPA 4425 -2007	Screening extracts of environmental samples for planar organic compounds(PAHs, PCBs, PCDDs/PCDFs)by a reporter gene on a human cell line	土壤、底质、组织、水	二噁英类	样品提取后，经硫酸处理、多层硅胶柱净化、活性炭柱分离后，对细胞进行暴露，暴露完毕后，对细胞进行裂解，裂解后进行化学发光测定。	土壤和底质中 100 ng/kg~1 mg/kg 甚至更高；水中 4 ng/L~40 µg/L。
EPA 4435 -2014	Screening for dioxin-like chemical activity in soils and sediments using the calux bioassay and toxic equivalents (TEQs) determinations	土壤、底质	二噁英类	EPA 4435 的萃取方法和前处理方法和 4425 类似，但是所使用的细胞系不同，EPA 4435 采用的是小鼠的肝癌细胞。	样品量为 3.5 g 时，方法检出限为 1 pg TEQ/g。
JIS K0463 -2009	Guidelines for reporter gene assay binding on arylhydrocarbon receptor-Assay of Dioxins in an Ah Receptor	污水、土壤、底质、飞灰、炉渣、废气	二噁英类	报告基因法，原理与 EPA 4435 相似，但包括的细胞种类更加全面。	0.03 pg/ml~0.977 pg/ml。
注：/表示无此项内容。					

3.2 国内相关分析方法研究

上个世纪 90 年代后期我国才开始二噁英类监测分析。我国 2001 年颁布了《多氯代二苯并二噁英和多氯代二苯并呋喃 同位素稀释高分辨毛细管气相色谱/高分辨质谱法》(HJ/T 77-2001)。2008 年制定了水质、环境空气与废气、固体废物和土壤与沉积物中二噁英类的检测方法，替代并废止了 HJ/T 77-2001 中相关的测定部分。国内有关二噁英类的检测标准见表 3-2。

表 3-2 国内有关二噁英类的检测方法

标准号	标准名称	分析方法
HJ 77.1-2008	水质 二噁英的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法	样品净化可选择硫酸处理-硅胶柱净化、多层硅胶柱净化、氧化铝柱净化、活性炭硅胶柱、凝胶渗透色谱、高压液相色谱、自动净化处理装置等进行样品的净化处理，样品处理后，采用 HRGC/HRMS 分析。但对于凝胶渗透色谱、高压液相色谱、自动净化处理等只作推荐说明，缺少验证数据或操作说明。
HJ 77.2-2008	环境空气和废气 二噁英的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法	
HJ 77.3-2008	固体废物 二噁英的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法	
HJ 77.4-2008	土壤和沉积物 二噁英的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法	
HJ 650-2013	土壤、沉积物 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-低分辨质谱法	样品净化可选择硫酸处理-硅胶柱净化、多层硅胶柱净化、氧化铝柱净化、活性炭硅胶柱、凝胶渗透色谱、高压液相色谱、自动净化处理装置等进行样品的净化处理，样品处理后，采用 HRGC/LRMS 分析。但对于高压液相色谱、自动净化处理等只作推荐说明，缺少验证数据或操作说明。
GB 5009.205-2013	食品中二噁英及其类似物毒性当量的测定	样品净化可选择酸性硅胶、混合硅胶净化、氧化铝柱净化、凝胶色谱净化、活性炭柱净化、硅酸镁净化或样品自动净化系统净化，样品处理后，采用 HRGC/HRMS 分析。

3.3 文献资料研究

在二噁英类的分析方法中，样品净化环节步骤较多，耗费时间较长，简化样品的前处理流程，提高自动化程度，是分析方法的主要发展趋势。在样品的提取过程中，以加压流体萃取法取代耗时较长的索氏提取^[31]；在净化流程方面，任明忠等^[32]将硫酸磺化和硅胶柱层析两个处理步骤简化为复合硅胶柱一步处理，将氧化铝柱和弗罗里硅酸镁柱合并为弗罗里硅酸镁-碱性氧化铝柱，简化后的两步法对水质萃取液净化后，完全能满足 HRGC/HRMS 的分析要求，其分析结果均能满足国内外标准的质控要求；此外，张素坤等^[33]在此基础上进一步将以上两步净化流程简化为复合层析柱净化流程，其复合柱由酸性硅胶、中性硅胶、碱性硅胶、碱性氧化铝和弗罗里硅酸镁构成，在确保净化效果的同时，可缩短净化时间，提高净化效率，减少洗脱溶剂量，节省了前处理成本。

在仪器分析方法方面，HRGC/HRMS 具有高灵敏度、高选择性的优点，可实现对二噁英类单体的定性和定量分析，是二噁英类检测的标准设备。除了 HRGC/HRMS 外，气相色谱三重四极杆串联质谱（GC-MS/MS）、气相色谱低分辨质谱（GC-LRMS）、气相色谱-高分辨率傅立叶变换离子回旋共振质谱仪（GC-FT-ICR MS）等仪器也可用于二噁英类的检测^[34]。

3.4 说明与本方法标准的关系

本标准是对《水质 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法》（HJ 77.1-2008）的完善和补充，是在现行标准的基础上，结合新的环境监测技术规范、标准制修订导则等文件，在保留原有提取、净化、检测技术基础上，将一些快速、高效的样品前处理技术纳入本标准中，同时净化方法体系也进行了优化。按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的技术要求，补充了方法比对和方法验证数据，使标准体系更加完善。通过修订现行标准，建立一套准确、科学、高效的水质中二噁英类分析方法，使检测方法更具有参考价值，操作人员更易于接受和使用。

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

方法制修订过程中严格遵守《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）技术要求，遵循以下基本原则：

- a) 方法的检出限和测定范围满足国家生态环境标准和生态环境保护工作的要求；
- b) 方法准确可靠，满足各项方法特征指标的要求，开展多家不同实验室间的方法验证，以确保本标准方法采用的分析技术和规定的各项技术指标准确可靠；
- c) 标准制修订参考国外最新标准方法、我国的相关研究成果以及 HJ 77.1-2008 在使用中的检测人员反馈意见，兼顾我国现有监测机构的监测能力和实际情况；
- d) 方法标准内容完整，表述准确，编写规范，易于理解，便于实施。具有科学性、普遍适用性和可操作性，易于推广使用，满足环境监管和监测的相关要求。

4.2 标准制修订的技术路线

本标准制修订依据《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的要求严格执行。针对拟纳入本标准的新的前处理技术、分析技术、质量控制技术等技术细节开展试验研究，确定方法性能指标和各个分析环节的质量保证和质量控制；对现行标准中与法律法规和控制标准相冲突的章节及叙述进行修订和广泛的征求意见，补充缺少的质量控制数据。标准的编写既考虑了与生态环境质量标准、污染物排放标准的配套性，还考虑了国内分析工作的实际情况和国际上关于分析技术的发展趋势，在保证良好的可操作性基础上，兼顾由分析技术水平不断提高可能带来的分析方法持续改进，注重标准方法的可操作性与实用性。本标准制修订技术路线见图 4-1。

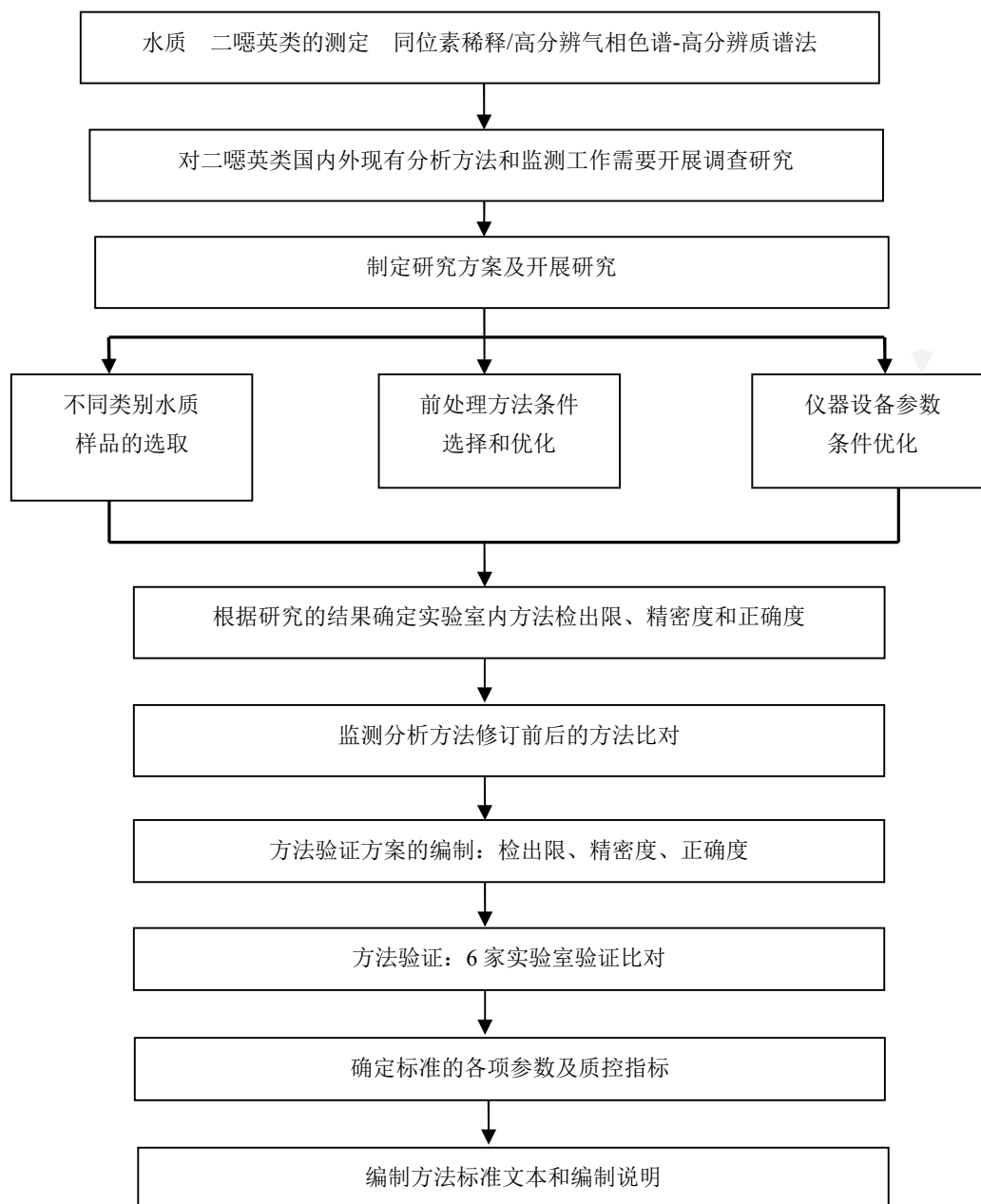


图 4-1 标准制修订技术路线图

5 方法研究报告

5.1 本方法研究的目标

本标准主要是结合新的环境监测技术规范、标准制修订导则等文件，对现行 HJ 77.1-2008 修订。标准文本的编制和章节排列依照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）及《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）的相关要求重新编辑，补充了方法准确度等内容，其主要修订内容见表 5-1。

表 5-1 本标准对原标准修订的主要内容

原标准章节	本标准章节	修订内容
1 适用范围	1 适用范围	变更了方法适用范围的表述方式，明确方法适用水质类别；给出了 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类方法检出限和测定下限。
2 规范性引用文件	2 规范性引用文件	更新了标准中规范性引用文件，替代了作废的标准，补充了新的监测规范。
3 术语和定义、符号和缩略语	3 术语和定义	明确了主要术语和定义，减少了部分内容，把原文中部分内容改为附录。
4 方法原理	4 方法原理	基本原理未变，表述方式稍有区别。
/	5 干扰及消除	按照 HJ 168-2020 要求，把干扰及消除作为单独的一个章节。提出干扰的存在及如何通过净化或改变色谱分离条件减少或降低化合物干扰的方法。
5 试剂和材料	6 试剂和材料	增加样品自动净化柱、全氟三丁胺等试剂和材料，调整部分耗材、溶液配制及净化方法。
6 仪器和设备	7 仪器和设备	对色谱柱的选择作出推荐，更改电子轰击能量单位；引入冷冻干燥仪、加压流体萃取仪、样品自动净化系统等仪器设备。
7 采样 8 样品前处理 9 样品净化	8 样品	把原标准中 3 个章节的内容进行了精简和优化，合并为一个章节。容器材质增加了聚四氟乙烯；在采集和保存变更了保存条件，增加了保存时间；删除了液体称重计量方式；优化了样品净化方式，增加加压流体萃取方法、样品自动净化系统等净化手段，优化活性炭硅胶柱的淋洗方式，并对样品的净化及分离方法做出选择推荐；减少了同位素内标添加量。
10 仪器分析； 11 数据处理；	9 分析步骤； 10 结果计算与表示	增加全氟三丁胺校准物质的质量数；将原标准中标准曲线测定重复进样 3 次，修订为由低质量浓度到高质量浓度依次进样；规定标准曲线的建立；增加二噁英类标准物质总离子流色谱图；补充平均相对响应因子和毒性当量浓度的计算公式；删除了样品检出限；修改了化合物检测浓度低于检出限时以检测限的 1/2 计算毒性当量浓度的方式，变更为以 0 计。有特别指明，可按方法检出限的 1/2 计算毒性当量质量浓度。
/	11 准确度	按照 HJ 168-2020 要求，增加了准确度验证。列出空白、地表水、工业废水、海水样品的精密度及正确度。
13 质量保证和质量控制	12 质量保证和质量控制	对空白试验、仪器检出限及测定方法、标准曲线绘制、连续校准、内标、平行样、回收率及正确度的测定几个方面进行了细化和规定，进而保证标准的科学性和可行性。
12 报告	13 报告	列出了二噁英检测数据报告的基本要求。
14 废物处置		删除相关章节内容。
15 注意事项	14 注意事项	增加玻璃器皿洗涤相关要求。
附录 A~附录 E	附录 A~附录 J	增加方法检出限和测定下限规范性附录；增加了样品自动净化系统洗脱过程和净化分离程序；增加方法精密度及正确度汇总表，取消仪器设定条件示例；把原标准部分内容放在附录中。

5.1.1 标准的适用范围

本标准规定了测定水中二噁英类同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法。

本标准测定对象与原标准（HJ 77.1-2008）一致，检测对象主要是 2,3,7,8-氯代二噁英类以及四氯代~八氯代的多氯代二苯并-对-二噁英和多氯代二苯并呋喃。17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类是具有毒性且关注度高的二噁英类物质；四氯代~八氯代的多氯代二苯并-对-二噁英和多氯代二苯并呋喃的质量浓度及形态分布可以表征不同类别样品中二噁英类分布特点。我国国家生态环境标准中，二噁英类毒性当量质量浓度是 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类毒性当量浓度之和，不包含与二噁英类相似的共平面多氯联苯的毒性当量浓度。

原标准（HJ 77.1-2008）适用范围表述为“适用于原水、废水、饮用水与工业生产用水中二噁英类污染物的采样、样品处理及定性和定量分析”。依据专家论证会意见，以及与近期颁布的水质类环境监测分析方法适用范围表述方式保持一致。本标准适用范围为地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中二噁英类的测定。相对原标准，更加明确规定了标准的适用水质类别。

5.1.2 方法达到的性能指标

目前《制浆造纸工业水污染物排放标准》（GB 3544-2008）和《石油化学工业污染物排放标准》（GB 31571-2015）对工业废水中二噁英类排放浓度进行规定。制浆造纸工业含氯漂白工艺生产设施排放废水中标准限值为 30 pg TEQ/L，石油化学工业排放废水中标准限值为 300 pg TEQ/L。在《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）水质参考指标（附录 A）中仅对 2,3,7,8-TCDD 的限值进行了规定，参考限值为 30 pg/L。《地表水环境质量标准》（GB 3838-2002）、《地下水质量标准》（GB/T14848-2017）、《海水水质标准》（GB 3097-1997）暂未把二噁英类纳入管制污染物。

日本环境省于 1999 年 12 月制定了水质中二噁英类浓度限值^[4]，饮用水和地下水中二噁英类毒性当量质量浓度限值为 1.0 pg TEQ/L，工业企业排放污水中二噁英类毒性当量质量浓度限值为 10 pg TEQ/L。

地表水、地下水、海水中二噁英类浓度低，工业废水中二噁英类排放浓度水平相对较高。因此，方法性能指标以符合地表水、地下水、海水等环境介质中低浓度二噁英类（≤ 1.0 pg TEQ/L）的检测需求为主要原则制定。修订后方法性能指标规定如下：样品取样量为 10 L，仪器分析样品定容体积为 20 μl 时，17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类的方法检出限应均小于 0.5 pg/L；若以方法检出限 1/2 计算 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类毒性当量质量浓度，总毒性当量质量浓度应小于 0.25 pg TEQ/L；添加提取内标回收率应满足现行 HJ 77.1-2008 技术要求。

5.2 术语和定义

为准确理解环境介质中二噁英类分析方法系列标准（HJ 77.1~HJ 77.4），修订后的 HJ 77.1 标准文本和编制说明中列出了 17 个术语，下列术语适用于本标准。

5.2.1

多氯代二苯并-对-二噁英 polychlorinated dibenzo-*p*-dioxins (PCDDs)

一氯代二苯并-对-二噁英～八氯代二苯并-对-二噁英的统称，有 75 种同类物。

5.2.2

四氯代二苯并-对-二噁英 tetrachlorodibenzo-*p*-dioxins (T₄CDDs)

四氯代二苯并-对-二噁英的统称，有 22 种异构体。

5.2.3

五氯代二苯并-对-二噁英 pentachlorodibenzo-*p*-dioxins (P₅CDDs)

五氯代二苯并-对-二噁英的统称，有 14 种异构体。

5.2.4

六氯代二苯并-对-二噁英 hexachlorodibenzo-*p*-dioxins (H₆CDDs)

六氯代二苯并-对-二噁英的统称，有 10 种异构体。

5.2.5

七氯代二苯并-对-二噁英 heptachlorodibenzo-*p*-dioxins (H₇CDDs)

七氯代二苯并-对-二噁英的统称，有 2 种异构体。

5.2.6

八氯代二苯并-对-二噁英 octachlorodibenzo-*p*-dioxin (O₈CDD)

八氯代二苯并-对-二噁英，无异构体。

5.2.7

多氯代二苯并呋喃 polychlorinated dibenzofurans (PCDFs)

一氯代二苯并呋喃～八氯代二苯并呋喃的统称，有 135 种同类物。

5.2.8

四氯代二苯并呋喃 tetrachlorodibenzofurans (T₄CDFs)

四氯代二苯并呋喃的统称，有 38 种异构体。

5.2.9

五氯代二苯并呋喃 pentachlorodibenzofurans (P₅CDFs)

五氯代二苯并呋喃的统称，有 28 种异构体。

5.2.10

六氯代二苯并呋喃 hexachlorodibenzofurans (H₆CDFs)

六氯代二苯并呋喃的统称，有16种异构体。

5.2.11

七氯代二苯并呋喃 heptachlorodibenzofurans (H₇CDFs)

七氯代二苯并呋喃的统称，有4种异构体。

5.2.12

八氯代二苯并呋喃 octachlorodibenzofuran (O₈CDF)

八氯代二苯并呋喃，无异构体。

5.2.13

二噁英类 polychlorinated dibenzo-*p*-dioxins and polychlorinated dibenzofurans (PCDD/Fs)

多氯代二苯并-对-二噁英和多氯代二苯并呋喃的统称，有210种同类物。

5.2.14

2,3,7,8-氯代二噁英类 2,3,7,8-chlorine substituted PCDDs and PCDFs

第2、3、7、8位氢原子被氯原子取代的所有二噁英类化合物的统称，包括7种多氯代二苯并-对-二噁英和10种多氯代二苯并呋喃，共17种化合物。参见表5-2。

5.2.15

毒性当量因子 toxicity equivalency factor (TEF)

各二噁英类化合物与2,3,7,8-四氯代二苯并-对-二噁英（2,3,7,8-T₄CDD）对芳香烃受体（AhR）的亲性能之比。

5.2.16

毒性当量质量浓度 toxic equivalent quantity (TEQ)

各二噁英类化合物质量浓度折算为相当于2,3,7,8-T₄CDD毒性的等价质量浓度，毒性当量质量浓度为实测质量浓度与该化合物毒性当量因子（TEF）的乘积。

5.2.17

二噁英类毒性当量质量浓度 toxic equivalent quantity of PCDD/Fs

17种2,3,7,8-氯代二噁英类毒性当量质量浓度之和。

表5-2 2,3,7,8-氯代二噁英类名称及英文缩写

序号	化合物名称	化合物简称	CAS No.
1	2,3,7,8-四氯代二苯并-对-二噁英	2,3,7,8-T ₄ CDD	1746-01-6
2	1,2,3,7,8-五氯代二苯并-对-二噁英	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	40321-76-4
3	1,2,3,4,7,8-六氯代二苯并-对-二噁英	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	39227-28-6
4	1,2,3,6,7,8-六氯代二苯并-对-二噁英	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	57653-85-7
5	1,2,3,7,8,9-六氯代二苯并-对-二噁英	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	19408-74-3
6	1,2,3,4,6,7,8-七氯代二苯并-对-二噁英	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	35822-46-9
7	八氯代二苯并-对-二噁英	O ₈ CDD	3268-87-9
8	2,3,7,8-四氯代二苯并呋喃	2,3,7,8-T ₄ CDF	51207-31-9
9	1,2,3,7,8-五氯代二苯并呋喃	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	57117-41-6
10	2,3,4,7,8-五氯代二苯并呋喃	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	57117-31-4
11	1,2,3,4,7,8-六氯代二苯并呋喃	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	70648-26-9
12	1,2,3,6,7,8-六氯代二苯并呋喃	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	57117-44-9
13	1,2,3,7,8,9-六氯代二苯并呋喃	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	60851-34-5
14	2,3,4,6,7,8-六氯代二苯并呋喃	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	72918-21-9
15	1,2,3,4,6,7,8-七氯代二苯并呋喃	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	67562-39-4
16	1,2,3,4,7,8,9-七氯代二苯并呋喃	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	55673-89-7
17	八氯代二苯并呋喃	O ₈ CDF	39001-02-0

5.3 方法原理

首先向量取的水质样品中添加提取内标，然后选用液液萃取或固相萃取方式萃取二噁英类，若样品中悬浮固体较多，需先过滤处理，再进行液液萃取或固相萃取，过滤后的玻璃纤

维滤膜和固相萃取膜选用索氏提取或加压流体萃取方式提取。萃取液和提取液浓缩后合并、定容，分取部分溶液作为净化分析用试样，经净化、分离、浓缩等操作后，加入进样内标和溶剂，制备成 10 μl ~50 μl 上机样品；经高分辨气相色谱-高分辨质谱仪检测，根据保留时间和监测离子丰度比定性，同位素稀释法定量。样品分析流程见图 5-4。

方法原理概述为：样品中添加提取内标，经萃取、提取、净化、分离、浓缩等操作后，加入进样内标，经高分辨气相色谱-高分辨质谱仪检测，根据保留时间和监测离子丰度比定性，同位素稀释法定量。

5.4 干扰和消除

样品提取过程中干扰二噁英类测定的物质也一并被提取，该类物质与二噁英类具有相似结构和理化性质，如多氯联苯、多氯二苯醚、氯代氧杂蒽、多溴二苯醚、氯代苄基苯醚、混合溴氯代二噁英类、甲氧基联苯、羟基二苯醚、多环芳烃、多氯萘等。还有一些大分子有机物、单质硫等无机物，会降低色谱柱的分离能力，使色谱峰形变差、基线抬升等。在二噁英类目标物色谱保留时间 $\pm 3\text{ s}$ 以内，与其监测离子质量数相近的化合物都可能成为潜在干扰物；在同一质谱采集窗口内，浓度显著高的化合物会降低二噁英类目标物的检测灵敏度。

二噁英类是痕量污染物，消除实验器皿、试剂、材料和样品中的干扰物非常必要；按照材料和试剂的相关要求，保证试剂纯度，对材料进行严格的预处理；按照样品净化的相关步骤，利用酸处理、柱层析净化等手段，可减少或消除大部分干扰物；按照仪器分析的相关设定，利用高效的毛细管气相色谱柱分离能力，配合高分辨率的双聚焦磁质谱，可排除其余干扰物对二噁英类测定的影响。在 17 种二噁英类中 2,3,4,7,8- P_5CDF 对毒性当量质量浓度贡献较大，但与 1,2,3,7,8,9- H_6CDF 类似易于与其他同类物共流出，分析时需使用双柱核对，例如本标准体系选择 BPX-DXN 和 RH-12MS 两种型号的色谱柱校核。

5.5 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纯水。二噁英类分析过程中使用大量的有机溶剂且浓缩倍数可达 1.0×10^4 倍，为避免有机溶剂对分析干扰，增加了浓缩 1.0×10^4 倍后不得检出二噁英类的要求。

5.5.1 甲醇 (CH_3OH)：农残级。

5.5.2 丙酮 (CH_3COCH_3)：农残级。

5.5.3 甲苯 (C_7H_8)：农残级。

5.5.4 二氯甲烷 (CH_2Cl_2)：农残级。

5.5.5 正己烷 (C_6H_{14})：农残级。

5.5.6 壬烷 (C_9H_{20})：优级纯。

5.5.7 硫酸 (H_2SO_4)： $\rho=1.84\text{ g/ml}$ ， $w \in [95\%, 98\%]$ ，优级纯。

5.5.8 氢氧化钠 (NaOH)。

5.5.9 硝酸银 (AgNO_3)：优级纯。

5.5.10 氯化钠 (NaCl)：优级纯。

380 $^\circ\text{C}$ 烘烤 4 h，置于干燥器中冷却至室温，转移至玻璃瓶中，于干燥器中保存。

5.5.11 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)。

380 °C烘烤 4 h，置于干燥器中冷却至室温，转移至玻璃瓶中，于干燥器中保存。

5.5.12 正己烷洗净水。

用正己烷 (5.5.5) 充分洗涤过的纯水。

5.5.13 二氯甲烷-正己烷溶液 I。

二氯甲烷 (5.5.4) 与正己烷 (5.5.5) 以体积比 1:49 混合。

5.5.14 二氯甲烷-正己烷溶液 II。

二氯甲烷 (5.5.4) 与正己烷 (5.5.5) 以体积比 1:3 混合。

5.5.15 二氯甲烷-正己烷溶液 III。

二氯甲烷 (5.5.4) 与正己烷 (5.5.5) 以体积比 1:1 混合。

5.5.16 氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH})=40 \text{ g/L}$ 。

称取 4 g 氢氧化钠 (5.5.8) 溶于少量水中，稀释至 100 ml。

5.5.17 氯化钠溶液： $\rho(\text{NaCl})=50 \text{ g/L}$ 。

称取 5 g 氯化钠 (5.5.10) 溶于少量水中，稀释至 100 ml。

5.5.18 硝酸银溶液： $\rho(\text{AgNO}_3)=400 \text{ g/L}$ 。

称取 40 g 硝酸银 (5.5.9) 溶于少量水中，稀释至 100 ml。

5.5.19 二噁英类标准溶液。

用壬烷 (5.5.6) 或甲苯 (5.5.3) 配制的 2,3,7,8-氯代二噁英类的标准溶液，可购买市售有证标准溶液，按照标准溶液证书要求保存。

5.5.20 二噁英类校准溶液。

用壬烷 (5.5.6) 或甲苯 (5.5.3) 配制的二噁英类标准物质与相应内标物质的混合溶液，至少应包括 5 种不同的质量浓度梯度。可购买市售有证标准溶液，按照标准溶液证书要求保存。

5.5.21 提取内标。

选择同位素标记的二噁英类作为提取内标，参见表 5-3。可购买市售有证标准溶液，按照标准溶液证书要求保存。

5.5.22 进样内标。

选择同位素标记的二噁英类作为进样内标，参见表 5-3。可购买市售有证标准溶液，按照标准溶液证书要求保存。

水质二噁英类样品分析过程中内标物质种类可分为提取内标、净化内标、进样内标。样品开始提取时添加的内标物为提取内标，样品提取液开始净化处理时添加的内标为净化内标，样品进行仪器分析时添加的内标为进样内标。通过提取内标回收率的控制，可以对样品前处理全过程进行质量控制；如果仅对前处理全过程进行质量控制，净化内标可以不添加。二噁英类分析内标物质使用示例见表 5-3。

表 5-3 二噁英类分析内标使用示例

类别	序号	化合物简称
提取内标	1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD
	2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD

续表

类别	序号	化合物简称
提取内标	3	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8- H_6CDD
	4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8- H_6CDD
	5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8- H_7CDD
	6	$^{13}\text{C}_{12}$ - O_8CDD
	7	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8- T_4CDF
	8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8- P_5CDF
	9	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8- P_5CDF
	10	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8- H_6CDF
	11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8- H_6CDF
	12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9- H_6CDF
	13	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8- H_6CDF
	14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8- H_7CDF
	15	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9- H_7CDF
净化内标	16	$^{37}\text{Cl}_4$ -2,3,7,8- T_4CDD （可选）
进样内标	17	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4- T_4CDD
	18	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9- H_6CDD

5.5.23 质量校准物质全氟煤油（PFK）：纯度 $\geq 98\%$ 。

市售有证标准溶液，按照标准溶液证书要求保存。

5.5.24 质量校准物质全氟三丁胺（PFTBA）， $\rho=1.88\text{ g/ml}$ 。

市售有证标准溶液，按照标准溶液证书要求保存。

5.5.25 石墨化炭黑：150 μm ~178 μm （100 目~80 目）。

5.5.26 硅藻土：20 μm ~100 μm （600 目~150 目）。

5.5.27 硅胶：60 μm ~230 μm （230 目~65 目）。

用二氯甲烷（5.5.4）洗净，待二氯甲烷（5.5.4）全部挥发后，摊放在蒸发皿或烧杯中，厚度小于 10 mm，130 $^{\circ}\text{C}$ 烘烤 18 h，放在干燥器中冷却至室温。转移至玻璃瓶中密封，于干燥器中保存。

5.5.28 氢氧化钠硅胶： $w(\text{NaOH})=1.3\%$ 。

取硅胶（5.5.27）67 g，加入氢氧化钠溶液（5.5.16）33 g，充分搅拌，使之呈流体粉末状。制备完成后转移至玻璃瓶中密封，于干燥器中保存。亦可购买市售商品，于干燥器中密封保存。

原标准中碱性硅胶为氢氧化钾硅胶，修订标准选用氢氧化钠碱性硅胶。两种硅胶性能相似，不存在显著性差异，各实验室可以依据实验室具体情况选用。日本工业标准 JISK0312 样品前处理过程中碱性硅胶为氢氧化钾硅胶，美国环保局 USEPA1613 样品前处理过程中碱性硅胶为氢氧化钠硅胶。USEPA1613 检测方法为二噁英类样品分析的经典方法，且国内多数二噁英分析实验室样品前处理过程及定性定量分析也主要参考该方法，因此修订后的标准文本中仅列举了氢氧化钠碱性硅胶。

5.5.29 硫酸硅胶： $w(\text{H}_2\text{SO}_4)=44\%$ 。

取硅胶（5.5.27）56 g，加入硫酸（5.5.7）44 g，充分搅拌，使之呈流体粉末状。制备完成后装入玻璃瓶中密封，于干燥器中保存。亦可购买市售商品，于干燥器中密封保存。

5.5.30 硝酸银硅胶： $w(\text{AgNO}_3)=10\%$ 。

硝酸银硅胶推荐使用市售商品，也可以选用原标准提供的配制方法手工配制。取硅胶（5.5.27）90 g，加入用硝酸银溶液（5.5.18）25 ml，使用旋转蒸发装置 50 °C 减压充分脱水。制备完成后装入棕色玻璃瓶中密封，于干燥器中保存。因硝酸银见光分解配制过程中应使用棕色遮光板或铝箔遮挡光线。亦可购买市售商品，于干燥器中密封保存。

5.5.31 氧化铝。

层析填充柱用氧化铝（碱性，活性度 I），也可以直接使用活性氧化铝。必要时可按照如下步骤活化。将氧化铝在烧杯中铺成厚度小于 10 mm 的薄层，130 °C 烘烤 18 h，或在培养皿中铺成厚度小于 5 mm 的薄层，500 °C 灼烧 8 h，活化后的氧化铝在干燥器内冷却至室温，转移至玻璃瓶中密封，于干燥器中保存，保存时间不超过 5 d。亦可购买市售商品，于干燥器中避光密封保存。

5.5.32 活性炭或活性炭硅胶。

在内衬聚四氟乙烯螺帽的玻璃瓶中将 9 g 石墨化炭黑（5.5.25）与 41 g 硅藻土（5.5.26）混合均匀，130 °C 烘烤 6 h，置于干燥器中冷却至室温，转移至玻璃瓶中密封，于干燥器中保存。使用前，使用甲苯（5.5.3）索氏提取 48 h 以上，确认甲苯不变色，若甲苯变色，重复索氏提取。索氏提取后，180 °C 烘烤 4 h，再用旋转蒸发装置 50 °C 减压干燥 1 h，于干燥器中密封保存备用。亦可购买活性炭硅胶市售商品，避光保存。

为确保分析质量，提高工作效率，国内大多数二噁英分析实验室购买商品化的实验耗材，选用自动样品净化系统为主。对配制过程繁琐、配制要求高的硝酸银硅胶和活性炭硅胶，实验室基本上已不再手工配制。因此建议选购市售的商品。

5.5.33 样品自动净化柱。

包括多层硅胶柱、硅酸镁柱或氧化铝柱、活性炭硅胶柱，满足 2,3,7,8-氯代二噁英类净化分离要求。市售，避光保存。

5.5.34 石英棉。

使用前用二氯甲烷（5.5.4）回流提取 6 h，或 200 °C 烘烤 2 h，于密闭玻璃容器中保存。烘烤方式处理石英棉适合去除挥发性有机物，对难挥发有机物效果不显著，为确保去除石英棉中二噁英类物质，建议优先选用溶剂清洗，溶剂可选用二氯甲烷、甲苯、正己烷等。

5.5.35 固相萃取膜：固定相为十八烷基硅烷键合硅胶（ C_{18} ）的萃取膜。

5.5.36 滤膜：玻璃纤维材质，孔径约为 0.45 μm 。

5.5.37 氮气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5.5.38 氦气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5.6 仪器设备

5.6.1 采样装置

采样设备和容器应符合 GB 17378.3、HJ 164、HJ 494、HJ 916 等相应技术规范要求。采样工具选用不锈钢、聚四氟乙烯、玻璃等材质的器具，使用前用甲醇（5.5.1）或丙酮（5.5.2）

等溶剂清洗。

样品容器材质应使用棕色玻璃、不锈钢、聚四氟乙烯等材质，容器可密封。使用前用甲醇（5.5.1）或丙酮（5.5.2）等溶剂清洗。

采样设备和样品容器的材质应对二噁英类无吸附作用，上述列举材质仅为常用的材质种类。

不同类别、不同浓度的样品检测需要的样品量不同，因此，对样品容器的体积未进行明确规定。

5.6.2 分析仪器

目前用于二噁英类分析的设备品牌包括美国Waters公司的Autospec Premier双聚焦磁质谱仪、美国热电公司Thermo Fisher DFS双聚焦磁质谱仪以及日本电子公司的JMS-800D双聚焦磁质谱仪3种型号设备。

5.6.2.1 高分辨气相色谱仪

目前尚无高分辨气相色谱概念，但高分辨气相色谱高分辨质谱为整套设备，且目前国内现行有效的标准，如HJ 1270-2022、HJ1224-2021，名称均为高分辨气相色谱-高分辨质谱法；参考EPA Method 1613、1668、1614、1669等涉及高分辨分析方法也是用HRGC-HRMS的写法，因此，本标准制修订仍沿用高分辨气相色谱-高分辨质谱法（HRGC/HRMS）名称，保持标准的一致性。高分辨气相色谱仪参考条件为：

- a) 进样口：具有分流/不分流进样功能，使用温度不低于 280 °C，也可使用柱上进样或程序升温大体积进样方式；
- b) 柱温箱：具有程序升温功能，可在 50 °C～350 °C 范围内调节；
- c) 色谱柱：60 m（柱长）×0.25 mm（内径）×0.25 μm（膜厚），固定相为 5%苯基-95%甲基聚硅氧烷或其他等效的低流失毛细管色谱柱。为保证对所关注的 2,3,7,8-氯代二噁英类良好的分离度，在有干扰时可选择不同性能的毛细管柱校核；

5.6.2.2 高分辨质谱仪

高分辨质谱仪参考条件为：

- a) 高分辨质谱仪为双聚焦磁质谱仪，具有气质联机接口，使用温度不低于 280 °C；
- b) 具有电子轰击离子源（EI），电子轰击能量可在 25 eV～70 eV 范围内调节；
- c) 具有选择离子监测功能，质量校正使用锁定质量模式；
- d) 动态分辨率大于 1.0×10^4 （10%峰谷定义，下同）并至少可稳定 24 h 以上，当使用的内标包含 $^{13}\text{C}_{12}\text{-O}_8\text{CDF}$ 时，动态分辨率应大于 1.2×10^4 ；
- e) 高分辨状态下（动态分辨率大于 1.0×10^4 ），1 s 内能够重复监测 12 个监测离子；
- f) 数据处理系统能够实时采集、记录及存储质谱数据。

5.6.3 辅助设备

5.6.3.1 过滤装置：真空泵、抽滤瓶等。

5.6.3.2 萃取装置：分液漏斗、固相萃取装置等。

5.6.3.3 干燥装置：冷冻干燥仪（冷阱温度 $\leq -65\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，真空度 $\leq 5\text{ Pa}$ ，配一定体积的搁板和歧管）、干燥器等。

5.6.3.4 提取装置：索氏提取器、加压流体萃取仪或其他性能相当的提取装置。主要用于滤膜、萃取膜等吸附材料的提取。其中加压流体萃取仪性能应满足《土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法》（HJ 783-2016）基本要求。主要有索氏提取器、快速索氏提取器、热电 ASE 300、ASE 350 加速溶剂萃仪等提取装置。

5.6.3.5 样品自动净化系统：可设定程序自动对样品自动净化柱进行不同类别溶剂预淋洗、样品淋洗及淋洗液收集的功能。目前市场上有德国 LC-TECH 公司样品自动净化系统（DEXTech+）、美国 FMS 公司样品自动净化系统、国产的杭州内明科技有限公司生产的 EASYLAB2020 型二噁英自动净化仪以及由华南环境科学研究所研制的复合层析柱净化系统等。

5.6.3.6 浓缩装置：旋转蒸发装置、氮吹仪以及功能相当的其他浓缩装置。

5.6.3.7 填充柱：内径 8 mm~15 mm，长 100 mm~300 mm 的玻璃填充柱。

5.6.3.8 玻璃管：内径约 8 mm，长约 160 mm 的可翻转玻璃管，配套聚四氟乙烯接头。

5.6.3.9 一般实验室常用仪器和设备。

5.7 样品

5.7.1 采集

根据生态环境管理要求和相关技术规范，确定采样时间和采样频次。二噁英类在环境中非常稳定，结合不同的水体功能、水文要素、二噁英类排放等实际情况，力求以最低的采样频次，取得最有时间代表性的样品。

二噁英类样品的采样设备和容器应使用不锈钢、聚四氟乙烯或玻璃材质，使用前要用丙酮（或甲醇）及二氯甲烷（或甲苯）清洗。

水中二噁英类参考 GB 17378.3、GB/T 14581、HJ/T 52、HJ 91.1、HJ 91.2、HJ 164 的相关要求采集。地表水参考 HJ 91.2-2022 采样；地下水参考 HJ 164-2020 采样；工业生产排放废水参考 HJ 91.1-2019 或行业标准采样；海水参照 GB 17378.3-2007 采样。

废水样品采集必须考虑废水的性质和每个采样点所处的位置，废水中二噁英类采样点位参照第一类污染采样要求。依据《环境二噁英类监测技术规范》（HJ 916-2017）中废水二噁英类采样位置要求，废水中二噁英类采样点位可设在车间出水口或车间处理设施的排放口或专门处理此类污染物设施的排口。

对于污染治理、污染源调查和评价等废水中的二噁英类的检测，其采样时间和采样频次可以根据检测方案的要求确定。

5.7.2 采样量

样品量应满足分析要求，实际采样量不得低于检测所需样品量，所需样品量可根据公式（1）估算。

$$V = m_{\text{DL}} \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{V_3}{V_4} \times \frac{1}{\rho_{\text{DL}}} \quad (1)$$

式中： V ——测定所需样品量，L；

m_{DL} ——测定方法最小检出量，pg；

V_1 ——试样最终定容体积， μl ；

V_2 ——进样量， μl ；

V_3 ——提取液定容体积，ml；

V_4 ——样品分取量，ml；

ρ_{DL} ——所需试样的测定下限，pg/L。

本检测方法中二噁英类的最小检出量以仪器检出限计，数值为 0.1 pg~0.5 pg，样品分析过程中定容 20 μl ，进样体积为 1 μl ，提取液未分取，所需试样的测定下限以 0.16 pg/L~1.6 pg/L 计，依据公式（1）计算所需样品量为 1.7 L~12.5 L。实际样品中以多种二噁英类化合物共同存在，为了把毒性高的低氯化化合物定量准确，地表水样品检测过程中推荐样品量为 10 L，如果提取液要分取使用，样品量需要相应增加。工业废水中二噁英类控制限值高，测定下限可适当提高，所需样品量相对较少，废水样品量应满足 HJ 916-2017 技术要求。

5.7.3 保存时间

原标准 HJ 77.1-2008 中未规定样品的保存期限，《水质 样品的保存和管理技术规定》（HJ 493-2009）、《污水监测技术规范》（HJ 91.1-2019）和《环境二噁英类监测技术规范》（HJ 916-2017）中均未对二噁英类样品的保存期限提出明确规定。日本工业标准 JISK 0312-2008 中规定样品避光在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~10 $^{\circ}\text{C}$ 下保存，尽快检测分析。美国 USEPA 1613B-1994 中水样在低温（0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ ）避光条件下，可以保存 1 a；样品提取液在-10 $^{\circ}\text{C}$ 以下，也可以保存 1 a，水质二噁英类样品的最长保存时间未规定。

二噁英类是持久性有机污染物，在环境中比较稳定难以降解，样品保存时间较长。为验证地表水样品低温避光条件下样品保存时间，标准编制组采集了约 50 L 干净的地表水样品，2020 年 2 月 17 日取 10 L 地表水样品检测分析，2,3,7,8-氯代二噁英类均低于检出限。再分取 6 份相同量的样品，编号分别为样品 1~样品 6，并添加 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类，添加浓度为四氯代二噁英类为 3.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类为 15 pg/L，八氯代二噁英类为 30 pg/L，样品保存在冷藏柜中，温度控制在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~10 $^{\circ}\text{C}$ 之间，样品提取液在-10 $^{\circ}\text{C}$ 冷柜中避光保存。标准编制组分别于 2020 年 2 月、2020 年 3 月和 2021 年 3 月各选取 2 份样品检测分析，并对前次保留的样品提取液重复检测分析，重复检测的提取液编号分别为样品 1R~样品 4R，检测数据详见表 5-4。

由检测数据可知，地表水样品提取液测定时间间隔 30 d 时，样品 1 和样品 1R，样品 2 和样品 2R 之间质量浓度相对偏差分别为 3.8%和 0.2%；样品提取液测定时间间隔 1 a 时，样品 3 和样品 3R，样品 4 和样品 4R 之间质量浓度相对偏差分别为 2.3%和 0.8%；6 个样品 10 个频次的检测结果中平均相对偏差为 6.9%，检测结果最大值与最小值之间相对偏差为 9.5%。添加的 2,3,7,8-氯代二噁英类质量浓度和回收率也未发生显著变化。

为了验证废水样品在低温避光条件下样品保存时间，编制组于 2023 年 2 月 7 日采集了造纸废水。一部分废水样品添加了二噁英类标准溶液，废水样品中标准溶液添加水平为四

氯代二噁英类 10 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 50 pg/L，八氯代二噁英类 100 pg/L。样品保存在冷藏柜中，温度控制在 0 °C~10 °C 之间。首次验证检测时废水样品和加标样品同步进行分析；样品选用液液萃取+自动净化的前处理方式。首次检测结果表明造纸废水中 2,3,7,8-氯代二噁英类浓度均低于方法检出限。因此，后续验证过程中仅对加标样品进行了检测。参照《水质 样品的保存和管理技术规定》（HJ 493-2009）中测试项目的可保存时间，标准编制组间隔 7 d、14 d、30 d 分别取加标废水样品检测分析。验证实验样品检测结果见表 5-5。由检测结果可知，4 次检测二噁英类总质量浓度相对偏差为-2.4%~4.5%，加标回收率在 63.0%~67.5%之间；2,3,7,8-氯代二噁英类相对偏差为-19%~20%。在低温避光保存 30 d 内，造纸废水中二噁英类未发生趋势性变化。但是，废水样品在低温保存过程中，水体产生泡沫、变臭、产生黑色颗粒沉淀。虽然二噁英类检测结果未发生显著变化，但废水样品不适宜长时间保存。

依据地表水和废水样品保存时间验证数据结果，表明水质二噁英类样品可以长时间保存。但是参考《水质 样品的保存和管理技术规定》（HJ 493-2009）和《污水监测技术规范》（HJ 91.1-2019）中测试项目保存时间规定，本方法规定样品应密封遮光运输，送至实验室的水样应 0 °C~10 °C 密封、避光保存，在 30 d 内开展样品制备为宜，样品提取液可于 -10 °C 以下密封、避光保存 1 a。虽然二噁英类样品可以保存较长时间，但是非必要情况下要尽快分析。

表 5-4 地表水样品及样品提取液保存时间检测结果

序号	化合物简称	加标量 (pg/L)	检测结果 (pg/L)									
			2020 年 2 月		2020 年 3 月				2021 年 3 月			
			1	2	3	4	1R	2R	5	6	3R	4R
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	3.0	3.0	2.6	2.8	3.1	2.5	2.5	2.3	2.7	2.5	2.9
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	15	12.1	12.9	11.9	11.5	11.9	12.7	13.0	13.6	12.7	11.9
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	15	12.4	11.7	12.4	12.4	12.6	12.1	13.7	11.0	12.9	12.4
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	15	11.4	11.4	11.5	11.0	12.1	13.0	11.7	12.7	13.7	10.8
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	15	11.5	11.1	11.5	10.2	12.7	13.0	11.1	13.3	12.0	11.1
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	15	12.0	12.1	11.8	11.5	12.5	11.4	11.8	12.3	12.6	10.6
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	15	11.4	13.6	11.0	11.0	11.2	12.6	14.5	11.3	12.5	10.9
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	15	11.2	14.6	13.0	9.9	13.3	12.5	12.1	11.3	12.5	9.4
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	15	10.2	10.8	9.8	8.7	12.8	12.6	13.6	12.1	12.1	8.8
10	O ₈ CDF	30	22.6	31.2	21.3	17.3	24.8	23.1	25.8	27.5	25.9	17.8
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	3.0	2.4	3.1	2.8	2.8	2.2	2.1	2.8	2.6	2.6	3.0
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	15	11.4	12.4	11.1	11.6	12.8	13.5	13.4	12.5	12.1	11.3
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	15	10.7	11.5	11.1	10.7	13.0	11.5	12.5	11.4	12.8	11.5
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	15	12.0	13.8	12.6	11.8	12.9	14.2	12.1	12.3	12.9	11.2
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	15	12.1	12.4	11.6	11.4	12.2	13.3	10.5	12.4	12.9	10.3
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	15	12.6	12.7	13.0	10.3	12.6	13.0	11.0	13.0	13.0	9.9
17	O ₈ CDD	30	22.7	22.5	27.3	19.7	26.1	26.2	23.0	24.5	26.8	17.9
18	PCDD/Fs	261	202	220	206	185	218	219	215	216	216	182

表 5-5 废水样品保存时间检测结果

序号	化合物简称	造纸废水 (pg/L)	加标量 (pg/L)	加标造纸废水检测结果 (pg/L)				检测结果相对偏差 (%)			
				第 1 天	第 7 天	第 14 天	第 30 天	第 1 天	第 7 天	第 14 天	第 30 天
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	10	7.81	11.2	10.0	9.5	-19	15.7	4.2	-0.9
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	50	37.2	42.7	42.3	42.3	-9.6	3.8	2.9	2.8
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	50	42.7	45.9	45.3	47.2	-5.8	1.4	0.1	4.2
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	50	30.6	34.5	33.9	35.1	-8.8	2.8	1.2	4.8
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	50	33.1	35.6	34.4	33.7	-3.2	4.1	0.4	-1.4
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	50	32.0	36.0	34.4	35.3	-7.0	4.5	-0.2	2.6
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	50	32.7	33.6	33.7	32.7	-1.4	1.3	1.5	-1.5
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	50	30.1	29.7	28.1	28.7	3.4	1.8	-3.7	-1.5
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	50	26.7	28.4	24.2	26.5	0.9	7.4	-8.6	0.3
10	O ₈ CDF	ND	100	47.1	45.2	38.8	41.3	9.3	4.8	-10	-4.1
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	10	7.8	8.9	9.1	9.4	-11	1.3	3.0	6.9
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	50	37.3	43.9	43.1	43.2	-11	4.9	3.0	3.1
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	50	31.2	36.4	34.9	35.4	-9.5	5.5	1.4	2.7
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	50	31.0	36.7	34.1	35.3	-9.4	7.1	-0.7	3.0
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	50	37.8	40.3	33.0	34.4	3.9	10.8	-9.2	-5.5
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	50	29.5	28.3	27.2	27.2	5.0	0.9	-3.1	-2.9
17	O ₈ CDD	ND	100	57.0	49.8	41.4	42.0	20	4.6	-13	-12
18	PCDD/Fs	/	870	552	587	548	559	-1.7	4.5	-2.4	-0.4

5.8 试样的制备

5.8.1 样品量取

用量筒量取样品，取样量建议不小于 10 L。如果提取液需要分取，则取样量应适当增加，也可根据样品浓度高低适当调整取样量。

5.8.2 添加提取内标

量取的样品若分批提取，每批均需添加提取内标。提取内标推荐添加总量为四氯代~七氯代二噁英类 0.2 ng~1.0 ng，八氯代二噁英类 0.4 ng~2.0 ng。如果提取液需要分取，则提取内标添加量应适当增加。为保证提取内标与样品混合均匀，可选择甲醇或丙酮对提取内标溶液稀释，再添加到样品中。

5.8.3 样品过滤

如果样品中悬浮固体较多时，需过滤处理，添加提取内标的样品应全部过滤。收集滤液与滤膜。滤膜放入冷冻干燥仪或干燥器中干燥；滤液选用固相萃取或液液萃取方式萃取。若样品不需要过滤处理，可以直接进行样品的萃取。

5.8.4 液液萃取

将过滤得到的滤液或样品溶液转移至分液漏斗中，一般选择 1 L 或 2 L 的分液漏斗，液体量以不超漏斗体积 2/3 为宜。使用二氯甲烷液液萃取，萃取 3 次。样品容器用纯水和有机溶剂清洗，清洗液直接添加到样品溶液中，液液萃取；合并萃取液，经无水硫酸钠脱水后，用旋转蒸发仪浓缩至 1 ml~2 ml。

因为二噁英类极难溶于水，易溶于有机溶剂，所以使用少量有机溶剂就可以从水中萃取出来。原标准中选用甲苯或二氯甲烷作为萃取溶剂，以甲苯为溶剂需萃取 10 次，以二氯甲烷为溶剂需萃取 3 次。由于甲苯密度小于水，有机相和水相分离时操作比较困难，且重复提取次数多，所以修订文本中参考 EPA 3510C 液液萃取方法仅选用二氯甲烷作萃取溶剂。一般 1 L 水中添加约 50 ml~100 ml 二氯甲烷可以满足萃取需求，为确保萃取效率，每 1 L 样品中仍然建议添加 100 ml 二氯甲烷。萃取次数未变化，仍萃取 3 次，单次振荡萃取 10 min。

5.8.5 固相萃取

固相萃取装置如图 5-1 所示，由单个和多连套 2 种组合方式。固相萃取膜材质选择对有机物吸附效果好的十八烷基键合相硅胶（C₁₈）膜。为萃取大量样品中二噁英类，建议使用大直径萃取膜（90 mm），为确保萃取效率，萃取流量不超过 100 ml/min，每张膜萃取样品的量不超过 5 L。为避免颗粒物堵塞固相萃取膜，可以在固相萃取膜上面放置一张玻璃纤维滤膜，过滤颗粒物。

键合相硅胶（C₁₈）膜长时间处于强酸性（pH<2）或强碱性样品中（pH>9）的会水解，会降低萃取效率或引起仪器基线的不稳定。如果样品 pH 值不在 5~9，应对样品 pH 值调整。

固相萃取过程主要包括样品制备程序、pH 值调整、固相提取装置清洗、萃取膜活化，样品萃取和样品洗脱等流程。

二噁英类固相萃取方法按照 HJ 77.1-2008 中 8.4 章节执行，或参考 EPA 3535A-2007（固

相萃取)方法进行。使用适量二氯甲烷(或丙酮)清洗固相萃取装置。将固相萃取膜和玻璃纤维滤膜(可选)顺次放在支撑网上,放置固相萃取用专用漏斗,用夹子固定。按照以下程序进行润洗、活化和膜固相萃取:

- a) 加入约 10 ml 的甲苯,开启固相萃取装置的抽气泵抽去甲苯,重新加入约 10 ml 甲苯,浸润 5 min 后抽干;
- b) 注入约 10 ml 的丙酮,开启固相萃取装置的抽气泵抽去丙酮,重新加入约 10 ml 丙酮,浸润 5 min 后抽干;
- c) 加入约 10 ml 甲醇,并使其浸润约 1 min,开启固相萃取装置的抽气泵缓慢抽去甲醇,使液面降至距萃取膜 2 mm~5 mm,关闭抽滤泵,保持固相萃取膜湿润;
- d) 再用约 10 ml 纯水清洗固相萃取漏斗及活化固相萃取膜,并保持固相萃取膜湿润;
- e) 将量取的样品或过滤步骤中滤液样品缓慢注入膜固相萃取漏斗中,通过调节抽气泵的抽力控制萃取流量,萃取流量不宜大于 100 ml/min;
- f) 样品添加完毕后,用纯水清洗样品容器,并将清洗液注入固相萃取漏斗中,漏斗内壁也用少量纯水清洗;
- g) 待清洗液全部经过固相萃取膜后,继续维持抽气,抽干萃取膜;
- h) 取出玻璃纤维滤膜和固相萃取膜,置于冷冻干燥仪或干燥器中充分干燥;
- i) 用二氯甲烷或丙酮清洗样品容器和萃取装置内壁,单独收集有机溶剂清洗液,清洗液经过无水硫酸钠脱水后,浓缩至 1 ml~2 ml。

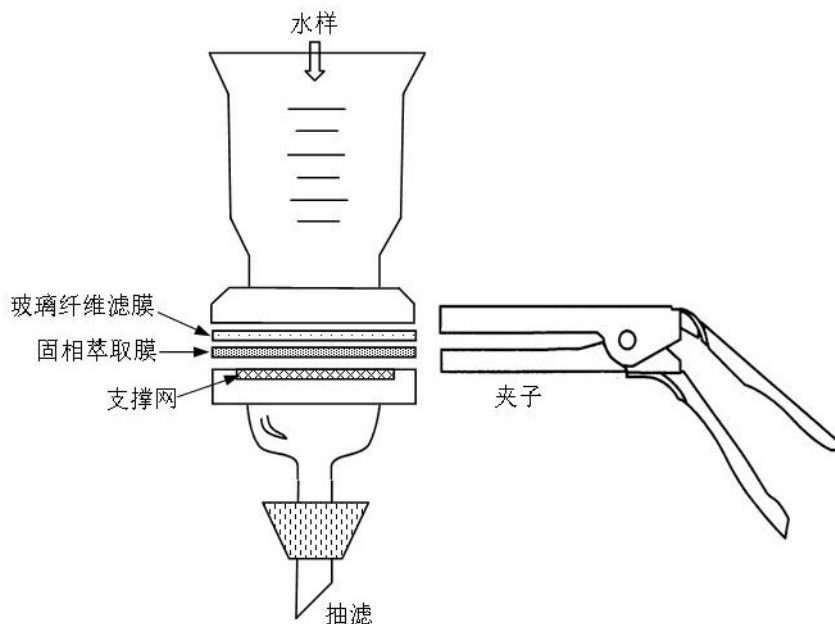


图 5-1 膜固相萃取装置示意图

5.8.6 样品的提取

若滤液选用液液萃取方式萃取,需把过滤后的玻璃纤维滤膜转移至索氏提取器中,用甲

苯提取 16 h 以上，溶剂回流速度控制在 4 次/h~6 次/h。将索氏提取液与液液萃取步骤的萃取液合并，浓缩至 1 ml~2 ml。

若滤液选用固相萃取方式萃取，需把过滤后的玻璃纤维滤膜和固相萃取过程的固相萃取膜和玻璃纤维滤膜一并转移至索氏提取器中，用甲苯提取 16 h 以上，溶剂回流速度控制在 4 次/h~6 次/h。将索氏提取液与固相萃取过程有机溶剂清洗液合并，浓缩至 1 ml~2 ml。

样品的提取可选择加压流体萃取方式，也可以选用通过验证的其他提取方式，如快速溶剂萃取、微波萃取和二氧化碳超临界流体萃取法等。

索氏提取法为样品提取的经典方法，其优点为提取方法简单、稳定可靠、提取效率高，但提取过程时间长，且需要使用大量溶剂。加压流体萃取也广泛应用于有机物的提取，如《土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法》（HJ 783-2016）规定了采用加压流体萃取法提取样品中部分半挥发性和难挥发有机物的提取方法。与经典索氏提取相比，加压流体萃取具有提取时间短，有机溶剂用量少、自动化程度高等优点；但也存在样品容易交叉污染，且设备购置成本相对较高的缺点。特别是提取溶剂为二氯甲烷时，会生成盐酸腐蚀管路，应及时清洗管路，在长期不使用的情况下应将管路从溶剂瓶中移出。

标准编制组对膜固相萃取-索氏提取和膜固相萃取-加压流体萃取两种组合方式的提取效率进行了验证。验证方法如下：固相萃取膜上面放置一张同尺寸玻璃纤维膜，按照固相萃取方法对添加了二噁英类的纯水萃取。四氯代二噁英类添加浓度为 1.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类添加浓度为 5.0 pg/L，八氯代二噁英类添加浓度为 10 pg/L。萃取后，把膜置于干燥器中干燥。共萃取了 12 份样品，6 份索氏提取，6 份加压流体萃取。

6 份干燥好的玻璃纤维膜和固相萃取膜转移至索氏提取器中提取，提取溶剂为甲苯，提取时间 16 h 以上，回流速度控制在 4 次/h~6 次/h；同时，另外 6 份玻璃纤维膜和固相萃取膜样品转移萃取池中，萃取池中添加少量无水硫酸钠，进行加压流体萃取。提取条件为压力 10.3 MPa，温度 120 °C，提取溶剂为甲苯，100%充满萃取池模式，静态萃取时间 5 min，萃取循环 3 次，收集提取液。

两种提取方式的提取液直接浓缩定容，添加进样内标，进行仪器检测分析，通过计算二噁英类回收率验证提取效果。样品加标回收率见表 5-6 和表 5-7。

由表 5-6 可知，选用固相萃取-索氏提取的 6 个样品中，2,3,7,8-氯代二噁英类的回收率范围为 88%~111%，回收率比较稳定。

由表 5-7 可知，选用固相萃取-加压流体萃取的 6 个样品中，2,3,7,8-氯代二噁英类的回收率范围为 78%~103%，回收率比较稳定。

通过实验结果可知，固相萃取-索氏提取和固相萃取-加压流体萃取两种方式均能满足二噁英类检测分析需求，不存在显著区别。

表 5-6 固相萃取-索氏提取试验检测结果

序号	化合物简称	加标量 (pg)	检测结果 (pg)						回收率 (%)					
			ST-1	ST-2	ST-3	ST-4	ST-5	ST-6	ST-1	ST-2	ST-3	ST-4	ST-5	ST-6
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	2.0	1.94	1.83	1.83	2.07	1.92	2.00	97	92	92	104	96	100
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	10	9.5	9.8	9.2	9.7	9.2	10.0	95	98	92	97	92	100
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	10	10.0	10.8	8.7	9.3	9.0	10.8	100	108	87	93	90	108
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	10	9.3	10.2	10.3	8.9	8.8	10.1	93	102	103	89	88	101
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	10	9.6	9.1	10.3	9.5	9.7	9.3	96	91	103	95	97	93
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	10	8.9	9.6	8.8	8.8	8.9	9.4	89	96	88	88	89	94
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	10	9.7	8.8	8.8	8.8	8.7	9.7	97	88	88	88	87	97
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	10	10.9	9.4	11.0	10.5	9.2	10.6	109	94	110	105	92	106
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	10	8.7	9.7	10.4	9.1	9.4	9.4	87	97	104	91	94	94
10	O ₈ CDF	20	19.6	17.2	17.4	18.8	18.4	19.8	98	86	87	94	92	99
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	2.0	1.94	1.95	1.99	2.00	1.96	1.94	97	98	100	100	98	97
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	10	9.1	10.4	10.4	10.2	11.1	9.9	91	104	104	102	111	99
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	10	9.3	9.4	8.9	8.9	8.9	8.8	93	94	89	89	89	88
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	10	9.2	8.7	9.2	9.5	9.6	9.2	92	87	92	95	96	92
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	10	9.2	9.3	9.2	9.3	9.3	8.9	92	93	92	93	93	89
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	10	8.8	9.0	9.0	9.5	9.4	8.8	88	90	90	95	94	88
17	O ₈ CDD	20	18.5	17.7	18.0	17.7	18.5	18.1	92	88	90	88	92	91

表 5-7 固相萃取-加压流体萃取验证试验结果

序号	化合物简称	加标量 (pg)	检测结果 (pg)						回收率 (%)					
			ASE-1	ASE-2	ASE-3	ASE-4	ASE-5	ASE-6	ASE-1	ASE-2	ASE-3	ASE-4	ASE-5	ASE-6
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	2.0	1.76	1.84	1.69	1.92	1.88	1.65	88	92	85	96	94	83
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	10	9.4	8.6	8.7	8.5	9.5	9.9	94	86	87	85	95	99
3	2,3,4,7,8- P ₅ CDF	10	8.9	8.8	9.7	9.6	9.5	9.5	89	88	97	96	95	95
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	10	8.9	9.6	9.6	9.1	8.8	9.0	89	96	96	91	88	90
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	10	9.3	8.8	8.4	8.3	8.6	8.3	93	88	84	83	86	83
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	10	9.5	9.5	9.7	8.7	8.6	9.1	95	95	97	87	86	91
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	10	8.1	7.8	9.3	9.7	8.2	8.6	81	78	93	97	82	86
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	10	9.0	9.6	9.2	8.8	9.4	9.4	90	96	92	88	94	94
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	10	9.2	10.2	9.9	10.3	8.8	9.7	92	102	99	103	88	97
10	O ₈ CDF	20	18.7	17.2	17.9	18.9	18.4	17.7	94	86	90	95	92	88
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	2.0	1.86	1.92	1.85	1.80	1.87	1.89	93	96	93	90	94	95
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	10	8.8	10.0	9.4	9.3	10.0	9.0	88	100	94	93	100	90
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	10	9.0	9.1	9.2	8.8	9.1	8.9	90	91	92	88	91	89
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	10	9.5	9.6	8.7	9.2	9.4	8.8	95	96	87	92	94	88
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	10	8.8	9.1	8.8	8.9	9.4	8.8	88	91	88	89	94	88
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	10	8.9	9.3	9.6	8.7	9.3	9.4	89	93	96	87	93	94
17	O ₈ CDD	20	18.1	17.5	18.3	17.5	17.8	17.6	91	88	92	87	89	88

5.8.7 试样浓缩液分取

将萃取液和提取液合并浓缩，用于净化。如需分取，先定容至 10 ml，再根据样品中预估二噁英类浓度的高低和样品留样的需求分取整数比例的提取液作为净化分析试样，剩余试样作为留样，-10 ℃ 以下密封避光保存。当分析结果不符合质控要求时，可根据实际情况使用留样再次净化、检测分析。

5.8.8 试样的净化及分离

样品净化可以选择硫酸处理-硅胶柱净化、多层硅胶柱净化、活性炭硅胶柱、氧化铝柱等净化手段，也可选择使用样品自动净化系统完成，干扰较多的样品也可以组合使用多种净化方法。

5.8.8.1 硫酸处理-硅胶柱净化

如样品溶液颜色较深，需使用硫酸净化处理。将分取的样品溶液用 50 ml~150 ml 正己烷洗入分液漏斗中，再加入 10 ml~20 ml 硫酸，轻微振荡，静置分层，弃去硫酸层。根据硫酸层颜色的深浅重复操作，直到硫酸层的颜色无色或变浅。向分液漏斗中加入适量氯化钠溶液洗涤有机相，静置分层后弃去水相，重复数次洗至中性，有机相经无水硫酸钠脱水干燥后，浓缩至 1 ml~2 ml。参照 EPA 1613、8280B 以及 HJ 650 等分析方法，选用氯化钠溶液调节溶液 pH。氯化钠溶液相对纯水，可提高溶液离子强度增强溶液的渗透性，促进有机物的扩散和分离。

在内径 8 mm~12 mm 填充柱底部垫一小团石英棉，干法装填 3 g 硅胶和约 10 mm 厚的无水硫酸钠。填充后硅胶柱用 50 ml 正己烷预淋洗并压实填料，保持液面与无水硫酸钠齐平，弃去预淋洗液。将硫酸处理后的提取液转移至硅胶柱上，用 150 ml 正己烷淋洗样品，调节淋洗速度约为 2.5 ml/min（大约 1 滴/s），收集淋洗液。将淋洗液浓缩至 1 ml~2 ml，待净化。

5.8.8.2 多层硅胶柱净化

多层硅胶柱净化能力强，能有效去除色素、大分子、脂肪等杂质。目标化合物的淋洗顺序和淋洗溶剂用量是样品净化的关键点。本实验室对淋洗空白和过程进行了验证研究^[35,36]。以不同片段流分编号为横坐标，目标物在检出中所占比例为纵坐标，建立淋洗洗脱曲线。每 10 ml 为 1 个片段流分，检测结果见图 5-2。结果表明，目标物在前 8 个片段流分中基本洗脱下来，二噁英类主要集中在第 3 和第 4 两个片段流分中，第 1、2 个片段流分未检出目标物。因此，100 ml 的正己烷能够完全洗脱下所有目标物。使用 100 ml 的正己烷对多层硅胶柱预淋洗可以有效降低试剂中的二噁英类空白干扰，再使用 100 ml 的正己烷淋洗样品可以完全洗脱二噁英类。

具体研究参数及步骤如下：

- a) 在内径 12 mm~15 mm 填充柱底部添加一些石英棉，依次称取 3 g 硅胶、5 g 质量分数为 33% 的氢氧化钠硅胶、2 g 硅胶、10 g 质量分数为 44% 硫酸硅胶、2 g 硅胶、3 g 质量分数为 10% 硝酸银硅胶和 5 g 无水硫酸钠。使用遮光材料对硝酸银硅胶进行遮挡，避免见光分解；44% 硫酸硅胶使用量可以根据样品杂质情况进行一定量的调整；
- b) 用 100 ml 正己烷淋洗填料，保持液面微高于无水硫酸钠层。该步骤主要是把填料中

- 可能存在的干扰物（多氯联苯、二噁英类等）去除，减少空白；
- 将试样提取液缓慢注入玻璃层析中，液面保持在柱子填充部分的上端；
 - 用 1 ml~2 ml 的正己烷清洗提取液的容器内壁，洗液缓慢转移至层析柱中，反复清洗 2 次~3 次；
 - 将 100 ml 正己烷装入分液漏斗，置于硅胶柱上方，以 2.5 ml/min（每秒 1 滴）的流速淋洗层析柱；
 - 收集淋洗液，浓缩至 1 ml~2 ml，待下一步净化。

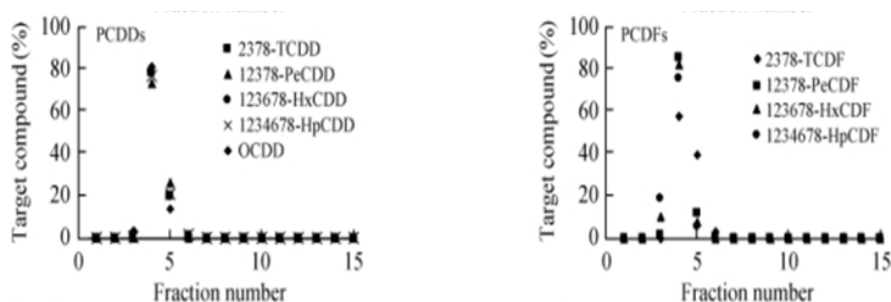


图 5-2 正己烷淋洗多层硅胶柱中二噁英类淋洗洗脱图

5.8.8.3 氧化铝柱净化分离

氧化铝柱净化分离是为了进一步去除样品中可能存在弱极性物质和有机卤代物等干扰成分，并利用其对不同极性物质的吸附能力不同实现目标化合物的分离。氧化铝使用前要活化处理，活化好的氧化铝要密封保存于干燥器中，尽快使用。氧化铝柱填充方式有湿法填充和干法填充两种，可适当选择。

在填充柱底部垫一小团石英棉，自下而上依次装填约 10 mm 厚的无水硫酸钠、10 g 氧化铝、约 10 mm 厚的无水硫酸钠，填充后氧化铝柱用 50 ml 正己烷预淋洗并压实填料，保持液面与无水硫酸钠齐平。将经过硫酸处理-硅胶柱净化或多层硅胶柱净化的样品浓缩液转移到氧化铝柱上。先用 100 ml 二氯甲烷-正己烷溶液 I 淋洗，弃去淋洗液。再用 150 ml 二氯甲烷-正己烷溶液 III 淋洗，调节淋洗速度约为 2.5 ml/min（大约 1 滴/s），收集淋洗液。将淋洗液浓缩至 1 ml 以下，待浓缩制备后分析。

5.8.8.4 活性炭硅胶柱净化分离

活性炭硅胶柱净化分离可以替代氧化铝柱净化分离。活性炭柱不存在失活现象，可长时间保存。活性炭硅胶柱淋洗方式可分为正向淋洗和反向淋洗。为确认活性炭硅胶柱反向淋洗方式目标化合物的淋洗顺序和溶剂用量，本实验室对活性炭硅胶柱反向淋洗方式淋洗过程进行了验证研究。研究方式与多层硅胶柱相似，以每 10 ml 甲苯淋洗液为 1 个淋洗片段，共淋洗了 8 个淋洗片段，检测每个片段中目标化合物。验证结果表明在第 1 个淋洗片段中，约 66% 的八氯代二噁英类洗脱下来，85% 以上的四氯代~七氯代二噁英类洗脱下来；前 2 个片段流分中，八氯代二噁英类洗脱下来约 78%，四氯代~七氯代二噁英类已经洗脱下来；前 4 个片段流分中八氯代二噁英类全部洗脱下来，第 5 个~8 个片段流分未检出目标物。考虑实际样品环境介质中样品的复杂性，活性炭反向淋洗甲苯用量选择 60 ml。

a) 活性炭硅胶柱正向淋洗

参照原 HJ 77.1-2008 方法，在清洗干净的玻璃管一端加入石英棉，依次装填 10 mm 厚的无水硫酸钠、1.0 g 活性炭硅胶、约 10 mm 厚的无水硫酸钠、石英棉，使活性炭硅胶处于中间的位置。填充后用 25 ml 正己烷淋洗并压实填料。将经过硫酸处理-硅胶柱净化或多层硅胶柱净化的样品浓缩液转移到活性炭硅胶净化柱上。依次使用 25 ml 正己烷、200 ml 二氯甲烷-正己烷溶液 II 淋洗活性炭硅胶柱，待淋洗液全部流出后，弃去淋洗液，再以 200 ml 甲苯淋洗活性炭硅胶柱，调节淋洗速度约为 2.5 ml/min，收集该组分淋洗液。将淋洗液浓缩至 1 ml 以下，待浓缩制备后分析。

b) 活性炭硅胶柱反向淋洗

在清洗干净的玻璃管一端加入石英棉，依次装填 10 mm 厚的无水硫酸钠、1.0 g 活性炭硅胶、约 10 mm 厚的无水硫酸钠、石英棉，使活性炭硅胶处于中间的位置。填充后用 25 ml 正己烷预淋洗并压实填料。将经过硫酸处理-硅胶柱净化或多层硅胶柱净化的样品浓缩液转移到活性炭硅胶净化柱上。依次使用 25 ml 正己烷、40 ml 二氯甲烷-正己烷溶液 II 淋洗活性炭硅胶柱，待淋洗液全部流出后，然后反转活性炭硅胶柱，使用 60 ml 甲苯溶液淋洗，收集淋洗液。淋洗速度控制在 2.5 ml/min，大约 1 滴/s。将淋洗液浓缩至 1 ml 以下，待浓缩制备后分析。

活性炭反向淋洗不仅节省溶剂，并且可节约时间，每个样品约节省 300 ml 有机溶剂。标准编制组推荐选用活性炭硅胶柱反向淋洗方式。

5.8.8.5 自动净化

手动净化二噁英样品步骤复杂，配制试剂和制备材料比较繁琐，分析人员的熟练水平不同，容易造成样品平行性较差。现在市售的二噁英自动净化处理装置比较多，多用在食品和生物等低浓度样品的分析，使用在环境样品的自动净化装置比较少。为了让自动净化处理装置更好符合环境样品的净化分离要求，本实验室和仪器制造商增大硅胶柱容量、选择合适淋洗溶剂、试验淋洗用量，优先净化方式组合。经过多次试验，最终选择了酸碱多层硅胶柱、硅酸镁柱、活性炭硅胶柱组合的方式，净化环境介质中的二噁英样品。样品的淋洗流程见图 5-3。

样品自动净化系统的自动净化分离原理与传统的柱色谱方法相同，该系统使用 4 根一次性商业化净化柱，依次为多层硅胶柱、硅酸镁（弗罗里硅土）柱和 2 根活性炭硅胶柱，其中多层硅胶柱内填物同手工柱相似。整个净化过程按照设定程序逐步进行。将各净化柱按顺序连接在样品自动净化系统上，按程序配好各洗脱溶液并连接好管路，选择洗脱程序。将浓缩后的提取液或经脱硫、硫酸净化后的提取液注入样品定量环中，按照图 5-3 洗脱流程顺序洗脱，对样品净化、分离，收集含有二噁英类分析对象的淋洗液组分。样品自动净化系统的具体流程如下：

- a) 样品自动净化方法中使用正己烷、二氯甲烷-正己烷 III、甲苯等溶剂，在样品自动净化前，首先开展溶剂的检查及配制。每 1 个样品消耗约 250 ml 正己烷、180 ml 二氯甲烷-正己烷 III、215 ml 甲苯，总消耗溶剂量约 645 ml；
- b) 如果样品溶液颜色比较深或较为浑浊，需先用硫酸净化，浓缩至 1 ml~2 ml，待下一步自动净化分离。此过程可以避免仪器管路堵塞；

c) 将样品提取液注入样品定量环。首先分别用 70 ml 正己烷、70 ml 二氯甲烷-正己烷 III、50 ml 甲苯预淋洗净化系统，包括多层硅胶柱、硅酸镁柱、活性炭硅胶柱；然后将定量环中样品自动泵至多层硅胶柱中，按照顺序依次用 40 ml 正己烷淋洗多层硅胶柱，140 ml 正己烷淋洗多层硅胶柱、硅酸镁柱和活性炭硅胶柱，50 ml 二氯甲烷-正己烷 III 反向淋洗硅酸镁柱，60 ml 二氯甲烷-正己烷 III 正向淋洗活性炭硅胶柱 1，60 ml 甲苯溶液反向淋洗活性炭硅胶柱 1，最后用 105 ml 甲苯溶液反向淋洗活性炭硅胶柱 2，收集该片段淋洗液。

实验室选用添加内标的方式对样品自动净化系统的稳定性和净化效果进行了验证。在样品自动净化前添加 15 种提取内标物质，通过 15 种内标物质的回收率验证自动净化系统的稳定性和净化效果。验证样品的回收率见表 5-8。

由表 5-8 可知，7 个样品自动净化系统处理的样品中 15 种内标的回收率范围 62.5%~110%，满足分析方法中关于内标回收率的要求；色谱峰中各目标物分离效果良好，能对二噁英类准确定性定量分析。样品自动净化系统淋洗和净化分离分析流程如图 5-3 所示。

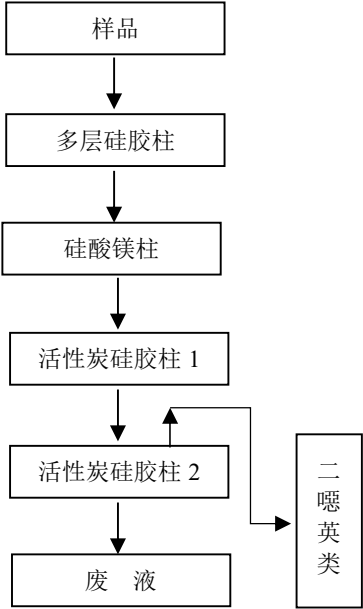


图 5-3 样品自动净化系淋洗和统净化分离程序

5.8.8.6 其他净化分离方法

可以使用其他方法或装置进行样品的净化处理。使用前须用标准样品或标准溶液进行分离和净化效果试验，并确认满足本方法质量控制与质量保证的要求。

5.8.8.7 上机样品制备

将浓缩后的淋洗液用浓缩装置进一步浓缩至近干。使用微量注射器或移液器分别加入进样内标和壬烷（或甲苯），将样品混匀后转移至样品瓶内插管中，待测。上机样品的体积一般为 10 μ l~50 μ l，进样内标添加量一般为 0.1 ng~1.0 ng。水质样品中二噁英类浓度比较低，为提高灵敏度，可降低上机样品的体积。样品二噁英类萃取、提取、净化、分离及仪器分析流程示意图如图 5-4 所示。

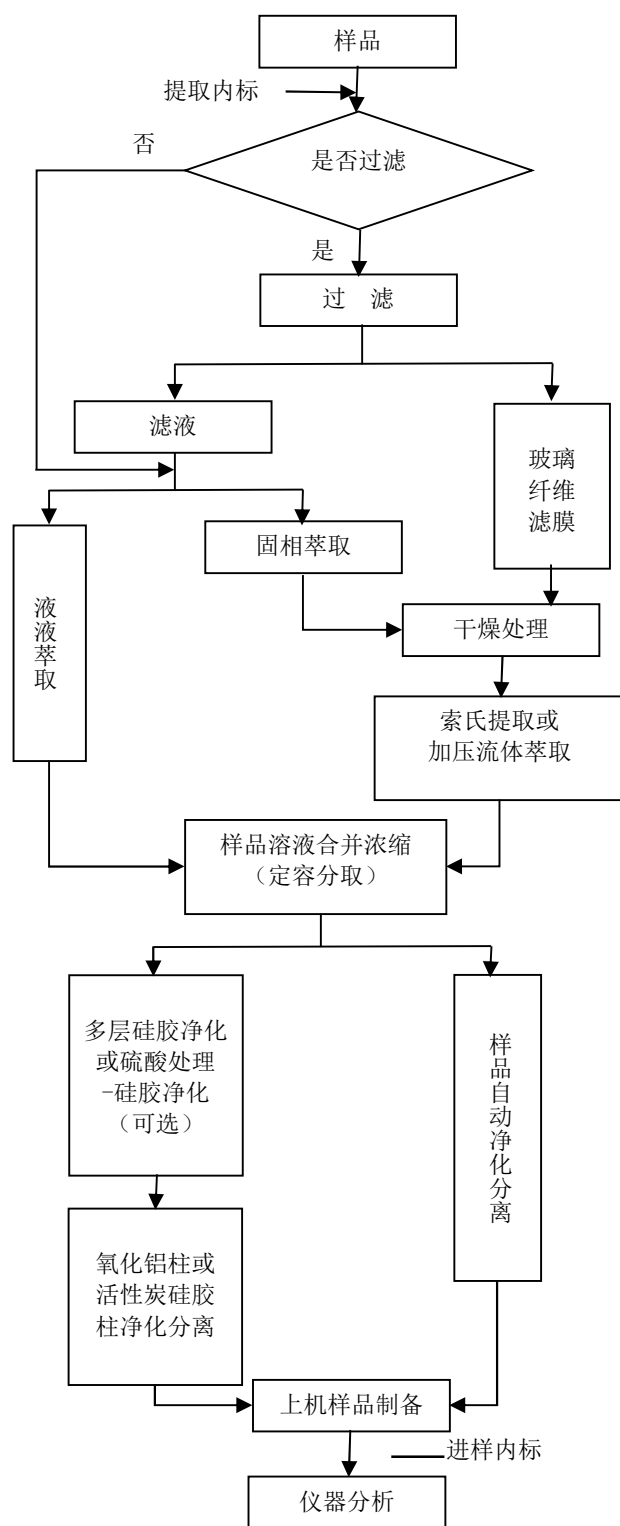


图 5-4 样品萃取、提取、净化、分离及仪器分析流程示意图

表 5-8 样品自动净化系统验证试验结果统计表

序号	化合物简称	内标回收率 (%)							回收率限定范围 ^a (%)
		DB-1	DB-2	DB-3	DB-4	DB-5	DB-6	DB-7	
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	85.4	84.4	79.3	90.5	87.8	91.4	90.6	25~164
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	86.7	81.3	78.6	87.2	83.7	95.1	92.7	24~185
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	83.6	77.4	77.5	86.7	81.4	95.7	94.9	21~178
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	82.0	85.9	77.6	88.6	84.5	84.5	84.3	32~141
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	78.1	81.6	74.8	84.3	80.6	80.9	80.9	28~130
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	82.1	82.5	78.6	90.0	84.6	88.6	89.1	28~136
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	73.6	74.4	72.0	79.8	75.2	79.6	79.3	29~147
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	72.6	72.7	71.0	78.6	70.7	81.9	81.4	28~143
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	74.6	78.5	74.5	81.0	76.7	85.7	83.2	26~138
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	105	103	99	110	107	110	110	24~169
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	95.6	89.0	89.6	95.5	91.9	108	107	25~181
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	88.8	87.9	83.4	94.8	91.3	92.7	91.9	32~141
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	83.0	86.0	78.6	89.3	86.1	87.6	87.6	28~130
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	77.1	77.8	75.4	80.8	77.0	85.0	85.8	23~140
15	¹³ C ₁₂ - O ₈ CDD	62.5	70.0	63.5	68.3	68.5	74.1	70.4	17~157
^a 原 HJ 77.1-2008 回收率范围									

5.9 分析步骤

5.9.1 仪器参考条件

选择适当仪器分析条件来分离 2,3,7,8-氯代二噁英类。

气相色谱参考条件为：进样方式分流进样；进样量为 1 μl ；进样口温度 280 $^{\circ}\text{C}$ ；载气：氦气；流量：1.2 ml/min。色谱柱为 SGE 的 BPX-DXN（固定相为 5%苯基-95%甲基聚硅氧烷固定液），60 m（柱长） $\times$ 0.25 mm（内径） $\times$ 0.25 μm （膜厚）。升温程序为：初始温度 130 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 1 min，以 15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升温至 210 $^{\circ}\text{C}$ ，再以 3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 310 $^{\circ}\text{C}$ ，以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至 320 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 5 min。

质谱参考条件为：离子源为电子轰击离子源（EI）；离子源温度 280 $^{\circ}\text{C}$ ；传输线温度 280 $^{\circ}\text{C}$ ；电子能量 35 eV；数据采集方式为选择离子监测模式（SIM）；质量校准物质气化温度为 130 $^{\circ}\text{C}$ 。

使用 SIM 选择目标化合物的 2 个监测峰离子进行监测，并使用标准溶液或标准参考物质确认保留时间窗口。二噁英类及质量校准物质监测质量数设定如表 5-9。导入全氟煤油或全氟三丁胺得到稳定的响应后优化质谱仪器参数，使得表 5-9 中各质量范围内峰离子的动态分辨率大于 1.0×10^4 ，当使用的内标包含 $^{13}\text{C}_{12}\text{-O}_8\text{CDF}$ 时，动态分辨率应大于 1.2×10^4 。

表 5-9 二噁英类及质量校准物质监测质量数

序号	化合物简称	M^+	$(M+2)^+$	$(M+4)^+$
1	T ₄ CDDs	319.8965	321.8936	/
2	P ₅ CDDs	/	355.8546	357.8517 ^a
3	H ₆ CDDs	/	389.8157	391.8127 ^a
4	H ₇ CDDs	/	423.7767	425.7737
5	O ₈ CDD	/	457.7377	459.7348
6	T ₄ CDFs	303.9016	305.8987	/
7	P ₅ CDFs	/	339.8597	341.8568
8	H ₆ CDFs	/	373.8207	375.8178
9	H ₇ CDFs	/	407.7818	409.7788
10	O ₈ CDF	/	441.7428	443.7398
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -T ₄ CDDs	331.9368	333.9339	/
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -P ₅ CDDs	/	367.8949	369.8919
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -H ₆ CDDs	/	401.8559	403.8530
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -H ₇ CDDs	/	435.8169	437.8140
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	/	469.7780	471.7750
16	$^{13}\text{C}_{12}$ -T ₄ CDFs	315.9419	317.9389	/
17	$^{13}\text{C}_{12}$ -P ₅ CDFs		351.9000	353.8970
18	$^{13}\text{C}_{12}$ -H ₆ CDFs	383.8639	385.8610	/
19	$^{13}\text{C}_{12}$ -H ₇ CDFs	417.8253	419.8220	/
20	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDF	451.7860	453.7830	/
21	PFK	292.9825（四氯代二噁英类定量用）		
		354.9792（五氯代二噁英类定量用）		
		392.9760（六氯代二噁英类定量用）		

续表

序号	化合物简称	M^{+}	$(M+2)^{+}$	$(M+4)^{+}$
		430.9729（七氯代二噁英类定量用）		
		442.9728（八氯代二噁英类定量用）		
22	PFTBA	313.9839（四氯代二噁英类定量用）		
		351.9807（五氯代二噁英类定量用）		
		375.9807（六氯代二噁英类定量用）		
		413.9775（七氯代二噁英类定量用）		
		425.9775（八氯代二噁英类定量用）		
注：/表示无此项内容。				
a 可能存在 PCBs 干扰。				

二噁英类分析常用毛细管色谱柱多为 DB-5MS (60 m×0.25 mm×0.25 μm)、BPX-DXN (60 m×0.25 mm×0.25 μm)、RH-12MS (60 m×0.25 mm) 等色谱柱, 各种色谱柱对不同的二噁英同类物的分离能力不尽相同, 具体见表 5-10。同一根色谱柱很难将 210 种二噁英类完全分离, 使用 2 种不同极性的色谱柱分别检测分析, 可以实现对二噁英同类物有效分离。但这种方法操作起来耗时耗力。选择一种能将重点关注目标化合物 (17 种 2,3,7,8-位氯代二噁英类) 较好分离的色谱柱相当重要。本实验室选用 BPX-DXN (60 m×0.25 mm×0.25 μm) 柱, 它既有较好的分离效率, 又可以缩短分析时间, 2,3,7,8-位氯代二噁英类在 45 min 左右基本上能得到较好的分离。

表 5-10 市售常见色谱柱的规格和使用条件

色谱柱	柱长 (m)	内径 (mm)	膜厚 (μm)	色谱升温程序	适合分离化合物
BPX-DXN (SGE)	60	0.25	0.25	130 °C (1 min) → (15 °C/min) → 210 °C → (3 °C/min) → 310 °C → (5 °C/min) → 320 °C (5 min)	T ₄ CDDs, P ₅ CDDs, H ₆ CDDs, H ₇ CDDs, O ₈ CDD, T ₄ CDFs, P ₅ CDFs, H ₆ CDFs, H ₇ CDFs, O ₈ CDF, TeCBs, PeCBs, HxCBs, HpCBs
CPS-1 (Quadrex)	50	0.25	0.25	120 °C (1 min) → (30 °C/min) → 180 °C → (2 °C/min) → 230 °C	T ₄ CDDs, P ₅ CDDs, H ₆ CDDs, T ₄ CDFs, P ₅ CDFs, H ₆ CDFs
CP-Sil88 (Chrompack)	50	0.22	0.20	150 °C (0 min) → (30 °C/min) → 180 °C → (2 °C/min) → 230 °C	T ₄ CDDs, P ₅ CDDs, H ₆ CDDs, T ₄ CDFs, P ₅ CDFs, H ₆ CDFs
DB-17 (J&W)	30	0.32	0.25	120 °C (1 min) → (20 °C/min) → 160 °C → (3 °C/min) → 280 °C	T ₄ CDDs, P ₅ CDDs, H ₆ CDDs, T ₄ CDFs, P ₅ CDFs, H ₆ CDFs
DB-210 (J&W)	30	0.32	0.25	120 °C (0 min) → (20 °C/min) → 160 °C → (2 °C/min) → 240 °C	T ₄ CDDs, P ₅ CDDs, H ₆ CDDs, T ₄ CDFs, P ₅ CDFs, H ₆ CDFs
DB-225 (J&W)	30	0.32	0.25	120 °C (0 min) → (20 °C/min) → 160 °C → (2 °C/min) → 240 °C	T ₄ CDDs, P ₅ CDDs, H ₆ CDDs, T ₄ CDFs, P ₅ CDFs, H ₆ CDFs
DB-5MS (J&W)	30	0.32	0.25	120 °C (1 min) → (50 °C/min) → 180 °C → (3 °C/min) → 280 °C	T ₄ CDDs, P ₅ CDDs, H ₆ CDDs, T ₄ CDFs, P ₅ CDFs, H ₆ CDFs
OV-17 (Quadrex)	50	0.32	0.25	120 °C (1 min) → (20 °C/min) → 160 °C → (3 °C/min) → 280 °C	T ₄ CDDs, P ₅ CDDs, H ₆ CDDs, T ₄ CDFs, P ₅ CDFs, H ₆ CDFs
RH-12MS (Inventx)	60	0.25	/	130 °C (1 min) → (15 °C/min) → 210 °C → (3 °C/min) → 310 °C → (5 °C/min) → 320 °C	T ₄ CDDs, P ₅ CDDs, H ₆ CDDs, H ₇ CDDs, O ₈ CDD, T ₄ CDFs, P ₅ CDFs, H ₆ CDFs, H ₇ CDFs, O ₈ CDF, TeCBs, PeCBs, HxCBs, HpCBs
SP-2331 (Supelco)	60	0.25	0.20	120 °C (1 min) → (50 °C/min) → 200 °C → (2 °C/min) → 260 °C	T ₄ CDDs, P ₅ CDDs, H ₆ CDDs, T ₄ CDFs, P ₅ CDFs, H ₆ CDFs

如果仅用 BPX-DXN 色谱柱很难把 2,3,4,7,8-P₅CDF 和 1,2,3,7,8,9-H₆CDF 与其他同类物完全分离。同时，也考虑到二噁英类多氯联苯的有效分离，我们使用 RH-12MS 色谱柱（固定相为 5%苯基-95%甲基聚硅氧烷固定液）作为辅助色谱柱，分别对样品分析检测，两种色谱柱分离效果互补，可以实现 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类有效分离。不同色谱柱对 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类分离情况见表 5-11。在相同的气相色谱-质谱参数条件下，色谱柱 BPX-DXN 和 RH-12MS 对二噁英类分离效果对比如图 5-5 所示。

表 5-11 不同色谱柱分离 2, 3, 7, 8-氯代二噁英类汇总表

序号	化合物简称	RH-12MS	BPX-DXN	DB-5MS	SP-2331	DB-225	CP-Sil 88
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	○	○	×	×	×	×
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	○	○	×	×	×	×
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	○	×	×	○	○	○
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	○	○	×	×	○	×
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	×	○	○	○	×	○
6	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	○	×	○	○	○	○
7	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	×	×	○	○	×	○
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	○	○	○	×	×	×
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	○	○	○	×	×	×
10	O ₈ CDF	○	○	×	×	×	×
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	×	○	×	○	×	×
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	×	○	○	○	×	○
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	×	○	○	○	○	○
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	○	○	○	○	○	○
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	○	○	○	○	○	○
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	○	○	○	×	×	×
17	O ₈ CDD	○	○	×	×	×	×
注 1: ○可单独定量; 注 2: ×不可单独定量。							

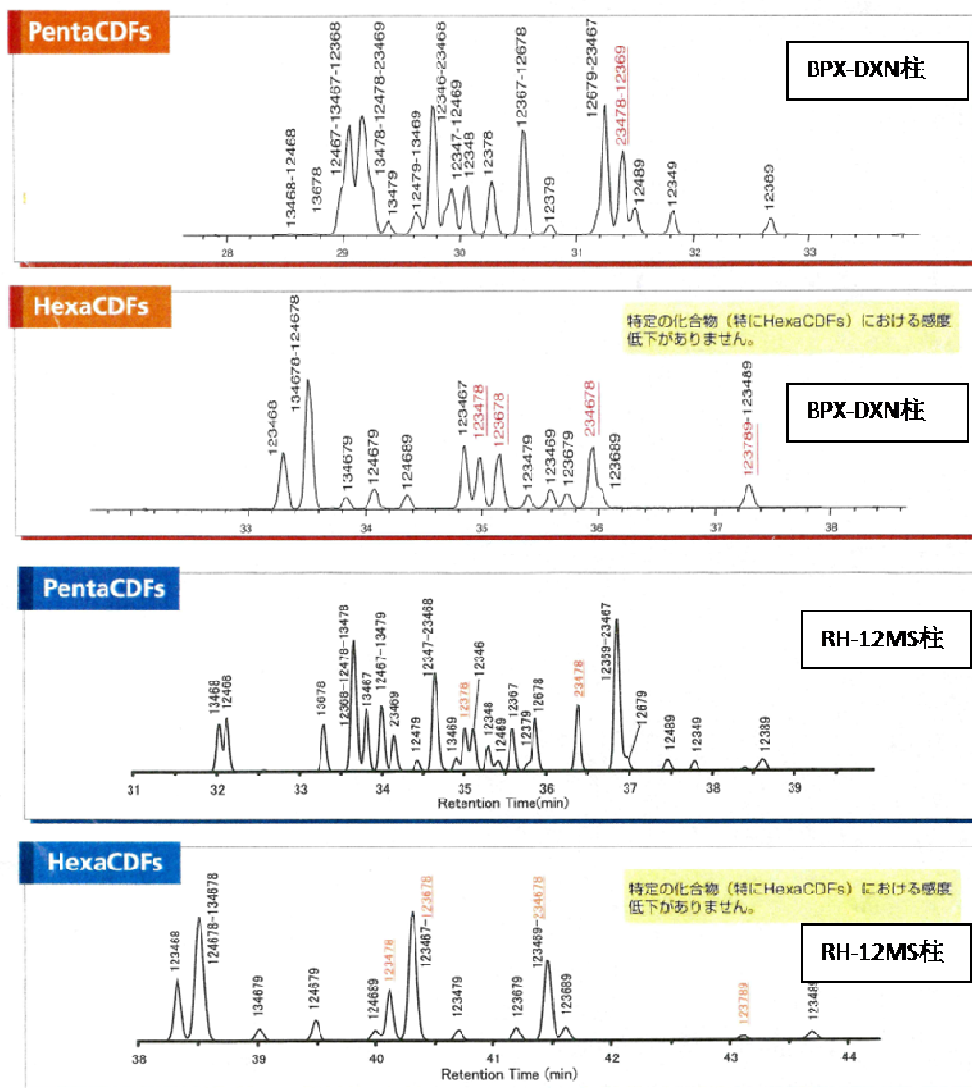


图 5-5 双柱分离效果对比色谱图

在样品分析过程中，考虑到二噁英类异构体众多以及 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类在单根色谱柱上的实际分离状况，为了使得数据更加准确，标准编制组采用 BPX-DXN 和 RH-12MS 两种型号的色谱柱，对单根色谱柱上有异构体干扰的目标化合物进行了校核。有干扰的 2 个目标化合物 2,3,4,7,8-P₅CDF 和 1,2,3,7,8,9-H₆CDF，在双柱核对后，2,3,4,7,8-P₅CDF 和 1,2,3,7,8,9-H₆CDF 在不同色谱上出峰情况见图 5-6，实际结果浓度见表 5-12。

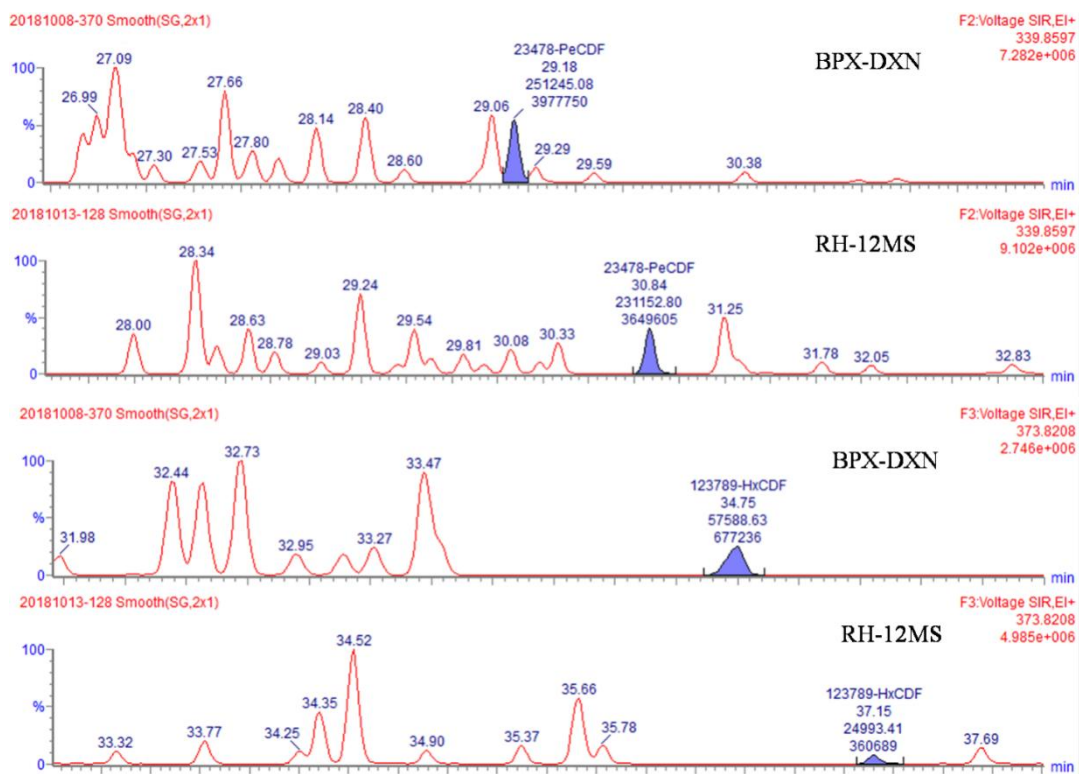


图 5-6 2,3,4,7,8-P₅CDF 和 1,2,3,7,8,9-H₆CDF 在不同色谱柱上出峰情况

表 5-12 不同色谱柱分离后的检测分析结果

目标化合物	BPX-DXN 测定结果 (ng/kg) (n=6)	RH-12MS 测定结果 (ng/kg) (n=6)
2,3,4,7,8- P ₅ CDF	59.6±7.88	46.8±3.98
1,2,3,7,8,9- H ₆ CDF	20.0±2.09	7.02±1.13

结果显示, RH-12MS 柱对 2,3,4,7,8-P₅CDF 和 1,2,3,7,8,9-H₆CDF 分离度较好。为保证 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类具有良好的分离度及测定结果的准确性, 在有干扰时可选择不同性能的毛细管柱校核。

5.9.2 校准

5.9.2.1 仪器性能检查

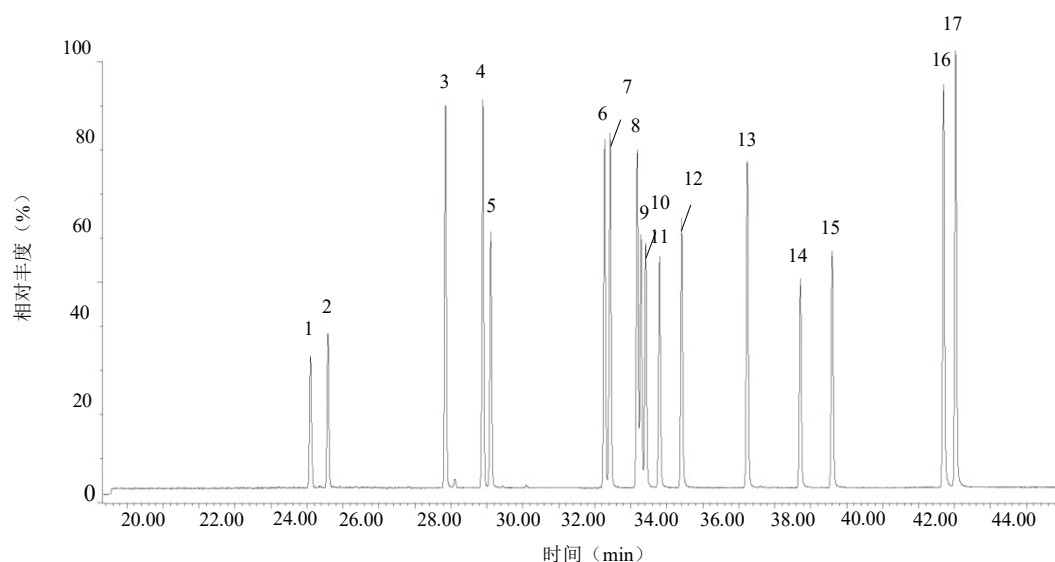
仪器使用前, 应调谐高分辨质谱仪系统, 导入质量校准物质 (PFK 或 PFTBA) 得到稳定的响应后, 手动或自动优化质谱仪参数, 使质量校准物质的监测离子质量数动态分辨率大于 1.0×10^4 , 且峰形呈正态分布。当使用的内标包含 $^{13}\text{C}_{12}\text{-O}_8\text{CDF}$ 时, 动态分辨率应大于 1.2×10^4 。

5.9.2.2 标准曲线的测定

商业在售的二噁英类校准溶液质量浓度系列一般包含多个浓度梯度, 能够满足低、中、高浓度水平的样品检测需求, 二噁英类校准溶液系列示例见表 5-13。制作标准曲线时, 按照

仪器参考条件，由低浓度到高浓度依次进样，记录各目标化合物的保留时间和定量离子质谱峰的峰面积。原标准 HJ 77.1-2008 制作相对响应因子要求时规定“标准溶液质量浓度序列应有 5 种以上质量浓度，对每个质量浓度应重复 3 次进样测定”和“平均响应因子相对标准偏差应在±20%以内”。编制组参考 USEPA1613、ISO 18073 二噁英类分析方法中相对响应因子制作方法，对标准溶液的测定次数未做规定。编制组对校准溶液的每个质量浓度重复 3 次进样测定和 1 次进样测定的相对标准偏差进行考察，结果发现，两种方式制作的平均相对响应因子相对标准偏差均不大于 5%，具体结果见表 5-14 和表 5-15。经编制组验证，对校准溶液的每个质量浓度进样 1 次制作平均相对响应因子满足日常工作开展，因此将原标准中“对每个质量浓度应重复 3 次进样测定”这一规定进行修订。

校准溶液中，最低质量浓度的目标化合物色谱峰信噪比应大于 10。2,3,7,8-氯代二噁英类标准物质总离子色谱图见图 5-7。其中二噁英类与其同位素标记化合物的色谱峰为共流出峰。



- 1——2,3,7,8-T₄CDF/¹³C₁₂-2,3,7,8-T₄CDF/¹³C₁₂-1,2,3,4-T₄CDD； 2——2,3,7,8-T₄CDD/¹³C₁₂-2,3,7,8-T₄CDD；
 3——1,2,3,7,8-P₅CDF/¹³C₁₂-1,2,3,7,8-P₅CDF； 4——2,3,4,7,8-P₅CDF/¹³C₁₂-2,3,4,7,8-P₅CDF；
 5——1,2,3,7,8-P₅CDD/¹³C₁₂-1,2,3,7,8-P₅CDD； 6——1,2,3,4,7,8-H₆CDF/¹³C₁₂-1,2,3,4,7,8-H₆CDF；
 7——1,2,3,6,7,8-H₆CDF/¹³C₁₂-1,2,3,6,7,8-H₆CDF； 8——2,3,4,6,7,8-H₆CDF/¹³C₁₂-2,3,4,6,7,8-H₆CDF；
 9——1,2,3,4,7,8-H₆CDD/¹³C₁₂-1,2,3,4,7,8-H₆CDD； 10——1,2,3,6,7,8-H₆CDD/¹³C₁₂-1,2,3,6,7,8-H₆CDD；
 11——1,2,3,7,8,9-H₆CDD/¹³C₁₂-1,2,3,7,8,9-H₆CDD； 12——1,2,3,7,8,9-H₆CDF/¹³C₁₂-1,2,3,7,8,9-H₆CDF；
 13——1,2,3,4,6,7,8-H₇CDF/¹³C₁₂-1,2,3,4,6,7,8-H₇CDF； 14——1,2,3,4,6,7,8-H₇CDD/¹³C₁₂-1,2,3,4,6,7,8-H₇CDD；
 15——1,2,3,4,7,8,9-H₇CDF/¹³C₁₂-1,2,3,4,7,8,9-H₇CDF； 16——O₈CDD/¹³C₁₂-O₈CDD； 17——O₈CDF。

图5-7 2,3,7,8-氯代二噁英类标准物质总离子色谱图（色谱柱：固定相为5%苯基-95%甲基聚硅氧烷，60 m（柱长）×0.25 mm（内径）×0.25 μm（膜厚））

表 5-13 校准溶液质量浓度梯度示例（商用编号）

序号	化合物简称	浓度（ng/ml）						
		CSL	CS0.5	CS1	CS2	CS3	CS4	CS5
目标化合物								
1	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.100	0.250	0.500	2.00	10.0	40.0	200
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.500	1.25	2.50	10.0	50.0	200	1.00×10 ³
3	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.500	1.25	2.50	10.0	50.0	200	1.00×10 ³
4	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.500	1.25	2.50	10.0	50.0	200	1.00×10 ³
5	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.500	1.25	2.50	10.0	50.0	200	1.00×10 ³
6	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.500	1.25	2.50	10.0	50.0	200	1.00×10 ³
7	O ₈ CDD	1.00	2.50	5.00	20.0	100	400	2.00×10 ³
8	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.100	0.250	0.500	2.00	10.0	40.0	200
9	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.500	1.25	2.50	10.0	50.0	200	1.00×10 ³
10	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.500	1.25	2.50	10.0	50.0	200	1.00×10 ³
11	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.500	1.25	2.50	10.0	50.0	200	1.00×10 ³
12	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.500	1.25	2.50	10.0	50.0	200	1.00×10 ³
13	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.500	1.25	2.50	10.0	50.0	200	1.00×10 ³
14	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.500	1.25	2.50	10.0	50.0	200	1.00×10 ³
15	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.500	1.25	2.50	10.0	50.0	200	1.00×10 ³
16	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.500	1.25	2.50	10.0	50.0	200	1.00×10 ³
17	O ₈ CDF	1.00	2.50	5.00	20.0	100	400	2.00×10 ³
提取内标								
18	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	100	100	100	100	100	100	100
19	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	100	100	100	100	100	100	100
20	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	100	100	100	100	100	100	100
21	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	100	100	100	100	100	100	100
22	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	100	100	100	100	100	100	100
23	¹³ C ₁₂ -O ₈ CDD	200	200	200	200	200	200	200
24	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	100	100	100	100	100	100	100
25	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	100	100	100	100	100	100	100
26	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	100	100	100	100	100	100	100
27	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	100	100	100	100	100	100	100
28	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	100	100	100	100	100	100	100
29	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	100	100	100	100	100	100	100
30	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	100	100	100	100	100	100	100
31	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	100	100	100	100	100	100	100
32	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	100	100	100	100	100	100	100
进样内标								
33	¹³ C-1,2,3,4-T ₄ CDD	100	100	100	100	100	100	100
34	¹³ C-1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	100	100	100	100	100	100	100
净化内标（可选）								
35	³⁷ Cl ₄ -2,3,7,8-T ₄ CDD	0.100	0.250	0.500	2.00	10.0	40.0	200

表 5-14 重复 3 次进样的相对响应因子的变化情况

序号	化合物简称	相对响应因子															RSD (%)
		CS1-1	CS1-2	CS1-3	CS2-1	CS2-2	CS2-3	CS2-1	CS3-2	CS3-3	CS4-1	CS4-2	CS4-3	CS5-1	CS5-2	CS5-3	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.943	0.971	0.962	0.929	0.932	0.943	0.936	0.939	0.938	0.936	0.939	0.943	0.931	0.931	0.924	1.3
2	1,2,3,7,8-P ₃ CDF	0.931	0.924	0.914	0.898	0.907	0.904	0.930	0.909	0.923	0.894	0.904	0.894	0.874	0.868	0.881	2.2
3	2,3,4,7,8-P ₃ CDF	1.027	1.025	1.012	0.996	1.021	0.997	0.997	1.010	1.002	1.021	0.987	0.990	0.966	0.944	0.958	2.5
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.121	1.128	1.116	1.126	1.137	1.122	1.126	1.111	1.130	1.116	1.126	1.108	1.098	1.097	1.097	1.1
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.084	1.091	1.091	1.120	1.095	1.104	1.124	1.096	1.100	1.087	1.086	1.096	1.094	1.076	1.078	1.2
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.131	1.140	1.145	1.155	1.138	1.140	1.160	1.142	1.150	1.138	1.124	1.143	1.125	1.120	1.120	1.1
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.050	1.056	1.047	1.070	1.062	1.063	1.067	1.084	1.070	1.057	1.059	1.074	1.057	1.051	1.057	0.9
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.259	1.236	1.227	1.216	1.244	1.253	1.248	1.253	1.220	1.240	1.232	1.249	1.198	1.204	1.215	1.5
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.214	1.204	1.238	1.234	1.242	1.217	1.232	1.237	1.226	1.217	1.211	1.217	1.206	1.175	1.191	1.5
10	O ₈ CDF	1.038	1.057	1.034	1.071	1.079	1.110	1.119	1.119	1.136	1.122	1.138	1.126	1.066	1.075	1.079	3.2
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	1.047	0.997	1.080	1.024	1.033	1.047	1.019	1.055	1.015	1.028	1.035	1.040	1.017	1.037	1.031	1.9
12	1,2,3,7,8-P ₃ CDD	0.946	0.941	0.928	0.954	0.949	0.944	0.931	0.966	0.955	0.951	0.936	0.934	0.922	0.939	0.925	1.3
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.972	0.957	0.969	0.978	0.956	0.989	0.969	0.965	0.970	0.993	0.952	0.977	0.976	0.973	1.006	1.5
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.955	0.962	0.982	0.977	0.973	0.974	0.992	0.982	0.986	0.980	0.964	0.964	0.984	0.993	0.982	1.2
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.969	0.947	0.974	0.968	0.972	0.978	0.981	0.975	0.970	0.985	0.964	0.992	0.999	1.003	1.002	1.6
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.007	0.999	0.968	0.996	1.007	1.016	1.017	1.011	1.014	0.994	1.012	0.998	0.991	0.993	0.995	1.3
17	O ₈ CDD	0.951	0.940	0.948	0.955	0.954	0.970	0.968	0.958	0.972	0.936	0.957	0.959	0.959	0.968	0.967	1.1
18	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	1.445	1.444	1.438	1.470	1.454	1.458	1.475	1.470	1.446	1.448	1.433	1.465	1.460	1.479	1.499	1.2
19	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₃ CDF	1.123	1.133	1.096	1.157	1.138	1.131	1.117	1.145	1.099	1.108	1.072	1.112	1.205	1.216	1.239	4.1

续表

序号	化合物简称	相对响应因子															RSD (%)
		CS1-1	CS1-2	CS1-3	CS2-1	CS2-2	CS2-3	CS2-1	CS3-2	CS3-3	CS4-1	CS4-2	CS4-3	CS5-1	CS5-2	CS5-3	
20	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.057	1.102	1.052	1.114	1.088	1.085	1.063	1.121	1.021	1.042	1.028	1.082	1.147	1.163	1.199	4.7
21	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.069	1.098	1.081	1.086	1.097	1.103	1.101	1.087	1.129	1.086	1.085	1.088	1.064	1.076	1.080	1.4
22	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.125	1.143	1.135	1.130	1.140	1.139	1.131	1.122	1.180	1.134	1.137	1.128	1.073	1.089	1.095	2.2
23	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.066	1.073	1.061	1.052	1.067	1.067	1.075	1.072	1.105	1.061	1.072	1.063	1.034	1.050	1.050	1.5
24	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.989	1.003	0.986	0.994	1.003	1.017	1.010	1.017	1.025	1.005	1.011	1.005	0.966	0.996	0.986	1.5
25	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.960	0.985	0.970	1.034	1.002	1.007	0.967	0.977	0.992	0.953	0.972	0.970	0.922	0.928	0.931	3.2
26	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.824	0.852	0.822	0.867	0.848	0.881	0.871	0.894	0.869	0.876	0.891	0.902	0.802	0.818	0.831	3.6
27	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	1.107	1.102	1.061	1.104	1.068	1.084	1.102	1.085	1.076	1.067	1.059	1.089	1.147	1.153	1.160	3.0
28	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.816	0.818	0.780	0.823	0.797	0.809	0.801	0.810	0.762	0.780	0.771	0.803	0.859	0.863	0.894	4.5
29	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.937	0.949	0.935	0.942	0.948	0.943	0.940	0.935	0.953	0.912	0.945	0.916	0.903	0.917	0.908	1.8
30	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.947	0.957	0.934	0.948	0.931	0.953	0.940	0.947	0.958	0.922	0.938	0.938	0.917	0.929	0.929	1.3
31	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.862	0.886	0.865	0.903	0.883	0.895	0.887	0.888	0.879	0.890	0.895	0.899	0.826	0.848	0.857	2.5
32	¹³ C ₁₂ -O ₈ CDD	0.853	0.894	0.859	0.914	0.888	0.921	0.911	0.924	0.879	0.903	0.918	0.927	0.800	0.819	0.831	4.7

表 5-15 质量浓度 1 次进样的相对响应因子的变化情况

序号	化合物简称	相对响应因子					RSD (%)
		CS1	CS2	CS3	CS4	CS5	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.943	0.971	0.962	0.929	0.932	1.3
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.931	0.924	0.914	0.898	0.907	2.2
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.027	1.025	1.012	0.996	1.021	2.5
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.121	1.128	1.116	1.126	1.137	1.1
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.084	1.091	1.091	1.120	1.095	1.2
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.131	1.140	1.145	1.155	1.138	1.1
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.050	1.056	1.047	1.070	1.062	0.9
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.259	1.236	1.227	1.216	1.244	1.5
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.214	1.204	1.238	1.234	1.242	1.5
10	O ₈ CDF	1.038	1.057	1.034	1.071	1.079	3.2
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	1.047	0.997	1.080	1.024	1.033	1.9
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.946	0.941	0.928	0.954	0.949	1.3
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.972	0.957	0.969	0.978	0.956	1.5
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.955	0.962	0.982	0.977	0.973	1.2
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.969	0.947	0.974	0.968	0.972	1.6
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.007	0.999	0.968	0.996	1.007	1.3
17	O ₈ CDD	0.951	0.940	0.948	0.955	0.954	1.1
18	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	1.445	1.444	1.438	1.470	1.454	1.2
19	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.123	1.133	1.096	1.157	1.138	4.1
20	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.057	1.102	1.052	1.114	1.088	4.7
21	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.069	1.098	1.081	1.086	1.097	1.4
22	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.125	1.143	1.135	1.130	1.140	2.2
23	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.066	1.073	1.061	1.052	1.067	1.5
24	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.989	1.003	0.986	0.994	1.003	1.5
25	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.960	0.985	0.970	1.034	1.002	3.2
26	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.824	0.852	0.822	0.867	0.848	3.6
27	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	1.107	1.102	1.061	1.104	1.068	3.0
28	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.816	0.818	0.780	0.823	0.797	4.5
29	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.937	0.949	0.935	0.942	0.948	1.8
30	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.947	0.957	0.934	0.948	0.931	1.3
31	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.862	0.886	0.865	0.903	0.883	2.5
32	¹³ C ₁₂ - O ₈ CDD	0.853	0.894	0.859	0.914	0.888	4.7

校准溶液中化合物的 2 个监测离子丰度比的变化范围应在理论离子丰度比（见表 5-16）±15%以内。

表5-16 二噁英类监测离子理论离子丰度比

序号	化合物简称	M	M+2	M+4	M+6	M+8	M+10	M+12	M+14
1	T ₄ CDDs	77.43	100.00	48.74	10.72	0.94	0.01	/	/
2	P ₅ CDDs	62.06	100.00	64.69	21.08	3.50	0.25	/	/
3	H ₆ CDDs	51.79	100.00	80.66	34.85	8.54	1.14	0.07	/
4	H ₇ CDDs	44.43	100.00	96.64	52.03	16.89	3.32	0.37	0.02
5	O ₈ CDD	34.54	88.80	100.00	64.48	26.07	6.78	1.11	0.11
6	T ₄ CDFs	77.55	100.00	48.61	10.64	0.92	/	/	/
7	P ₅ CDFs	62.14	100.00	64.57	20.98	3.46	0.24	/	/
8	H ₆ CDFs	51.84	100.00	80.54	34.72	8.48	1.12	0.07	/
9	H ₇ CDFs	44.47	100.00	96.52	51.88	16.80	3.29	0.37	0.02
10	O ₈ CDF	34.61	88.89	100.00	64.39	25.98	6.74	1.10	0.11
注 1: M 表示质量数最低的同位素; 注 2: 以最大离子丰度作为 100%; 注 3: /表示无此项内容。									

5.9.2.3 标准曲线的建立

以目标化合物浓度为横坐标,目标化合物与提取内标监测离子峰面积的比值和提取内标浓度的乘积为纵坐标,建立标准曲线。二噁英类提取内标和进样内标使用示例见表 5-17。

5.9.3 试样测定

将待测样品按照与标准曲线建立相同条件测定。

5.9.4 空白试验

用正己烷洗净水代替试样,按与试样的制备、浓度定容相同步骤制备空白试样,按照与试样测定相同条件测定空白试样。

表 5-17 二噁英类内标物质使用示例

序号	化合物简称	提取内标	进样内标
1	2,3,7,8-T ₄ CDD	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-T ₄ CDD
2	T ₄ CDDs		
3	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-T ₄ CDD
4	P ₅ CDDs		
5	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD
6	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD ¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD
8	H ₆ CDDs	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD
9	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD
10	H ₇ CDDs		
11	O ₈ CDD	¹³ C ₁₂ -OCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD
12	2,3,7,8-T ₄ CDF	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-T ₄ CDD
13	T ₄ CDFs		
14	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-T ₄ CDD
15	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-T ₄ CDD

续表

序号	化合物简称	提取内标	进样内标
16	P ₅ CDFs	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-T ₄ CDD
17	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD
18	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD
19	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD
20	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD
21	H ₆ CDFs	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD
22	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD
23	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD
24	H ₇ CDFs	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD
25	O ₈ CDF	¹³ C ₁₂ -OCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD
注：计算 1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD 结果时，其内标峰面积由 ¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD 和 ¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD 监测离子峰面积之和的平均值代替。			

5.10 结果计算与表示

5.10.1 定性分析

在色谱图上，信噪比大于 3 的色谱峰视为有效峰。以样品中目标物的保留时间、定量离子和辅助离子丰度比与标准样品比较来定性。

5.10.1.1 二噁英类

二噁英类的 2 个监测离子在指定保留时间窗口内同时存在，且其丰度比的变化范围应在理论离子丰度比（详见表 5-16）±15% 以内。同时满足上述条件的色谱峰定性为二噁英类。

5.10.1.2 2,3,7,8-氯代二噁英类

除满足 5.10.1.1 节要求外，色谱峰的保留时间应与校准溶液相差 ±3 s 以内，同时内标物质与二噁英类校准溶液的相对保留时间相差 ±0.5% 以内。同时满足上述条件的色谱峰定性为 2,3,7,8-氯代二噁英类。

5.10.2 定量分析

根据监测离子的峰面积，采用同位素稀释法定量。

5.10.3 结果计算

5.10.3.1 平均相对响应因子

校准溶液中目标化合物相对于提取内标的相对响应因子，按照公式（2）计算。

$$\text{RRF}_{\text{es},i} = \frac{m_{\text{es},i}}{m_{\text{s},i}} \times \frac{A_{\text{s},i}}{A_{\text{es},i}} \quad (2)$$

式中：RRF_{es,i}——第 *i* 个浓度校准溶液中目标化合物相对于提取内标的相对响应因子；

*m*_{es,i}——第 *i* 个浓度校准溶液中提取内标物质的绝对量，pg；

*m*_{s,i}——第 *i* 个浓度校准溶液中目标化合物的绝对量，pg；

$A_{s,i}$ ——第 i 个浓度校准溶液中目标化合物的监测离子峰面积之和；

$A_{es,i}$ ——第 i 个浓度校准溶液中提取内标物质的监测离子峰面积之和。

提取内标相对于进样内标的相对响应因子，按照公式（3）计算。

$$\text{RRF}_{rs,i} = \frac{m_{rs,i}}{m_{es,i}} \times \frac{A_{es,i}}{A_{rs,i}} \quad (3)$$

式中： $\text{RRF}_{rs,i}$ ——第 i 个浓度校准溶液中提取内标相对于进样内标的相对响应因子；

$m_{rs,i}$ ——第 i 个浓度校准溶液中进样内标的绝对量，pg；

$m_{es,i}$ ——第 i 个浓度校准溶液中提取内标的绝对量，pg；

$A_{es,i}$ ——第 i 个浓度校准溶液中提取内标的监测离子峰面积之和；

$A_{rs,i}$ ——第 i 个浓度校准溶液中进样内标的监测离子峰面积之和。

目标化合物相对提取内标的平均相对响应因子，按照公式（4）计算。

$$\overline{\text{RRF}}_{es} = \frac{\sum_{i=1}^n \text{RRF}_{es,i}}{n} \quad (4)$$

式中： $\overline{\text{RRF}}_{es}$ ——目标化合物相对提取内标的平均相对响应因子；

$\text{RRF}_{es,i}$ ——第 i 个浓度校准溶液中目标化合物相对提取内标的相对响应因子；

n ——校准溶液系列的数量。

$\text{RRF}_{es,i}$ 的相对标准偏差，按照公式（5）计算。

$$\text{RSD} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\text{RRF}_{es,i} - \overline{\text{RRF}}_{es})^2}{n-1}} \times 100 \quad (5)$$

式中： RSD ——相对响应因子的相对标准偏差，%；

$\text{RRF}_{es,i}$ ——第 i 个浓度校准溶液中目标化合物相对于提取内标的相对响应因子；

$\overline{\text{RRF}}_{es}$ ——目标化合物相对于提取内标的平均相对响应因子；

n ——校准溶液系列的数量。

提取内标相对进样内标平均相对响应因子，按照公式（6）计算。

$$\overline{\text{RRF}}_{rs} = \frac{\sum_{i=1}^n \text{RRF}_{rs,i}}{n} \quad (6)$$

式中： $\overline{\text{RRF}}_{rs}$ ——提取内标相对于进样内标的平均相对响应因子；

$\text{RRF}_{rs,i}$ ——第 i 个浓度校准溶液中提取内标相对于进样内标的相对响应因子；

n ——校准溶液系列的数量。

5.10.3.2 提取内标回收率

试样中提取内标回收率，按照式（7）计算。

$$R = \frac{A'_{es}}{A'_{rs}} \times \frac{m'_{rs}}{m'_{es}} \times \frac{100}{\overline{\text{RRF}}_{rs}} \quad (7)$$

式中： R ——试样中提取内标回收率，%；

A'_{es} ——试样中提取内标的监测离子峰面积之和；

A'_{rs} ——试样中进样内标的监测离子峰面积之和；

m'_{rs} ——试样中进样内标的添加量，pg；

m'_{es} ——试样中提取内标的添加量，pg；

$\overline{RRF}_{rs}$ ——提取内标相对于进样内标的平均相对响应因子。

5.10.3.3 目标化合物的量

试样中目标化合物的量按照公式（8）计算。对于四氯代～八氯代的多氯代二苯并-对-二噁英和多氯代二苯并呋喃的量，采用具有相同氯原子取代数的 2,3,7,8-氯代二噁英类平均响应因子（ $\overline{RRF}_{es}$ ）计算（见表 5-16）。

$$m_j = \frac{A_j}{A'_{es}} \times \frac{m'_{es}}{\overline{RRF}_{es}} \quad (8)$$

式中： m_j ——试样中目标化合物 j 的量，pg；

A_j ——试样中目标化合物 j 的监测离子峰面积之和；

A'_{es} ——试样中提取内标的监测离子峰面积之和；

m'_{es} ——试样中提取内标的添加量，pg；

$\overline{RRF}_{es}$ ——目标化合物相对于提取内标的平均相对响应因子。

5.10.3.4 样品中目标化合物质量浓度

样品中目标物的质量浓度，按照公式（9）计算。

$$\rho_j = \frac{m_j}{V} \times D \quad (9)$$

式中： ρ_j ——样品中目标化合物 j 质量浓度，pg/L；

m_j ——试样中目标化合物 j 的量，pg；

V ——添加了提取内标的液体取样体积，L；

D ——依据试样分取比例计算的稀释倍数。

5.10.4 结果表示

5.10.4.1 质量浓度

2,3,7,8-氯代二噁英类质量浓度大于方法检出限，应直接记录；若低于方法检出限，则记为“ND”。四氯代～八氯代二噁英类质量浓度根据各氯代异构体浓度累加计算。

5.10.4.2 毒性当量质量浓度

2,3,7,8-氯代二噁英类质量浓度进一步换算为毒性当量质量浓度，毒性当量质量浓度为实测质量浓度与对应毒性当量因子的乘积。可以根据监测的要求使用不同的 TEF 来计算二噁英类的毒性当量质量浓度，在监测报告中须注明使用的 TEF 的版本，根据我国的环境管理要求，在不单独说明的情况下使用的毒性当量因子为国际毒性当量因子。

关于化合物检测结果小于方法检出限的分项参与总量计算时，其浓度以 1/2 方法检出限计还是以 0 计的问题，编制组参考《污水监测技术规范》（HJ 91.1-2019）监测数据的处理章节中关于某一类污染物的测定技术以及 2019 年部长信箱关于可吸附有机卤素检出限及计算

问题答复“如果每个分项项目的监测结果均小于方法检出限，在填报总量的结果时，可表述为“未检出”并备注出每个分项项目的方法检出限；当其中某一个或某几个分项的监测结果大于方法检出限时，总量的结果为所有分项之和，低于方法检出限的分项以 0 计”，规定 2,3,7,8-氯代二噁英类实测质量浓度低于方法检出限时，计算样品毒性当量质量浓度该化合物浓度以 0 计”；有特别指明情况如国际比对、能力验证等，可按方法检出限的 1/2 计算毒性当量质量浓度。

样品中二噁英类毒性当量浓度为 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类毒性当量质量浓度之和。按照公式（10）计算。

$$\rho = \sum_{j=1}^{17} \rho_j \times \text{TEF}_j \quad (10)$$

式中： ρ ——样品中二噁英类毒性当量浓度，pg TEQ/L；

ρ_j ——样品中目标化合物 j 质量浓度，pg/L；

TEF_j ——目标化合物 j 的毒性当量因子。

5.10.4.3 数值修约与表达

测定结果最多保留 3 位有效数字，小数点后的位数与方法检出限一致。

5.11 方法参数

5.11.1 仪器检出限

选择计算相对响应因子的最低质量浓度的校准溶液进行 n ($n \geq 7$) 次重复测定，对溶液中 2,3,7,8-氯代二噁英类定量，计算测定值的标准偏差，根据公式(11)计算仪器检出限(IDL)，修约为 1 位有效数字。本实验室二噁英类检测仪器检出限实验数据及计算结果见表 5-18。由计算结果可知，本实验室内四氯代~七氯代二噁英类仪器检出限在 0.04~0.08 pg 之间，八氯代二噁英类仪器检出限为 0.2 pg。原标准中二噁英类仪器检出限规定为四氯代、五氯代二噁英类 0.1 pg，六氯代、七氯代二噁英类 0.2 pg，八氯代二噁英类 0.5 pg。虽然实验室内仪器检出限优于原标准中仪器检出限，但是原标准中仪器检出限满足二噁英类检测需求，为保持标准的一致性和广泛性，修订方法的仪器检出限仍然保持不变。

$$\text{IDL} = t_{(n-1,0.99)} \times S \quad (11)$$

式中：IDL ——仪器检出限，pg；

n ——校准溶液的平行测定次数；

t ——自由度为 $n-1$ ，置信度为 99%时的 t 分布值（单侧）， $t_{6,0.99} = 3.143$ ；

S —— n 次平行测定的标准偏差，pg。

5.11.2 方法检出限和测定下限

根据 HJ 168-2020 要求，向不含目标物的正己烷洗净水（10 L）中添加 2,3,7,8-氯代二噁英类作为确定方法检出限和测定下限测试样品，样品经膜固相萃取、索氏提取、自动净化、浓缩、定容等全过程预处理，然后仪器分析。四氯代二噁英类添加量为 1.0 pg，五氯代~七氯代二噁英类添加量为 5.0 pg，八氯代二噁英类添加量为 10 pg。以 7 次平行测定的结果计算方法检出限，以 4 倍检出限作为方法测定下限。实验室检出限和测定下限结果见表 5-19。

由表 5-19 可知, 样品取样量为 10 L, 定容体积为 20 μl , 实验室内 2,3,7,8-氯代二噁英类的检出限为 0.01 pg/L ~0.2 pg/L , 测定下限为 0.04 pg/L ~0.8 pg/L 。

5.11.3 方法准确度

为验证修订的二噁英类的检测方法准确度, 标准编制组向不含目标物的正己烷洗净水中添加 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类, 经过液液萃取、自动净化后检测分析, 通过计算检测结果中二噁英类的质量浓度进行方法精密度验证, 通过计算二噁英类的回收率, 进行正确度验证。添加 2,3,7,8-氯代二噁英类浓度分为低、中、高 3 种不同浓度水平, 低浓度样品测定数据同时用于方法检出限和测定下限的计算, 每种浓度水平样品平行测定 7 次, 分别计算平均值、标准偏差、相对标准偏差、回收率。方法精密度验证结果见表 5-20, 方法正确度验证结果见表 5-21。

由表 5-20 和表 5-21 可知, 实验室内 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类质量浓度相对标准偏差为 1.4%~8.5%, 回收率范围为 59%~107%。可见, 修订的水质中二噁英类的检测方法比较稳定、可靠。

5.11.4 实际样品分析

为验证本方法对不同环境介质中适用情况, 标准编制组选择地表水、工业废水(造纸废水)和海水进行测试, 每个样品平行测定 6 次, 分别计算不同样品的平均值、标准偏差、相对标准偏差等各项参数。检测结果分别见表 5-22, 表 5-23 和表 5-24。

由表 5-22 地表水检测结果可知, 地表水样品中 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类中仅有 1,2,3,4,6,7,8- H_7CDD 和 O_8CDD 质量浓度高于方法检出限, 且 O_8CDD 质量浓度较高, 其他化合物均低于检出限。地表水实测质量浓度平均值为 30.2 pg/L , 相对标准偏差为 14.5%; 毒性当量平均浓度为 0.036 pg TEQ/L , 相对标准偏差为 13.1%, 未检出化合物以 0 计算毒性当量质量浓度。

由表 5-23 工业废水检测结果可知, 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类中有 7 种化合物高于方法检出限。工业废水中二噁英类质量浓度平均值为 3.67 pg/L , 相对标准偏差为 17.2%; 毒性当量质量浓度平均值为 0.224 pg TEQ/L , 相对标准偏差为 13.4%。未检出化合物以 0 计算毒性当量质量浓度。

由表 5-24 海水中二噁英类检测结果可知, 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类实测质量浓度均低于检出限。

表 5-18 仪器检出限测试数据表

序号	化合物简称	测定结果 (pg)							平均值 (pg)	标准偏差 (pg)	t 值	检出限 (pg)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.08	0.10	0.12	0.08	0.11	0.12	0.11	0.10	0.02	3.143	0.05
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.49	0.47	0.53	0.49	0.48	0.52	0.52	0.50	0.02	3.143	0.07
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.48	0.49	0.47	0.50	0.53	0.49	0.51	0.50	0.02	3.143	0.06
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.47	0.52	0.51	0.52	0.53	0.50	0.47	0.50	0.02	3.143	0.08
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.48	0.52	0.53	0.50	0.50	0.49	0.50	0.02	3.143	0.05
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.53	0.48	0.48	0.48	0.48	0.52	0.48	0.49	0.02	3.143	0.07
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.51	0.51	0.47	0.50	0.53	0.48	0.50	0.50	0.02	3.143	0.06
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.48	0.51	0.52	0.51	0.52	0.47	0.49	0.50	0.02	3.143	0.06
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.51	0.48	0.49	0.49	0.49	0.51	0.50	0.50	0.01	3.143	0.04
10	O ₈ CDF	0.98	1.02	0.93	1.10	1.07	0.93	1.09	1.02	0.07	3.143	0.2
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.08	0.09	0.09	0.12	0.08	0.09	0.09	0.09	0.01	3.143	0.04
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.47	0.47	0.49	0.47	0.50	0.52	0.51	0.49	0.02	3.143	0.07
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.53	0.47	0.48	0.49	0.53	0.50	0.48	0.50	0.02	3.143	0.08
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.49	0.50	0.47	0.52	0.51	0.50	0.51	0.50	0.02	3.143	0.05
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.49	0.53	0.53	0.47	0.49	0.52	0.48	0.50	0.02	3.143	0.08
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.53	0.49	0.50	0.52	0.50	0.51	0.50	0.51	0.01	3.143	0.04
17	O ₈ CDD	0.95	1.10	1.08	0.94	0.93	0.94	1.08	1.00	0.08	3.143	0.2

表 5-19 方法检出限及测定下限测试数据表

序号	化合物简称	测定结果 (pg/L)							检出限 (pg/L)	测定下限 (pg/L)
		1	2	3	4	5	6	7		
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.098	0.103	0.098	0.084	0.101	0.096	0.085	0.03	0.12
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.46	0.45	0.44	0.44	0.43	0.43	0.43	0.05	0.20
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.49	0.47	0.43	0.43	0.44	0.43	0.42	0.08	0.32
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.45	0.49	0.45	0.47	0.44	0.44	0.47	0.06	0.24
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.47	0.49	0.45	0.45	0.45	0.45	0.48	0.06	0.24
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.50	0.50	0.47	0.46	0.45	0.45	0.08	0.32
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.51	0.49	0.43	0.46	0.47	0.48	0.46	0.09	0.36
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.46	0.50	0.45	0.46	0.49	0.44	0.49	0.08	0.32
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.53	0.52	0.46	0.54	0.46	0.47	0.49	0.09	0.36
10	O ₈ CDF	0.79	0.78	0.72	0.77	0.74	0.73	0.72	0.20	0.80
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.094	0.095	0.098	0.091	0.090	0.091	0.093	0.01	0.04
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.44	0.44	0.43	0.42	0.44	0.41	0.46	0.05	0.20
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.46	0.47	0.45	0.46	0.42	0.42	0.42	0.07	0.28
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.46	0.47	0.44	0.48	0.44	0.45	0.44	0.05	0.20
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.48	0.47	0.45	0.45	0.42	0.44	0.41	0.08	0.32
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.49	0.50	0.46	0.49	0.45	0.48	0.46	0.06	0.24
17	O ₈ CDD	0.95	0.96	0.86	1.00	0.90	0.91	0.99	0.20	0.80

表 5-20 实验室内空白加标样品精密度检测结果

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.098	0.09	0.007	7.3	0.48	0.47	0.015	3.1	4.55	4.85	0.22	4.5
		0.103				0.46				4.96			
		0.098				0.45				5.28			
		0.084				0.49				4.80			
		0.101				0.49				4.75			
		0.096				0.47				4.92			
		0.085				0.45				4.68			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.46	0.44	0.012	2.8	1.86	2.21	0.16	7.1	22.6	23.8	0.74	3.1
		0.45				2.18				23.9			
		0.44				2.21				25.0			
		0.44				2.33				23.6			
		0.43				2.39				24.4			
		0.43				2.27				24.0			
		0.43				2.22				23.1			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.49	0.44	0.023	5.1	1.92	2.25	0.16	7.2	23.0	24.0	0.59	2.5
		0.47				2.23				24.3			
		0.43				2.22				24.9			
		0.43				2.46				24.5			
		0.44				2.41				23.9			
		0.43				2.29				23.8			
		0.42				2.21				23.4			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.45	0.46	0.017	3.7	1.90	2.28	0.17	7.5	22.7	24.3	0.85	3.5

续表

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.49				2.26				24.7			
		0.45				2.28				25.8			
		0.47				2.42				24.2			
		0.44				2.47				24.1			
		0.44				2.33				24.5			
		0.47				2.30				24.1			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.47	0.46	0.015	3.2	1.97	2.30	0.15	6.6	23.2	24.4	0.76	3.1
		0.49				2.26				23.8			
		0.45				2.36				25.7			
		0.45				2.46				24.9			
		0.45				2.44				24.5			
		0.45				2.36				24.8			
		0.48				2.25				24.0			
6	2,3,4,6,7,8- H ₆ CDF	0.50	0.48	0.023	4.7	1.89	2.30	0.18	8.0	22.6	24.5	0.99	4.1
		0.50				2.25				24.4			
		0.50				2.32				25.6			
		0.47				2.46				25.4			
		0.46				2.47				25.4			
		0.45				2.41				24.6			
		0.45				2.27				23.8			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.51	0.47	0.024	5.1	2.00	2.32	0.16	7.0	23.3	24.4	0.66	2.7
		0.49				2.20				25.2			
		0.43				2.42				24.9			

续表

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.46				2.45				24.8			
		0.47				2.51				24.5			
		0.48				2.37				24.4			
		0.46				2.30				23.5			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.46	0.47	0.021	4.4	2.02	2.34	0.17	7.3	23.7	24.5	0.46	1.9
		0.50				2.25				25.0			
		0.45				2.32				24.9			
		0.46				2.49				24.7			
		0.49				2.59				24.8			
		0.44				2.39				24.6			
		0.49				2.32				23.9			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.53	0.50	0.031	6.2	2.02	2.35	0.15	6.2	23.9	24.7	0.75	3.1
		0.52				2.35				24.5			
		0.46				2.36				26.4			
		0.54				2.48				24.4			
		0.46				2.48				24.7			
		0.47				2.42				24.6			
		0.49				2.32				24.3			
10	O ₈ CDF	0.79	0.75	0.025	3.3	2.96	3.51	0.27	7.8	38.0	38.2	0.55	1.4
		0.78				3.41				38.2			
		0.72				3.54				38.8			
		0.77				3.82				37.7			
		0.74				3.77				39.3			

续表

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.73				3.67				37.8			
		0.72				3.38				37.8			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.09	0.09	0.003	2.9	0.40	0.48	0.04	7.7	4.6	4.8	0.19	3.9
		0.10				0.48				5.2			
		0.10				0.46				5.1			
		0.09				0.51				4.9			
		0.09				0.51				4.7			
		0.09				0.46				4.8			
		0.09				0.52				4.7			
		0.09				0.52				4.7			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.44	0.43	0.014	3.3	1.92	2.26	0.16	6.9	23.0	23.8	0.62	2.6
		0.44				2.28				23.2			
		0.43				2.32				25.0			
		0.42				2.44				23.6			
		0.44				2.37				23.7			
		0.41				2.29				24.2			
		0.46				2.23				23.8			
		0.46				2.01				23.5			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.47	0.44	0.020	4.5	2.36	2.31	0.16	6.7	24.9	24.6	0.77	3.1
		0.45				2.32				26.1			
		0.46				2.36				24.7			
		0.42				2.58				24.1			
		0.42				2.28				24.5			
		0.46				2.01				23.5			
		0.47				2.36				24.9			

续表

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.42	0.46	0.013	2.9	2.28	2.29	0.20	8.5	24.1	24.3	0.74	3.0
		0.46				1.86				23.4			
		0.47				2.24				24.0			
		0.44				2.37				26.0			
		0.48				2.50				24.0			
		0.44				2.42				24.4			
		0.45				2.38				24.5			
		0.44				2.27				24.0			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.48	0.45	0.022	4.9	2.01	2.29	0.13	5.5	23.3	24.2	0.84	3.5
		0.47				2.28				24.7			
		0.45				2.29				25.7			
		0.45				2.39				24.8			
		0.42				2.42				23.3			
		0.44				2.35				23.8			
		0.41				2.32				23.7			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.49	0.48	0.016	3.5	2.08	2.34	0.15	6.5	23.1	24.4	0.98	4.0
		0.50				2.27				25.8			
		0.46				2.31				25.2			
		0.49				2.61				24.1			
		0.45				2.32				23.3			
		0.48				2.45				25.4			

续表

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.46				2.38				24.2			
17	O ₈ CDD	0.95	0.94	0.047	5.0	4.00	4.50	0.26	5.8	47.5	48.2	1.07	2.2
		0.96				4.55				46.5			
		0.86				4.44				50.3			
		1.00				4.81				48.2			
		0.90				4.73				48.2			
		0.91				4.69				48.0			
		0.99				4.31				48.4			
18	二噁英类毒性当量质量浓度 (pg TEQ/L)	0.94	0.90	0.02	2.8	3.9	4.6	0.31	6.8	46.2	48.3	1.25	2.6
		0.94				4.6				48.6			
		0.89				4.6				50.6			
		0.89				4.9				48.7			
		0.89				4.9				48.1			
		0.87				4.6				48.5			
		0.89				4.6				47.5			

表 5-21 实验室内空白加标样品正确度检测结果

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值	加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值	加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.098	98	95	0.50	0.48	95	94	5.0	4.55	91	97
		0.10	0.103	103		0.50	0.46	92		5.0	4.96	99	
		0.10	0.098	98		0.50	0.45	91		5.0	5.28	106	
		0.10	0.084	84		0.50	0.49	99		5.0	4.80	96	
		0.10	0.101	101		0.50	0.49	97		5.0	4.75	95	
		0.10	0.096	96		0.50	0.47	93		5.0	4.92	98	
		0.10	0.085	85		0.50	0.45	91		5.0	4.68	94	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.46	92	88	2.5	1.86	75	88	25	22.6	90	95
		0.50	0.45	90		2.5	2.18	87		25	23.9	96	
		0.50	0.44	88		2.5	2.21	88		25	25.0	100	
		0.50	0.44	88		2.5	2.33	93		25	23.6	94	
		0.50	0.43	85		2.5	2.39	96		25	24.4	98	
		0.50	0.43	85		2.5	2.27	91		25	24.0	96	
		0.50	0.43	85		2.5	2.22	89		25	23.1	93	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.49	98	89	2.5	1.92	77	90	25	23.0	92	96
		0.50	0.47	94		2.5	2.23	89		25	24.3	97	
		0.50	0.43	87		2.5	2.22	89		25	24.9	99	
		0.50	0.43	86		2.5	2.46	98		25	24.5	98	
		0.50	0.44	88		2.5	2.41	96		25	23.9	96	
		0.50	0.43	85		2.5	2.29	92		25	23.8	95	
		0.50	0.42	84		2.5	2.21	88		25	23.4	94	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.45	90	92	2.5	1.90	76	91	25	22.7	91	97

续表

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值	加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值	加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.49	98		2.5	2.26	90		25	24.7	99	
		0.50	0.45	90		2.5	2.28	91		25	25.8	103	
		0.50	0.47	93		2.5	2.42	97		25	24.2	97	
		0.50	0.44	87		2.5	2.47	99		25	24.1	96	
		0.50	0.44	88		2.5	2.33	93		25	24.5	98	
		0.50	0.47	94		2.5	2.30	92		25	24.1	96	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.47	93	92	2.5	1.97	79	92	25	23.2	93	98
		0.50	0.49	98		2.5	2.26	90		25	23.8	95	
		0.50	0.45	91		2.5	2.36	94		25	25.7	103	
		0.50	0.45	89		2.5	2.46	98		25	24.9	100	
		0.50	0.45	91		2.5	2.44	98		25	24.5	98	
		0.50	0.45	90		2.5	2.36	94		25	24.8	99	
		0.50	0.48	96		2.5	2.25	90		25	24.0	96	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.50	101	95	2.5	1.89	76	92	25	22.6	90	98
		0.50	0.50	101		2.5	2.25	90		25	24.4	97	
		0.50	0.50	99		2.5	2.32	93		25	25.6	102	
		0.50	0.47	94		2.5	2.46	98		25	25.4	101	
		0.50	0.46	91		2.5	2.47	99		25	25.4	102	
		0.50	0.45	91		2.5	2.41	96		25	24.6	98	
		0.50	0.45	90		2.5	2.27	91		25	23.8	95	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.51	103	94	2.5	2.00	80	93	25	23.3	93	97
		0.50	0.49	98		2.5	2.20	88		25	25.2	101	
		0.50	0.43	86		2.5	2.42	97		25	24.9	100	

续表

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值	加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值	加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.46	93		2.5	2.45	98		25	24.8	99	
		0.50	0.47	93		2.5	2.51	100		25	24.5	98	
		0.50	0.48	95		2.5	2.37	95		25	24.4	98	
		0.50	0.46	93		2.5	2.30	92		25	23.5	94	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.46	92	94	2.5	2.02	81	94	25	23.7	95	98
		0.50	0.50	99		2.5	2.25	90		25	25.0	100	
		0.50	0.45	90		2.5	2.32	93		25	24.9	100	
		0.50	0.46	92		2.5	2.49	100		25	24.7	99	
		0.50	0.49	99		2.5	2.59	104		25	24.8	99	
		0.50	0.44	88		2.5	2.39	96		25	24.6	98	
		0.50	0.49	97		2.5	2.32	93		25	23.9	96	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.53	106	99	2.5	2.02	81	94	25	23.9	96	99
		0.50	0.52	104		2.5	2.35	94		25	24.5	98	
		0.50	0.46	92		2.5	2.36	94		25	26.4	106	
		0.50	0.54	107		2.5	2.48	99		25	24.4	98	
		0.50	0.46	93		2.5	2.48	99		25	24.7	99	
		0.50	0.47	94		2.5	2.42	97		25	24.6	98	
		0.50	0.49	98		2.5	2.32	93		25	24.3	97	
10	O ₈ CDF	1.0	0.79	79	75	5.0	2.96	59	70	50	38.0	76	76
		1.0	0.78	78		5.0	3.41	68		50	38.2	76	
		1.0	0.72	72		5.0	3.54	71		50	38.8	78	
		1.0	0.77	77		5.0	3.82	76		50	37.7	75	
		1.0	0.74	74		5.0	3.77	75		50	39.3	79	

续表

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值	加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值	加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	0.73	73		5.0	3.67	73		50	37.8	76	
		1.0	0.72	72		5.0	3.38	68		50	37.8	76	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.09	94	93	0.50	0.40	81	95	5.0	4.6	92	97
		0.10	0.10	95		0.50	0.48	96		5.0	5.2	103	
		0.10	0.10	98		0.50	0.46	91		5.0	5.1	101	
		0.10	0.09	91		0.50	0.51	102		5.0	4.9	98	
		0.10	0.09	90		0.50	0.51	101		5.0	4.7	94	
		0.10	0.09	91		0.50	0.46	91		5.0	4.8	97	
		0.10	0.09	93		0.50	0.52	103		5.0	4.7	93	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.44	88	87	2.5	1.92	77	91	25	23.0	92	95
		0.50	0.44	88		2.5	2.28	91		25	23.2	93	
		0.50	0.43	86		2.5	2.32	93		25	25.0	100	
		0.50	0.42	84		2.5	2.44	98		25	23.6	94	
		0.50	0.44	88		2.5	2.37	95		25	23.7	95	
		0.50	0.41	82		2.5	2.29	91		25	24.2	97	
		0.50	0.46	92		2.5	2.23	89		25	23.8	95	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.46	91	89	2.5	2.01	80	93	25	23.5	94	98
		0.50	0.47	93		2.5	2.36	94		25	24.9	100	
		0.50	0.45	91		2.5	2.32	93		25	26.1	104	
		0.50	0.46	92		2.5	2.36	95		25	24.7	99	
		0.50	0.42	84		2.5	2.58	103		25	24.1	96	
		0.50	0.42	85		2.5	2.28	91		25	24.5	98	
		0.50	0.42	83		2.5	2.28	91		25	24.1	96	

续表

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值	加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值	加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.46	93	91	2.5	1.86	74	92	25	23.4	94	97
		0.50	0.47	94		2.5	2.24	90		25	24.0	96	
		0.50	0.44	89		2.5	2.37	95		25	26.0	104	
		0.50	0.48	95		2.5	2.50	100		25	24.0	96	
		0.50	0.44	88		2.5	2.42	97		25	24.4	97	
		0.50	0.45	91		2.5	2.38	95		25	24.5	98	
		0.50	0.44	89		2.5	2.27	91		25	24.0	96	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.48	95	89	2.5	2.01	80	92	25	23.3	93	97
		0.50	0.47	94		2.5	2.28	91		25	24.7	99	
		0.50	0.45	90		2.5	2.29	92		25	25.7	103	
		0.50	0.45	90		2.5	2.39	95		25	24.8	99	
		0.50	0.42	85		2.5	2.42	97		25	23.3	93	
		0.50	0.44	88		2.5	2.35	94		25	23.8	95	
		0.50	0.41	82		2.5	2.32	93		25	23.7	95	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.49	98	95	2.5	2.08	83	94	25	23.1	92	98
		0.50	0.50	99		2.5	2.27	91		25	25.8	103	
		0.50	0.46	92		2.5	2.31	92		25	25.2	101	
		0.50	0.49	99		2.5	2.61	104		25	24.1	96	
		0.50	0.45	91		2.5	2.32	93		25	23.3	93	
		0.50	0.48	96		2.5	2.45	98		25	25.4	102	
		0.50	0.46	92		2.5	2.38	95		25	24.2	97	
17	O ₈ CDD	1.0	0.95	95	94	5.0	4.00	80	90	50	47.5	95	96
		1.0	0.96	96		5.0	4.55	91		50	46.5	93	

续表

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值	加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值	加标 浓度	测定 结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	0.86	86		5.0	4.44	89		50	50.3	101	
		1.0	1.00	100		5.0	4.81	96		50	48.2	96	
		1.0	0.90	90		5.0	4.73	95		50	48.2	96	
		1.0	0.91	91		5.0	4.69	94		50	48.0	96	
		1.0	0.99	99		5.0	4.31	86		50	48.4	97	
18	二噁英类毒性当量质量浓度 (pg TEQ/L)	1.0	0.94	94	90	5.0	3.9	78	92	50	46.2	92	97
		1.0	0.94	93		5.0	4.6	91		50	48.6	97	
		1.0	0.89	89		5.0	4.6	92		50	50.6	101	
		1.0	0.89	89		5.0	4.9	98		50	48.7	97	
		1.0	0.89	89		5.0	4.9	98		50	48.1	96	
		1.0	0.87	87		5.0	4.6	93		50	48.5	97	
		1.0	0.89	89		5.0	4.6	91		50	47.5	95	

表 5-22 实验室内地表水检测结果

序号	化合物简称	地表水检测结果								
		测定结果 (pg/L)						平均值 (pg/L)	标准偏差 (pg/L)	相对标准偏差 (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
10	O ₈ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.44	0.51	0.37	0.30	0.39	0.40	0.40	0.06	15.6
17	O ₈ CDD	33.1	33.0	25.3	32.8	22.2	32.2	29.8	4.34	14.6
18	二噁英类毒性当量质量浓度 (pg TEQ/L)	0.039	0.040	0.031	0.038	0.028	0.038	0.036	0.005	13.1
注 1: ND 表示未检出, 计算毒性当量质量浓度时 0 计算。 注 2: /表示无此项内容。										

表 5-23 实验室内工业废水检测结果

序号	化合物简称	工业废水检测结果								
		测定结果 (pg/L)						平均值 (pg/L)	标准偏差 (pg/L)	相对标准偏差 (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.31	0.26	0.22	0.26	0.21	0.32	0.26	0.04	16.1
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.34	0.25	0.32	0.33	0.20	0.29	0.29	0.05	16.8
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.29	0.29	0.21	0.30	0.23	0.25	0.26	0.04	13.8
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.23	0.21	0.16	0.23	0.19	0.23	0.21	0.03	12.3
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.28	0.22	0.15	0.21	0.21	0.22	0.21	0.04	17.8
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
10	O ₈ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.22	0.30	0.17	0.25	0.15	0.24	0.22	0.05	22.5
17	O ₈ CDD	2.67	2.49	1.62	2.74	1.65	2.07	2.21	0.46	20.7
18	二噁英类毒性当量质量浓度 (pg TEQ/L)	0.261	0.208	0.221	0.252	0.169	0.232	0.224	0.030	13.4
注 1: ND 表示未检出, 计算毒性当量质量浓度时 0 计算。 注 2: /表示无此项内容。										

表 5-24 实验室内海水检测结果

序号	化合物简称	海水检测结果								
		测定结果 (pg/L)						平均值 (pg/L)	标准偏差 (pg/L)	相对标准偏差 (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
10	O ₈ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
17	O ₈ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
18	二噁英类毒性当量质量浓度 (pg TEQ/L)	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/	/	/
注 1: ND 表示未检出, 计算毒性当量质量浓度时以 0 计算。 注 2: /表示无此项内容。										

5.12 质量保证和质量控制

5.12.1 空白试验

二噁英类是痕量污染物，消除实验器皿、试剂、材料和样品中的干扰物非常必要，有研究表明二噁英类易吸附在玻璃器皿上，可能导致交叉污染。使用前应清洗干净，并用甲醇、丙酮、二氯甲烷、甲苯、正己烷依次淋洗。按照材料和试剂的相关要求，保证试剂纯度，对材料进行严格的预处理，在分析过程中应对实验室空白进行考察。

每 20 个样品或每批次（少于 20 个）至少分析 1 个空白样品。空白样品中四氯代~七氯代二噁英类测定结果应低于方法检出限，八氯代二噁英类测定结果应低于测定下限。空白值明显偏高时，应仔细查找原因，消除空白值偏高的因素，并重新分析。

5.12.2 仪器性能检查

样品分析按一定周期或频次（每 24 h 或每批样品至少 1 次），需检查高分辨质谱仪的仪器性能，验证分辨率及质量校正，质量校准物质的监测离子质量数动态分辨率需大于 1.0×10^4 ，否则该批次样品需重新测定。

5.12.3 仪器检出限

本标准中方法仪器检出限规定为四氯代、五氯代二噁英类 0.1 pg，六氯代、七氯代二噁英类 0.2 pg，八氯代二噁英类 0.5 pg。日常检测分析过程中应定期调谐仪器并确认仪器检出限，当测得仪器检出限高于规定的限值时，应查找原因，重新测定，使其满足要求。实验室应经常检查仪器，当改变测量条件时应确认。

仪器检出限选择计算相对响应因子的最低质量浓度的校准溶液进行 n ($n \geq 7$) 次重复测定，对溶液中 2,3,7,8-氯代二噁英类定量，计算测定值的标准偏差，根据公式（11）计算仪器检出限（IDL），修约为 1 位有效数字。

5.12.4 标准曲线

标准溶液系列各质量梯度目标化合物相对于提取内标的相对响应因子相对标准偏差不大于 20%，否则使计算结果偏差较大，影响结果的准确性和重现性，应重新绘制校准曲线。考虑本实验室近年仪器的性能及维护情况，需定期对气相色谱进样口，高分辨质谱的离子源、飞行管道等部件进行维护，维护频率 1 个月~6 个月不等，具体视情况而定。设备维护后，曲线的平均相对响应因子有一定的变化，特别是高质量数的二噁英类同类物如 1,2,3,4,7,8,9- H_7 CDF、 O_8 CDF、 $^{13}C_{12}$ - O_8 CDD 等平均相对响应因子变化较大，会影响结果的准确性和重现性。以本实验室 2021 年 1 月 4 日建立的平均相对响应因子，去考察不同阶段连续校准点测定值的相对误差，结果发现 2021 年 4 月 14 日开始，1,2,3,4,7,8,9- H_7 CDF 及 $^{13}C_{12}$ - O_8 CDD 的质量浓度相对误差大于 $\pm 35\%$ ，具体结果见表 5-25~表 5-27。

在近几年对全国部分二噁英实验室检查时候发现，由于原标准文本中对于标准曲线的制作时间没有明确规定，且校准溶液系列价格昂贵，同一台仪器一条标准曲线使用长达一年，甚至有使用四年未作曲线，对于结果的影响很难说得清，这些行为与常规实验室分析规范要求相背离。因此，结合本实验室数据及国内外大部分二噁英实验室实际工作现状，在尽量满

足分析规范要求的情况下，修订文本中明确要求仪器连续开机时，同一台仪器的同一条标准曲线在仪器正常运行下的使用期限不得超过三个月，一方面保证的数据的准确可靠，另一方面又不至于大幅提高成本。

表 5-25 校准曲线浓度核查的变化情况

序号	化合物简称	210104	210128	210202	210219	210302	210319
		相对误差 (%)					
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	-0.3	-1.6	5.7	4.8	4.2	4.7
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.2	-1.6	5.3	4.9	4.0	4.5
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	-2.2	-1.7	9.1	8.1	7.5	8.1
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	-1.2	-1.7	4.5	5.8	3.5	5.2
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	-0.8	-2.3	6.3	7.8	5.6	6.3
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.0	-1.3	3.5	4.4	4.8	3.5
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	-1.6	-1.4	11	10	10	9.6
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.5	-0.3	-2.7	-2.0	-3.0	-3.9
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	-1.9	-2.3	-0.3	0.5	-1.4	-0.8
10	O ₈ CDF	-2.5	9.3	24	30	29	11
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	-2.5	-0.1	3.3	2.8	1.3	6.1
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	-0.8	1.1	0.5	0.3	0.1	1.9
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	-0.7	-2.0	2.4	2.8	3.8	4.2
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	-1.3	-1.3	9.4	9.9	9.7	10
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	-0.6	3.1	11	6.5	8.6	10
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.0	-1.1	2.8	4.2	3.8	3.2
17	O ₈ CDD	-0.8	-2.7	1.9	2.9	2.2	2.8
18	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	-0.3	6.9	6.3	3.2	5.4	8.5
19	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	-1.6	5.9	0.9	6.5	6.9	10
20	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	-1.4	8.0	9.3	15	17	21
21	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	2.9	-0.1	-6.5	-2.2	-2.9	-7.1
22	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	2.8	0.3	-9.6	-5.7	-4.6	-9.2
23	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	2.6	3.5	-4.0	-0.9	-1.4	-3.6
24	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.8	16	-1.9	-1.5	-0.7	-0.6
25	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.8	6.4	1.3	4.3	7.6	2.7
26	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.0	27	20	14	23	19
27	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	0.3	5.0	7.9	6.1	7.7	9.7
28	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	-1.5	4.6	1.6	5.4	8.6	15
29	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	2.3	0.5	-11	-6.6	-7.4	-8.6
30	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	2.2	-0.3	-13	-17	-11	-12
31	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	-0.6	10	-2.4	-3.6	1.1	5.2
32	¹³ C ₁₂ - O ₈ CDD	-0.5	15	14	-1.7	8.8	10

表 5-26 校准曲线浓度核查的变化情况

序号	化合物简称	210406	210414	210506	210520	210608	210701
		相对误差 (%)					
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	-16	-8.7	5.9	5.3	8.0	4.9
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	-16	-5.4	6.4	5.4	7.3	5.0
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	-13	-1.3	9.3	9.8	12	9.7
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	-14	-3.8	7.0	6.6	7.3	6.3
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	-13	-2.4	7.1	7.5	8.1	7.4
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	-14	-3.8	5.6	6.6	6.3	6.1
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	-9.5	1.6	11	12	12	13
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	-21	-11	-2.4	-1.1	0.0	-1.1
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	-29	-36	38	1.9	4.4	0.4
10	O ₈ CDF	-12	9.0	11	28	41	20
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	-4.7	-0.7	7.2	5.0	8.7	6.0
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	-8.0	-3.2	2.8	3.7	5.0	3.3
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	-9.0	-1.8	6.6	5.2	7.7	4.7
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	-1.8	4.2	12	10	13	13
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	-3.7	4.2	3.3	5.1	16	9.2
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	-11	-3.6	4.0	4.2	7.7	3.6
17	O ₈ CDD	-9.2	-2.4	4.3	4.2	4.8	4.9
18	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	-6.2	1.7	-3.9	-5.2	14	5.0
19	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	-18	14	-8.2	-0.4	8.3	-4.6
20	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	-14	26	-2.7	6.3	14	-0.1
21	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	-19	-16	7.1	2.5	-0.2	0.9
22	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	-22	-17	4.5	0.9	-1.5	1.0
23	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	-20	-11	3.3	2.7	1.2	2.1
24	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	-23	-11	-17	-8.4	6.2	-5.1
25	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	-28	-13	1.4	8.5	7.0	-12
26	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	-25	2.6	-15	10	39	-15
27	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	8.5	13	-2.8	-3.0	12	7.1
28	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	-6.3	25	-12	-3.9	2.1	-8.4
29	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	-6.9	-9.0	-2.3	-3.3	-12	-7.4
30	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	-11	-12	-4.8	-6.1	-13	-9.3
31	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	-16	-7.2	-14	-2.4	-1.9	-24
32	¹³ C ₁₂ - O ₈ CDD	-23	-39	36	-1.3	9.3	-43

表 5-27 校准曲线浓度核查的变化情况

序号	化合物简称	210723	210824	210928	211025	211126	211207	211222
		相对误差 (%)						
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	3.8	9.1	6.8	6.6	1.5	7.8	7.8
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	4.7	2.7	5.7	6.4	2.4	7.6	7.8
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	8.9	5.4	8.7	9.0	4.6	12	12
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	5.2	3.6	6.5	6.8	3.7	6.6	7.6
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	5.6	4.2	8.0	8.2	3.0	7.4	8.3
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	4.0	3.8	5.1	7.1	1.3	5.1	6.4
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	9.9	9.2	12	14	8.3	10	13
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	-2.7	-3.8	-1.6	-0.7	-5.4	-1.6	-1.3
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.1	-1.0	2.2	2.2	-2.0	2.3	-0.8
10	O ₈ CDF	38	26	40	39	23	26	35
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	4.6	1.3	8.9	11	3.7	8.2	6.7
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	2.5	0.6	5.2	3.0	0.4	4.9	4.8
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	4.9	2.5	4.7	5.3	0.4	5.0	5.7
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	10	8.1	13	11	11	12	13
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	9.1	11	13	6.4	-6.8	-4.3	-3.9
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	3.6	1.0	4.8	4.2	1.5	4.8	7.4
17	O ₈ CDD	5.4	1.9	6.4	7.2	1.7	6.6	4.4
18	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	6.4	7.1	13	9.5	-4.0	-0.6	0.8
19	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	-7.4	7.5	8.1	6.0	-15	-0.7	-14
20	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	-1.5	15	20	17	-11	2.9	-6.8
21	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	-2.1	-12	-1.1	-1.4	15	23	22
22	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	-3.0	-13	-3.6	-0.1	15	22	21
23	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	2.2	-8.5	2.2	0.6	9.8	16	16
24	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	-5.5	-5.0	3.1	-4.3	-18	-16	-16
25	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	-10	-7.5	11	3.2	-1.6	3.5	7.3
26	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	-5.2	14	35	8.7	-21	-23	-16
27	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	5.1	14	9.6	6.7	-3.5	-9.7	-5.0
28	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	-11	10	1.6	1.5	-20	-10	-20
29	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	-9.0	-12	-7.8	-6.9	4.9	5.9	4.9
30	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	-11	-13	-12	-7.0	2.0	5.8	3.1
31	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	-20	-5.3	1.2	-11	-22	-25	-22
32	¹³ C ₁₂ - O ₈ CDD	-37	8.1	8.2	-16	-42	-49	-43

5.12.5 连续校准

通过对高分辨气相色谱-高分辨质谱进行稳定性考察,连续 7 d,每 24 h 对校准曲线中间点浓度进行核查,结果发现测定结果比较稳定,具体结果见表 5-28,校准曲线所有化合物的质量浓度相对误差为-22%~17%之间。为了保证批次样品结果的可靠性,应选择中间质量浓度的标准溶液作为连续校准溶液,按一定周期或频次(每 24 h 或每批样品至少 1 次)测定,测定结果校准溶液中目标化合物质量浓度变化应在 $\pm 35\%$ 以内。若仅控制浓度偏差,容易出现仪器状态较差灵敏度低时也能满足质量浓度偏差的质控要求,造成检测结果失真。为避免该种情况出现,标准组参考原标准文本中进样内标的质控要求“分析样品中进样内标的峰面积应不低于标准溶液中进样内标峰面积的 70%,否则应查找原因重新测定”的规定,增加了连续校准测定结果中目标化合物及内标的峰面积应不低于初始曲线在该点峰面积的 70%的要求,否则应查找原因,重新连续校准或者重新绘制标准曲线制作相对响应因子。

5.12.6 进样内标

同一浓度水平下,样品进样内标的峰面积应不低于校准溶液中进样内标峰面积的 70%,否则应查找原因,重新测定。

5.12.7 提取内标回收率

分析过程中应始终对提取内标的回收率确认。同样实验条件下同位素内标的回收率往往呈现一定的规律,如出现异常,应查找原因,必要时重新提取和净化操作。原标准 HJ 77.1-2008 中同位素提取内标回收率参考范围见表 5-29,该回收率范围直接引用 US EPA1613 内容。修订后标准文本中根据 6 家实验室验证结果更新了回收率参考范围。

表 5-28 校准曲线中间点浓度核查的结果变化范围

序号	化合物简称	标准值 (pg)	测试 1		测试 2		测试 3		测试 4		测试 5		测试 6		测试 7	
			测定值 (pg)	相对 误差 (%)	测定值 (pg)	相对 误差 (%)	测定值 (pg)	相对 误差 (%)	测定值 (pg)	相对 误差 (%)	测定值 (pg)	相对 误差 (%)	测定值 (pg)	相对 误差 (%)	测定值 (pg)	相对 误差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.500	0.489	-2.2	0.469	-6.2	0.403	-19	0.522	4.4	0.542	8.4	0.462	-7.6	0.552	10
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	2.50	2.30	-8.0	2.33	-6.8	2.22	-11	2.49	-0.4	2.44	-2.4	2.35	-6.0	2.48	-0.8
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	2.50	2.44	-2.4	2.42	-3.2	2.03	-19	2.7	8.0	2.77	11	2.45	-2.0	2.7	8.0
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	2.50	2.31	-7.6	2.4	-4.0	2.21	-12	2.57	2.8	2.74	9.6	2.32	-7.2	2.53	1.2
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	2.50	2.39	-4.4	2.43	-2.8	2.03	-19	2.46	-1.6	2.71	8.4	2.4	-4.0	2.46	-1.6
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	2.50	2.34	-6.4	2.38	-4.8	2.06	-18	2.65	6.0	2.45	-2.0	2.31	-7.6	2.43	-2.8
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	2.50	2.30	-8.0	2.44	-2.4	2.07	-17	2.5	0.0	2.48	-0.8	2.37	-5.2	2.51	0.4
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	2.50	2.41	-3.6	2.32	-7.2	2.26	-9.6	2.74	9.6	2.59	3.6	2.33	-6.8	2.44	-2.4
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	2.50	2.44	-2.4	2.38	-4.8	2.08	-17	2.57	2.8	2.48	-0.8	2.38	-4.8	2.65	6.0
10	O ₈ CDF	5.00	4.78	-4.4	4.7	-6.0	4.52	-9.6	4.9	-2.0	4.92	-1.6	4.75	-5.0	4.96	-0.8
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.500	0.451	-9.8	0.453	-9.4	0.448	-10	0.496	-0.8	0.52	4.0	0.434	-13	0.52	4.0
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	2.50	2.31	-7.6	2.44	-2.4	2.19	-12	2.58	3.2	2.53	1.2	2.32	-7.2	2.53	1.2
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	2.50	2.31	-7.6	2.37	-5.2	2.15	-14	2.72	8.8	2.67	6.8	2.33	-6.8	2.54	1.6
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	2.50	2.45	-2.0	2.45	-2.0	2.1	-16	2.38	-4.8	2.59	3.6	2.47	-1.2	2.42	-3.2
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	2.50	2.42	-3.2	2.47	-1.2	2.26	-9.6	2.76	10	2.47	-1.2	2.39	-4.4	2.51	0.4
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	2.50	2.37	-5.2	2.31	-7.6	2.24	-10	2.49	-0.4	2.38	-4.8	2.32	-7.2	2.58	3.2
17	O ₈ CDD	5.00	4.32	-14	4.42	-12	3.88	-22	4.88	-2.4	4.42	-12	4.96	-0.8	5.84	17

表 5-29 HJ 77.1-2008 提取内标回收率参考范围

序号	提取内标	回收率范围 (%)
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	24~169
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	25~181
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	32~141
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	28~130
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	23~140
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	17~157
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	25~164
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	24~185
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	21~178
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	32~141
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	28~130
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	28~136
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	29~147
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	28~143
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	26~138

5.12.8 平行样

平行样的测定可以作为方法精密度的质控手段。每 20 个样品或每批次（少于 20 个）至少分析 1 个平行双样。依据方法精密度验证结果，对平行样质控规定为：当 2,3,7,8-氯代二噁英类的测定结果大于方法测定下限时，平行样之间的相对偏差绝对值不大于 40%。

5.12.9 基体加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个）宜分析 1 个基体加标样品。17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类加标样品的回收率范围为 50%~150%，总毒性当量质量浓度加标样品回收率范围为 70%~130%。

6 方法比对

6.1 比对方法

本标准方法是对原 HJ 77.1-2008 完善和修订，是在原标准的基础上，结合新的环境监测技术规范、标准制修订导则等文件，在保留原标准提取、净化、检测技术基础上，将一些快速、高效的样品前处理技术纳入新标准中，同时优化了净化方法体系。国内水质二噁英类检测分析方法仅有《水质 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法》（HJ 77.1-2008），所以，方法比对仅验证修订后 HJ 77.1 的方法与原 HJ 77.1-2008 方法对二噁英类检测分析是否存在显著区别。

6.2 比对样品种类

依据标准的适用范围，标准编制组分别采集了 7 组浓度水平相近的地表水、地下水、海水、生活污水和工业废水（造纸废水）样品作为方法比对样品。实际样品中 2,3,7,8-氯代二

噁英类很多低于方法检出限,为更好地检验方法适用性,对工业废水加标样品也进行了比对分析。2,3,7,8-氯代二噁英类添加浓度分别为,四氯代二噁英类 0.5 pg/L,五氯代~七氯代二噁英类为 2.5 pg/L,八氯代二噁英类为 5.0 pg/L。

对每组样品依据新方法与原方法进行平行双样测定,测定结果分别计为 A 和 B 。新方法分析样品组中,地表水、地下水和海水样品选择液液萃取+样品自动净化系统净化分离样品的预处理方式;生活污水和工业废水样品选择过滤+膜固相萃取+加压流体萃取+手工填充柱净化分离样品的预处理方式;活性炭硅胶柱均选用反向淋洗的方式。原方法(HJ 77.1-2008)分析样品组中,地表水、地下水和海水样品选择液液萃取+手工填充柱净化分离样品的预处理方式;生活污水和工业废水样品选择过滤+膜固相萃取+索氏提取+手工填充柱净化分离样品的预处理方式;活性炭硅胶柱均选用正向淋洗方式。

6.3 比对结果评价

采用配对样品 t 检验判定两种比对方法的测定结果是否具有显著差异,分别依据修订后的方法与原 HJ 77.1-2008 方法的技术要求,对每个样品分别平行测定,计算测定结果配对差值(d),获得配对差值的算术平均值($\bar{d}$)和配对差值的标准差(S_d)。按公式(12)计算检验统计量。

$$t = \frac{\bar{d}}{S_d / \sqrt{n}} \quad (12)$$

式中: t ——检验统计量;

$\bar{d}$ ——配对差值的算术平均值;

S_d ——配对差值的标准差;

n ——样本自由度。

若双侧检验 $P < \alpha$ (显著性水平) = 0.05, 则 2 种方法的测定结果有显著差异,反之,则 2 种方法的测定结果无显著差异。

6.4 比对结论

地表水、生活污水、工业废水和废水加标样品的方法比对分析结果分别见表 6-1、表 6-2、表 6-3 和表 6-4。地下水和海水方法比对样品中 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类均低于方法检出限,未进行数据统计和 t 检验统计分析。方法比对配对测定结果见表 6-5。

由表 6-5 可知,地表水、生活污水、工业废水和工业废水加标比对样品检测数据的配对检验 t 值分别为 2.15、1.37、0.12 和 1.10,均小于 2.45 ($t_{6,0.95}$),双侧检验 $P > 0.05$,检验结果表明 2 种方法的测定结果无显著性差异,修订后方法稳定、可靠,能满足二噁英类定性定量分析需求。

表 6-1 地表水样品方法比对检测数据汇总表

单位: pg TEQ /L

序号	化合物简称	样品编号 1		样品编号 2		样品编号 3		样品编号 4		样品编号 5		样品编号 6		样品编号 7	
		A1	B1	A2	B2	A3	B3	A4	B4	A5	B5	A6	B6	A7	B7
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
10	O ₈ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
17	O ₈ CDD	0.073	0.075	0.064	0.082	0.065	0.074	0.075	0.075	0.069	0.078	0.062	0.073	0.080	0.075
18	二噁英类	0.073	0.075	0.064	0.082	0.065	0.074	0.075	0.075	0.069	0.078	0.062	0.073	0.080	0.075
注: ND 表示未检出, 计算毒性当量质量浓度时以 0 计算。															

表 6-2 生活污水样品方法比对检测数据汇总表

单位: pg TEQ /L

序号	化合物简称	样品编号 1		样品编号 2		样品编号 3		样品编号 4		样品编号 5		样品编号 6		样品编号 7	
		A1	B1	A2	B2	A3	B3	A4	B4	A5	B5	A6	B6	A7	B7
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.307	1.289	0.607	0.488	1.070	1.044	0.882	1.280	1.345	1.475	0.730	0.870	0.558	0.730
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.700	0.618	0.846	0.920	0.678	0.795	0.568	0.575	0.713	0.775	0.636	0.798	0.581	0.840
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
10	O ₈ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.214	0.232	0.343	0.360	0.870	0.932	0.688	0.430	0.985	0.605	0.458	0.572	0.324	0.425
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
17	O ₈ CDD	0.001	0.002	0.006	0.005	0.008	0.011	0.007	0.005	0.011	0.014	0.010	0.008	0.007	0.006
18	二噁英类	2.22	2.14	1.80	1.77	2.63	2.78	2.15	2.29	3.05	2.87	1.83	2.25	1.47	2.00
注: ND 表示未检出, 计算毒性当量质量浓度时以 0 计算。															

表 6-3 工业废水样品方法比对检测数据汇总表

单位: pg TEQ /L

序号	化合物简称	样品编号 1		样品编号 2		样品编号 3		样品编号 4		样品编号 5		样品编号 6		样品编号 7	
		A1	B1	A2	B2	A3	B3	A4	B4	A5	B5	A6	B6	A7	B7
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.031	0.030	0.026	0.025	0.022	0.028	0.026	0.020	0.021	0.025	0.032	0.032	0.028	0.032
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.171	0.120	0.124	0.160	0.158	0.140	0.165	0.105	0.102	0.155	0.145	0.165	0.135	0.150
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.029	0.034	0.029	0.029	0.021	0.033	0.030	0.026	0.023	0.025	0.025	0.027	0.026	0.030
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.023	0.024	0.021	0.022	0.016	0.018	0.023	0.020	0.019	0.019	0.023	0.018	0.027	0.022
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.003	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
10	O ₈ CDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.002	0.002	0.003	0.003	0.002	0.003	0.002	0.002	0.002	0.003	0.002	0.003	0.003	0.003
17	O ₈ CDD	0.003	0.003	0.002	0.002	0.002	0.002	0.003	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
18	二噁英类	0.262	0.215	0.207	0.243	0.222	0.226	0.251	0.177	0.171	0.231	0.231	0.249	0.223	0.241
注: ND 表示未检出, 计算毒性当量质量浓度时以 0 计算。															

表 6-4 工业废水加标样品方法比对检测数据汇总表

单位: pg TEQ /L

序号	化合物简称	样品编号 1		样品编号 2		样品编号 3		样品编号 4		样品编号 5		样品编号 6		样品编号 7	
		A1	B1	A2	B2	A3	B3	A4	B4	A5	B5	A6	B6	A7	B7
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.074	0.067	0.060	0.062	0.062	0.063	0.072	0.086	0.063	0.072	0.067	0.077	0.082	0.085
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.118	0.095	0.125	0.102	0.125	0.106	0.141	0.110	0.116	0.098	0.109	0.127	0.120	0.114
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.435	1.215	1.175	1.170	1.495	1.185	1.340	1.190	1.375	1.345	1.490	1.405	1.440	1.305
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.292	0.253	0.228	0.263	0.238	0.242	0.253	0.289	0.222	0.277	0.248	0.244	0.290	0.249
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.227	0.292	0.217	0.249	0.301	0.272	0.230	0.302	0.261	0.248	0.273	0.280	0.295	0.252
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.254	0.283	0.259	0.282	0.238	0.215	0.248	0.278	0.255	0.260	0.257	0.240	0.230	0.258
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.255	0.244	0.266	0.199	0.235	0.199	0.273	0.275	0.272	0.199	0.235	0.199	0.243	0.248
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.023	0.027	0.021	0.030	0.030	0.028	0.030	0.024	0.028	0.025	0.025	0.025	0.025	0.024
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.028	0.021	0.024	0.027	0.028	0.028	0.025	0.019	0.028	0.026	0.028	0.023	0.024	0.022
10	O ₈ CDF	0.004	0.005	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004	0.005	0.004	0.005	0.004	0.004	0.004	0.004
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.540	0.430	0.490	0.470	0.440	0.420	0.540	0.490	0.400	0.430	0.440	0.420	0.440	0.470
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.105	1.340	1.040	1.230	1.150	0.980	1.105	1.230	1.035	1.135	1.080	1.085	1.075	1.170
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.264	0.218	0.200	0.222	0.240	0.221	0.244	0.202	0.197	0.203	0.228	0.217	0.213	0.239
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.229	0.208	0.219	0.219	0.222	0.189	0.242	0.219	0.197	0.243	0.208	0.190	0.215	0.230
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.202	0.194	0.266	0.233	0.238	0.236	0.195	0.194	0.231	0.195	0.265	0.260	0.194	0.194
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.023	0.021	0.022	0.024	0.024	0.024	0.028	0.031	0.021	0.024	0.021	0.022	0.027	0.024
17	O ₈ CDD	0.007	0.008	0.006	0.007	0.010	0.009	0.007	0.007	0.006	0.006	0.006	0.006	0.007	0.007
18	二噁英类	5.08	4.92	4.62	4.79	5.08	4.42	4.98	4.95	4.71	4.79	4.98	4.82	4.92	4.90

表 6-5 比对方法配对测定记录表

单位: pg TEQ /L

样品类别	样品编号	新方法 (A)	原方法 (B)	配对差值 ($d=A-B$)	配对差值 平均值 ($\bar{d}$)	配对差值的 标准偏差 (S_d)	t 值
地表水	1	0.073	0.075	-0.002	-0.01	0.01	2.15
	2	0.064	0.082	-0.018			
	3	0.065	0.074	-0.009			
	4	0.075	0.075	0.000			
	5	0.069	0.078	-0.009			
	6	0.062	0.073	-0.011			
	7	0.080	0.075	0.005			
生活污水	1	2.22	2.14	0.080	-0.14	0.26	1.37
	2	1.80	1.77	0.030			
	3	2.63	2.78	-0.150			
	4	2.15	2.29	-0.140			
	5	3.05	2.87	0.180			
	6	1.83	2.25	-0.420			
	7	1.47	2.00	-0.530			
工业废水	1	0.262	0.215	0.047	-0.002	0.047	0.12
	2	0.207	0.243	-0.036			
	3	0.222	0.226	-0.004			
	4	0.251	0.177	0.074			
	5	0.171	0.231	-0.060			
	6	0.231	0.249	-0.018			
	7	0.223	0.241	-0.018			
工业废水加标	1	5.08	4.92	0.16	0.11	0.27	1.10
	2	4.62	4.79	-0.17			
	3	5.08	4.42	0.66			
	4	4.98	4.95	0.03			
	5	4.71	4.79	-0.08			
	6	4.98	4.82	0.16			
	7	4.92	4.90	0.03			

7 方法验证

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2020)的要求,组织 6 家有二噁英类检测资质的单位进行方法验证。根据影响方法的精密度和准确度的主要因素和数理统计学的要求,编制方法验证报告,验证数据主要包括方法检出限、测定下限、精密度、正确度、回收率等。

7.1 验证单位概况

参与方法验证单位、验证人员的基本情况见表 7-1。验证单位使用的前处理方式和仪器设备见表 7-2,使用试剂及溶剂见表 7-3。

表 7-1 验证单位及验证人员概况

序号	姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	参加分析工作年份	单位
1	杨文武	男	42	正高级工程师	环境监测	20	江苏省泰州环境监测中心
	张宗祥	男	45	高级工程师	应用化学	23	
	毛 慧	女	37	高级工程师	物理化学	12	
2	饶钦全	男	38	工程师	有机化学	12	浙江省台州生态环境监测中心
	蔡卫义	男	34	助工	生物工程	8	
	李 杨	男	29	/	生物工程	6	
3	葛红波	男	38	工程师	环境科学	13	湖北省生态环境监测中心站
	朱季红	女	31	工程师	微生物学	6	
	郭 丽	女	41	正高级工程师	环境科学	13	
4	朱明吉	男	40	正高级工程师	环境科学	14	重庆市生态环境监测中心
	蹇 川	男	48	高级工程师	应用化学	25	
	李文俊	男	35	高级工程师	环境科学	10	
	皮宁宁	女	38	高级工程师	遗传学	10	
	易 盼	男	30	助理工程师	环境艺术设计	7	
	周 权	男	30	助理工程师	环境艺术设计	7	
	陶友文	男	30	工程师	环境科学	7	
5	李申杰	男	43	高级工程师	分析化学	15	浙江省宁波生态环境监测中心
	陈荣枫	男	34	工程师	环境科学	9	
6	陈 彤	女	49	教授	环境工程	18	浙江大学
	陈 贝	女	31	工程师	分析化学	5	

表 7-2 验证单位样品前处理方式和仪器设备

序号	验证单位	前处理方式	质谱品牌及型号	色谱柱规格
1	江苏省泰州环境监测中心	液液萃取+索氏提取+样品自动净化系统	Thermo Fisher DFS	DB-5MS UI (60 m×0.25 mm×0.25 μm)
2	浙江省台州生态环境监测中心	液液萃取+索氏提取+多层硅胶净化+活性炭硅胶净化	Thermo Fisher DFS	BPX-DXN(60 m×0.25 mm×0.25 μm)
3	湖北省生态环境监测中心站	固相萃取和液液萃取+加压流体萃取+样品自动净化系统	Waters, autospec premier;	DB-5MS (60 m×0.25 mm×0.25 μm)
4	重庆市生态环境监测中心	固相萃取和液液萃取+索氏提取和加压流体萃取+样品自动净化系统	Waters, autospec premier;	DB-5MS (60 m×0.25 mm×0.25 μm)
5	浙江省宁波生态环境监测中心	固相萃取+索氏提取+样品自动净化系统	Waters autospec premier;	DB-5MS (60 m×0.25 mm×0.25 μm)
6	浙江大学	液液萃取+索氏提取+多层硅胶净化+活性炭硅胶净化	日本电子 JMS-800D	DB-5MS (60 m×0.25 mm×0.25 μm)

表 7-3 使用试剂及溶剂登记表

名称	厂家、规格	纯化处理方法
甲苯	JTBaker、天地、DUKSAN、韩国德山、MREDA、CNW，农残级	/
二氯甲烷	JTBaker、天地、DUKSAN、韩国德山、MREDA、CNW，农残级	/

续表

名称	厂家、规格	纯化处理方法
正己烷	JTBaker、天地、DUKSAN、韩国德山、MREDA、CNW，农残级	/
丙酮	JTBaker、天地、DUKSAN、CNW，农残级	/
壬烷	Alfa Aesar，农残级	/
甲醇	CNW，农残级	/
硫酸	JTBaker、科龙化工，优级纯	/
硅胶	默克、日本和光、日本关东化学，色谱纯	/
无水硫酸钠	默克、上海四有，CNW（农残级），分析纯	高温焙烧
石英砂	国药，分析纯	/
超纯水	Millipore 纯水机出水	/
注：/表示无此项内容。		

7.2 方法验证方案

7.2.1 方法检出限、测定下限的验证

本标准采用《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）附录 A.1.1 测定方法检出限。验证样品为低浓度空白加标样品，空白样品为正己烷洗净水，空白样品中均未检出目标化合物。《环境监测分析方法制订技术导则》（HJ 168-2020）中方法检出限是平行测定空白样品或空白加标，计算标准偏差而确定。因此，方法检出限与地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水类别无关，方法检出限高低与样品取样量相关。依据公式（1）估算 2,3,7,8-氯代二噁英类所需样品量为 1.7 L~12.5 L，因此，方法检出限空白样品量定为 10 L。空白样品中加标浓度分别为四氯代二噁英类浓度为 0.10 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类浓度为 0.50 pg/L，八氯代二噁英类浓度为 1.0 pg/L。17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类浓度约是预估检出限的 3 倍。每家实验室按照本标准的检测分析方法对该样品 7 次平行测定，对测定结果按照 HJ 168-2020 技术要求统计。以 6 家实验室室内检出限中最大值作为本方法的方法检出限，以 4 倍方法检出限为测定下限。

7.2.2 方法精密度

7.2.2.1 空白加标样品方法精密度

选用正己烷洗净水中添加 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类作为方法精密度的验证样品。添加不同量 2,3,7,8-氯代二噁英类标准物质，形成低、中、高 3 种不同浓度水平样品。按照本标准建立的方法体系进行样品萃取、提取、净化和仪器分析。由于低浓度样品测定数据同时用于方法检出限和测定下限的计算，每家实验室对低、中、高浓度水平样品平行测定 7 次，分别计算不同浓度水平样品平均值、标准偏差、相对标准偏差等各项参数。对各验证实验室的数据汇总分析，计算实验室间相对标准偏差、重复性限和再现性限。

7.2.2.2 实际样品方法精密度

实际样品中低、中、高 3 种浓度水平的二噁英类样品很难取得，标准编制组分别选用了 2,3,7,8-氯代二噁英类均低于方法检出限的地表水、工业废水（造纸废水）和海水作为样品基

质，分别添加不同量的 2,3,7,8-氯代二噁英类标准物质，形成低、中、高 3 种浓度水平的基质样品。按照标准建立的方法体系进行样品萃取、提取、净化和仪器分析。每家实验室分别对低、中、高 3 种浓度样品平行测定 7 次，分别计算不同浓度样品的平均值、标准偏差、相对标准偏差等各项参数；对各验证实验室的数据进行汇总分析，计算实验室间相对标准偏差、重复性限和再现性限。为保持加标样品数据统计的一致性，实际加标样品方法验证也平行测定 7 次。

选择有 2,3,7,8-氯代二噁英类检出的地表水和工业废水（造纸废水）2 种类别样品进行实际样品的精密度验证，2 种类别实际样品每家实验室平行测定 6 次，分别计算样品的平均值、标准偏差、相对标准偏差、加标回收率等各项参数，对各验证实验室的数据进行汇总分析，计算实验室间相对标准偏差、重复性限和再现性限。依据本实验室测定结果，造纸废水样品中二噁英类毒性当量浓度约 0.21 pg TEQ /L，地表水样品中二噁英类毒性当量浓度约 0.073 pg TEQ /L。

7.2.3 方法正确度

7.2.3.1 空白加标样品方法正确度

选用正己烷洗净水中添加 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类作为方法正确度的验证样品。添加不同量 2,3,7,8-氯代二噁英类标准物质，形成低、中、高 3 种不同浓度水平样品。按照标准建立的方法体系进行样品萃取、提取、净化和仪器分析。每家实验室对低、中、高 3 种浓度的样品平行测定 7 次，分别计算添加 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类回收率，对各验证实验室的数据汇总统计分析，计算加标回收率的均值及偏差。

7.2.3.2 实际样品方法正确度

筛选了 2,3,7,8-氯代二噁英类均低于方法检出限的地表水、工业废水和海水实际样品，分别添加不同量 2,3,7,8-氯代二噁英类标准物质，形成低、中、高 3 种浓度水平的环境基质样品。按照标准建立的方法体系进行样品提取、净化和仪器分析。每家实验室对低、中、高 3 种浓度的样品平行测定 7 次，计算添加 17 种二噁英类回收率；对各验证实验室的数据进行汇总统计分析，计算加标回收率的均值及偏差。

方法验证过程中实验室分析样品情况见表 7-4。

7.3 方法验证过程

筛选已通过《水质 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法》（HJ 77.1-2008）资质认定的单位作为验证单位，向验证单位提供方法草案、验证方案、标准溶液、验证样品和验证报告格式。验证单位按照方法草案准备实验用品，在规定时间内完成验证并反馈验证结果报告。在方法验证前，参加验证的操作人员已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。方法检出限、测定下限、精密度、正确度等方法特性指标均按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的相关规定进行验证测试。标准编制组对方法验证实验数据进行汇总，给出验证结论，具体的方法验证报告见附件一。

表 7-4 方法准确度验证检测分析样品数目汇总表

类别	浓度水平	样品数目		结果用途
		每家（个）	6 家实验室（个）	
空白加标	低	7	42	方法检出限和定量下限、准确度验证
	中	7	42	
	高	7	42	
地表水加标	低	7	42	
	中	7	42	
	高	7	42	
废水加标	低	7	42	
	中	7	42	
	高	7	42	
海水加标	低	7	42	
	中	7	42	
	高	7	42	
地表水样品		6	36	有 2,3,7,8-氯代二噁英类检出的实际样品准确度验证
废水样品		6	36	
小计		96	576	/

7.4 方法验证结论

7.4.1 方法的检出限及测定下限

本标准采用《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）附录 A.1.1 测定方法检出限，选用的空白样品中均未检出目标化合物，空白样品中目标化合物加标浓度分别为四氯代二噁英类浓度为 0.10 pg/L，五氯代～七氯代二噁英类浓度为 0.50 pg/L，八氯代二噁英类浓度为 1.0 pg/L。样品取样量为 10 L，定容体积为 20 μl 时，测定的 2,3,7,8-氯代二噁英类的方法检出限为 0.04 pg/L～0.4 pg/L，测定下限为 0.16 pg/L～1.6 pg/L，2,3,7,8-氯代二噁英类的方法检出限和测定下限见表 7-5。

本标准为多组分的分析方法，目标化合物为 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类。6 家验证实验室目标化合物的测定均值、计算出的 2,3,7,8-氯代二噁英类方法检出限、3 倍～5 倍方法检出限范围、1 倍～10 倍方法检出限范围见表 7-5。经验证，有 11 种目标化合物测定均值在计算出的方法检出限 3 倍～5 倍范围内，占总目标化合物的 65%；17 种目标化合物的测定均值都在计算出的方法检出限的 1 倍～10 倍范围内，符合《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）中多组分的分析方法检出限的相关要求。用于测定方法检出限的样品浓度选择比较合理。

本方法中仪器检出限的限值规定为四氯代、五氯代二噁英类 0.1 pg，六氯代、七氯代二噁英类 0.2 pg，八氯代二噁英类 0.5 pg。将仪器检出限的限值按照做方法检出限时取样体积（10.0 L）折算为质量浓度，四氯代、五氯代二噁英类质量浓度 0.01 pg/L，六氯代、七氯代二噁英类 0.02 pg/L，八氯代二噁英类 0.05 pg/L。方法检出限显著高于仪器检出限的折算质量浓度，约是折算质量浓度的 5 倍～10 倍。

表 7-5 方法的检出限和测定下限

单位: pg/L

序号	化合物简称	测定均值	检出限	3 倍~5 倍 检出限	1 倍~10 倍 检出限	检出限 (进位后)	测定下限
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.1	0.05	0.1~0.2	0.05~0.5	0.05	0.2
2	1,2,3,7,8-P ₃ CDF	0.5	0.21	0.6~1.1	0.2~2.1	0.3	1.2
3	2,3,4,7,8-P ₃ CDF	0.5	0.14	0.4~0.7	0.1~1.4	0.2	0.8
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.5	0.11	0.3~0.5	0.1~1.0	0.2	0.8
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.5	0.16	0.5~0.8	0.2~1.6	0.2	0.8
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.5	0.12	0.4~0.6	0.1~1.2	0.2	0.8
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.5	0.21	0.6~1.1	0.2~2.1	0.3	1.2
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.5	0.21	0.6~1.1	0.2~2.1	0.3	1.2
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.5	0.18	0.5~0.9	0.2~1.8	0.2	0.8
10	O ₈ CDF	0.9	0.22	0.7~1.1	0.2~2.2	0.3	1.2
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.1	0.04	0.1~0.2	0.04~0.4	0.04	0.16
12	1,2,3,7,8-P ₃ CDD	0.5	0.15	0.5~0.8	0.2~1.5	0.2	0.8
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.5	0.17	0.5~0.8	0.2~1.7	0.2	0.8
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.5	0.14	0.4~0.7	0.1~1.4	0.2	0.8
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.5	0.22	0.7~1.1	0.2~2.2	0.3	1.2
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.5	0.19	0.6~0.9	0.2~1.9	0.2	0.8
17	O ₈ CDD	1.0	0.40	1.2~2.0	0.4~4.0	0.4	1.6

7.4.2 方法精密度

7.4.2.1 空白加标样品精密度

6 家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L, 五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L, 八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L, 对应加标毒性当量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的空白样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类实验室内相对标准偏差分别为 2.3%~16%、3.2%~20%、1.5%~14%; 实验室间相对标准偏差分别为 7.3%~21%、7.9%~22%、5.4%~17%; 重复性限分别为 0.02 pg/L~0.23 pg/L、0.15 pg/L~1.4 pg/L、0.72 pg/L~8.6 pg/L; 再现性限分别为 0.04 pg/L~0.47 pg/L、0.26 pg/L~2.9 pg/L、1.8 pg/L~20 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度实验室内相对标准偏差分别为 2.3%~6.3%、3.9%~13%、2.0%~8.0%; 实验室间相对标准偏差分别为 9.5%、11%、8.9%; 重复性限分别为 0.11 pg TEQ/L、1.1 pg TEQ/L、7.1 pg TEQ/L; 再现性限分别为 0.27 pg TEQ/L、1.7 pg TEQ/L、13 pg TEQ/L。

7.4.2.2 地表水样品精密度

6 家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L, 五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L, 八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L, 对应加标毒性当量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的地表水样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类实验室内相对标准偏差分别为 3.2%~23%、3.8%~18%、1.8%~16%; 实验室间相对标准偏差分别为 5.8%~30%、6.6%~17%、5.0%~16%; 重复性限分别为 0.03 pg/L~0.29 pg/L、0.14 pg/L~1.3 pg/L、1.2 pg/L~12 pg/L; 再现

性限分别为 0.03 pg/L~0.66 pg/L、0.17 pg/L~2.3 pg/L、1.6 pg/L~21 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度实验室内相对标准偏差分别为 1.5%~4.4%、3.4%~5.4%、2.0%~5.3%；实验室间相对标准偏差分别为 7.3%、7.7%、7.3%；重复性限分别为 0.09 pg TEQ/L、0.60 pg TEQ/L、4.7 pg TEQ/L；再现性限分别为 0.23 pg TEQ/L、1.2 pg TEQ/L、11 pg TEQ/L。

6 家实验室分别对有 2 种 2,3,7,8-氯代二噁英类检出的地表水样品进行 6 次重复测定，实验室内相对标准偏差为 13%和 25%，实验室间相对标准偏差为 2.5%和 19%，重复性限为 0.25 pg/L 和 15 pg/L，再现性限为 0.32 pg/L 和 15 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度实验室内相对标准偏差为 10%~21%，实验室间相对标准偏差为 3.3%；重复性限为 0.02 pg TEQ/L，再现性限为 0.02 pg TEQ/L。

7.4.2.3 工业废水样品精密度

6 家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的工业废水样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英实验室内相对标准偏差分别为 2.6%~18%、4.7%~18%、3.0%~22%；实验室间相对标准偏差分别为 6.8%~12%、7.3%~12%、8.0%~17%；重复性限分别为 0.03 pg/L~0.25 pg/L、0.13 pg/L~1.2 pg/L、1.1 pg/L~11 pg/L；再现性限分别为 0.04 pg/L~0.26 pg/L、0.18 pg/L~1.3 pg/L、1.8 pg/L~18 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度的实验室内相对标准偏差分别为 1.9%~3.9%、3.0%~5.9%、2.9%~6.7%；实验室间相对标准偏差为 8.8%、9.0%、11%；重复性限为 0.08 pg TEQ/L、0.64 pg TEQ/L、6.7 pg TEQ/L；再现性限为 0.27 pg TEQ/L、1.3 pg TEQ/L、16 pg TEQ/L。

6 家实验室分别对有 7 种 2,3,7,8-氯代二噁英类检出的工业废水样品进行 6 次重复测定，实验室内相对标准偏差为 6.4%~40%，实验室间相对标准偏差为 10%~29%，重复性限为 0.09 pg/L~2.2 pg/L，再现性限为 0.11 pg/L~2.7 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度实验室内相对标准偏差为 12%~22%，实验室间相对标准偏差为 9.1%；重复性限为 0.11 pg TEQ/L，再现性限为 0.12 pg TEQ/L。

7.4.2.4 海水样品精密度

6 家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的海水样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类实验室内相对标准偏差分别为 2.9%~13%、1.9%~17%、3.4%~21%；实验室间相对标准偏差分别为 8.5%~14%、8.5%~15%、7.7%~18%；重复性限分别为 0.02 pg/L~0.18 pg/L、0.08 pg/L~0.85 pg/L、0.81 pg/L~11 pg/L；再现性限分别为 0.04 pg/L~0.28 pg/L、0.17 pg/L~1.6 pg/L、1.8 pg/L~21 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度实验室内相对标准偏差分别为 2.0%~4.4%、3.1%~8.0%、2.9%~6.2%；实验室间相对标准偏差分别为 12%、12%、10%；重复性限分别为 0.09 pg TEQ/L、0.63 pg TEQ/L、5.9 pg TEQ/L；再现性限分别为 0.33 pg TEQ/L、1.7 pg TEQ/L、14 pg TEQ/L。海水样品中 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类均低于检出限，方法验证过程中仅对海水加标进行验证。

7.4.3 方法正确度

7.4.3.1 空白加标样品正确度

6家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的空白样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类回收率范围分别为 55.1%~133%、53.9%~130%、57.1%~116%；加标回收率最终值分别为 $85.1\% \pm 30.6\%$ ~ $101\% \pm 14.6\%$ 、 $83.0\% \pm 36.6\%$ ~ $96.5\% \pm 36.1\%$ 、 $81.1\% \pm 26.8\%$ ~ $93.8\% \pm 10.2\%$ 。二噁英类毒性质量浓度当量的加标回收率范围分别为 87.3%~110%、79.8%~110%、82.3%~105%；加标回收率最终值分别为 $95.3\% \pm 18.0\%$ 、 $93.4\% \pm 19.6\%$ 、 $92.6\% \pm 16.6\%$ 。

7.4.3.2 地表水样品正确度

6家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的地表水样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类加标回收率范围分别为 60.4%~124%、59.5%~111%、66.4%~122%；加标回收率最终值分别为 $68.8\% \pm 8.0\%$ ~ $104\% \pm 28.3\%$ 、 $73.8\% \pm 14.7\%$ ~ $99.0\% \pm 16.9\%$ 、 $76.1\% \pm 10.0\%$ ~ $101\% \pm 22.3\%$ 。二噁英类毒性当量质量浓度的加标回收率范围分别为 89.2%~112%、82.8%~105%、85%~105%；加标回收率最终值分别为 $101\% \pm 14.8\%$ 、 $94.3\% \pm 14.6\%$ 、 $93.8\% \pm 12.8\%$ 。

7.4.3.3 工业废水样品正确度

6家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的工业废水样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类加标回收率范围分别为 51.8%~124%、51.9%~117%、55.6%~125%；加标回收率最终值分别为 $56.6\% \pm 11.4\%$ ~ $107\% \pm 19.0\%$ 、 $64.8\% \pm 11.5\%$ ~ $99.4\% \pm 17.4\%$ 、 $73.2\% \pm 21.8\%$ ~ $97.5\% \pm 34.0\%$ 。二噁英类毒性当量质量浓度的加标回收率范围分别为 87.6%~116%、83.1%~110%、79.0%~110%；加标回收率最终值分别为 $103\% \pm 18.2\%$ 、 $96.2\% \pm 17.2\%$ 、 $93.0\% \pm 19.9\%$ 。

7.4.3.4 海水样品正确度

6家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的海水加标样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类加标回收率范围分别为 50.8%~124%、54.4%~121%、58.0%~115%；加标回收率最终值分别为 $66.2\% \pm 16.0\%$ ~ $104\% \pm 21.5\%$ 、 $69.8\% \pm 14.3\%$ ~ $98.2\% \pm 23.3\%$ 、 $77.5\% \pm 27.7\%$ ~ $95.3\% \pm 22.9\%$ 。二噁英类毒性当量质量浓度的加标回收率范围分别为 78.3%~113%、72.6%~107%、74.5%~107%；加标回收率最终值分别为

98.9%±22.7%、92.9%±22.6%、92.4%±20.9%。

7.4.4 质控措施确认

样品取样量为 10 L，定容体积为 20 µl 时，本标准测定的 2,3,7,8-氯代二噁英类的方法检出限为 0.04 pg/L~0.4 pg/L，以方法检出限 1/2 计算毒性当量质量浓度为 0.21 pg TEQ/L。17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类的方法检出限均小于 0.5 pg/L，以方法检出限 1/2 计算毒性当量质量浓度小于 0.25 pg TEQ/L，均符合方法性能指标的要求。

通过比较空白加标和样品加标精密度分析结果，发现不同水质类别之间样品相对偏差不存在显著区别，说明不同类别水质的基质影响比较小。由于水质中二噁英类样品浓度低，样品前处理过程步骤多和仪器性能要求高，影响分析结果精度的因素主要是样品处理和分析过程。

6 家验证实验室平行测定验证样品的检测结果中 2,3,7,8-氯代二噁英类实验室内相对标准偏差为 1.5%~40%，实验室间相对标准偏差为 2.5%~30%，二噁英类毒性当量质量浓度实验室内和室间偏差范围为 1.5%~22%。平行样之间毒性当量浓度相对偏差均小于 30%。样品中二噁英类浓度很低，多数 2,3,7,8-氯代二噁英类测定结果低于检测限，无法开展平行性评价。因此修订文本中规定只有当 2,3,7,8-氯代二噁英类的测定结果大于方法测定下限时，才开展平行样品之间检测结果评判，平行样之间的相对偏差绝对值不大于 40%。

6 家验证实验室分析结果中 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类加标样品实测质量浓度的回收率范围为 51.1%~133%，二噁英类毒性当量质量浓度加标样品回收率范围为 72.6%~116%。均在质量保证和质量控制章节（5.12.8）给出相应范围内。为保证修订文本广泛性，2,3,7,8-氯代二噁英类加标样品实测质量浓度的回收率范围规定为 50%~150%，二噁英类毒性当量质量浓度加标样品回收率范围规定为 70%~130%。

6 家验证实验室提取内标回收率的范围汇总情况见表 7-6。均在原标准 HJ 77.1-2008 中给出的同位素提取内标回收率参考范围（表 5-29）内。在满足原标准提取内标回收率控制要求前提下，为保证修订文本广泛性，对统计结果进行了适当调整。修订标准文本中以调整后的范围为提取内标回收率参考范围。与 HJ 77.1-2008 比较，修订后提取内标回收率范围的上限值均低于原限值，下限值中 ¹³C₁₂-1,2,3,4,7,8-H₆CDF、¹³C₁₂-1,2,3,4,7,8-H₆CDD 与原标准保持一致，其它化合物下限值均高于原限值。

表 7-6 验证实验室提取内标回收率的范围汇总

序号	提取内标	回收率范围	
		统计结果（%）	调整后（%）
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	35~148	30~150
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	33~140	30~145
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	32~128	30~130
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	32~131	32~135
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	34~129	30~130
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	34~133	30~135
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	35~130	30~135
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	32~134	30~140
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	32~134	30~140

续表

序号	提取内标	回收率范围	
		统计结果 (%)	调整后 (%)
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	35~132	30~135
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	35~137	30~140
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	32~127	32~130
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	35~127	30~130
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	33~137	30~140
15	¹³ C ₁₂ - O ₈ CDD	22~135	20~140

8 与开题报告差异说明

无。

9 标准征求意见稿技术审查情况

2023 年 4 月 7 日，生态环境部生态环境监测司主持召开了标准征求意见稿技术审查会（视频会）。专家组听取了标准主编单位所作的标准文本和编制说明的内容介绍，经质询、讨论，形成以下审查意见：

- 一、标准主编单位提供的材料齐全、内容完整；
- 二、标准主编单位对国内外方法标准及文献进行了充分调研；
- 三、标准定位准确，技术路线合理可行，方法验证内容完善。

专家组通过该标准征求意见稿的技术审查。建议按照以下意见修改完善后，提请公开征求意见：

1、标准文本进一步明确适用范围，调整术语和定义，凝练方法原理的表述，明确内标回收率的控制要求，完善标准曲线测定频次的要求，确认样品保存时间，完善规范性附录的修改；

2、编制说明根据标准文本同步更新；

3、按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）对标准文本和编制说明进行编辑性修改。

会后，编制组根据标准征求意见稿技术审查会专家意见，逐条进行了修改完善。对标准适用范围进行了明确，对标准方法原理进行了总结凝练，明确了内标物回收率范围的控制要求，对标准曲线测定频次要求及样品保存时间进行了完善和确认，毒性当量因子的附表由资料性附录变更为规范性附录。按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）的技术要求，对标准文本和编制说明进一步修改。

10 标准征求意见情况

2023 年 11 月，生态环境部办公厅公布了《关于公开征求<水质 17 种杂环类农药的测

定 高效液相色谱法（征求意见稿）>等 7 项国家生态环境标准意见的通知》（环办标征函（2023）25 号），征求了自然资源部以及生态环境部相关直属单位和地方生态环境部门的意见，并面向社会公开征求意见。征求意见单位 219 家，复函单位 55 家，复函提出意见单位 12 家，73 条意见，采纳及原则采纳 62 条，占 85%；未采纳 11 条，占 15%。国家生态环境标准征求意见情况汇总处理情况见附表二。

在 12 家复函提出意见的单位中，3 家单位提出水质二噁英类样品分析过程中已采取了空白、平行样、提取内标回收率等质量控制措施，能保证分析质量，再选用基体加标质控措施，大幅增加了分析成本和工作量，质量控制效果与提取内标回收率重复，建议删除基体加标质量控制措施。因此，编制组在送审稿文本中把基体加标变更为推荐性的质量控制措施。

11 标准送审稿技术审查情况

2025 年 3 月 25 日，生态环境部生态环境监测司组织召开了标准送审稿的技术审查会。专家组听取了标准主编单位关于标准送审稿的主要技术内容、编制工作过程、征求意见及对征集意见的处理情况的汇报，经质询、讨论，形成如下审议意见：

- 一、标准主编单位提供的材料齐全、内容完整、格式规范；
- 二、制订的标准具有科学性、适用性和可操作性，能满足水中二噁英类的测定需要；
- 三、标准主编单位对征集意见的回复意见处理较恰当、合理。

专家组通过该标准的审议，提出的修改意见和建议如下：

- 1. 标准文本中补充液液萃取中二氯甲烷的使用体积要求，完善方法原理、提取液合并条款、注意事项和附录 C 中毒性当量因子的相关内容；
- 2. 编制说明按照标准文本同步进行修改，完善对征求意见的回复；
- 3. 按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）对标准文本和编制说明进行编辑性修改。

12 标准实施建议

本标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中二噁英类的测定。

13 参考文献

- [1] Alcock R E, Jones K C. Dioxins in the environment: a review of trend data [J]. Environ Sci Techol, 1996, 30: 3111-3143.
- [2] Seija Sinkkonen, Jaakko Paasivirta. Degradation half-life times of PCDDs, PCDFs and PCBs for environmental fate modeling[J]. Chemosphere, 2000, 40:943-949.
- [3] 穆乃花.生活垃圾焚烧厂周围环境介质中二噁英分布规律及健康风险研究[D].兰州交通大学,2014.
- [4] 苏珊珊.二噁英环境多介质分布、焚烧释放及风险控制研究[D].华中科技大学,2012.
- [5] US Environmental Protection Agency. Health assessment for 2,3,7,8-TCDD and related compounds. Public review draft, EPA/600/EP-92/001. Washington DC: Office of Research and Development, 1994.

- [6] US Environmental Protection Agency. Estimating exposure to PCDD/F-like compounds, vol.1-II Review draft, EPA/600/6-88/005Ca,b,c. Washington DC:Office of Research and Development, National Center for Environmental Assessment, 1994.
- [7] International Agency for Research on Cancer IARC. Monographs on the evaluation of carcinogenic risks to humans:Polychlorinated dibenzo-para-dioxins and poly-chlorinated dibenzofurans. France: Lyon Press, 1997.
- [8] Abraham Brouwer, Ulf G. Ahlborg, F.X. Rolaf van Leeuwen, M. Mark Feeley. Report of the who working group on the assessment of health risks for human infants from exposure to PCDDS, PCDFS and PCBS[J]. Chemosphere, 1998, 37(9-12):1627-1643.
- [9] G. Andreas Moser , McLachlan S. McLachlan.The influence of dietary concentration on the absorption and excretion of persistent lipophilic organic pollutants in the human intestinal tract[J]. Chemosphere, 2001, 45(2):201-211.
- [10] Jacobson J L , Jacobson S W .Intellectual impairment in children exposed to polychlorinated biphenyls in utero[J].New England Journal of Medicine, 1996, 335(11):783-789.
- [11] Michael DeVito, Bas Bokkers, Majorie B.M. van Duursen et al . The 2022 world health organization reevaluation of human and mammalian toxic equivalency factors for polychlorinated dioxins,dibenzofurans and biphenyls [J]. Regulatory Toxicology and Pharmacology.2024(146):105525
- [12] Canadian Environmental Quality guidelines[J].Government of Canada Public Works & Government Services Canada, 2002.
- [13] UNEP Chemicals. Dioxin and furan inventories: National and regional emissions of PCDD/PCDF. Geneva: UNEP Chemicals, 1999, 22-23.
- [14] 日本环境省 二噁英类对策特别措施法 [R].1999.
- [15] US Environmental Protection Agency. EPA Method 1613B Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS[S].US EPA, 1994.
- [16] US Environmental Protection Agency. EPA Method 23A Determination of polychlorinated dibenzo-p-dioxins and polychlorinated dibenzofurans from municipal waste combustors[S].US EPA, 1996.
- [17] US Environmental Protection Agency. EPA Method TO-9A Determination of polychlorinated, polybrominatedand brominated/chlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans in ambient airs[S].US EPA, 1999.
- [18] US Environmental Protection Agency. EPA Method 8280B Polychlorinated dibenzo-p-dioxins (PCDDs) and polychlorinated dibenzofurans (PCDFs) by high-resolution gas chromatography/Low-resolution mass spectrometry (HRGC/LRMS)[S].US EPA, 2007.
- [19] US Environmental Protection Agency. EPA Method 8290A Polychlorinated dibenzo-p-dioxins (PCDDs) and polychlorinated dibenzofurans (PCDFs) by high-resolution gas chromatography/High-resolution mass spectrometry (HRGC/HRMS)[S].US EPA, 2007.
- [20] US Environmental Protection Agency. EPA Method 613. Methods organic chemical analysis

- industrial waste water-2,3,7,8-tetrachloro dibenzo-p-dioxin[S].US EPA, 1984.
- [21] European Union, European Standard EN 1948-3 Stationary source Emissions -determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs Part 3:Identification and quantification of PCDDs/PCDFs[S]EU,2010
- [22] Japanese Industrial Standard. JIS K0311.Method determination of tetra-through octachlorodibenzo-p dioxins, tetra-through octachlorodibenzofurans and dioxin-like polychlorinatedbiphenyls in stationary source emissions[S].JIS K, 2020.
- [23] Japanese Industrial Standard. JIS K0312 Method determination of tetra-through octachlorodibenzo-p dioxins, tetra-through octachlorodibenzofurans and dioxin-like polychlorinatedbiphenyls in industrial water and waste water[S].JIS K, 2020.
- [24] BS ISO.ISO 16000-14. Indoor air - Part 14: Determination of total (gas and particle-phase) polychlorinated dioxin-like biphenyls (PCBs) and polychlorinated dibenzo-p-dioxins/ dibenzofurans (PCDDs/PCDFs) -Extraction, clean-up and analysis by high-resolution gas chromatography and mass spectrometry[S]. ISO, 2009.
- [25] BS ISO. ISO 18073. Water quality - Determination of tetra-to octa-chlorinated dioxins and furans - Method using isotope dilution HRGC/HRMS[S]. ISO, 2004.
- [26] BS ISO. ISO 13914. Soil quality.Determination of dioxins and furans and dioxin-like polychlorinated biphenyls by gas chromatography with high-resolution mass selective detection (GC/HRMS) [S]. ISO, 2013.
- [27] US Environmental Protection Agency.EPA 4025.Screening for polychlorinated dibenzo-p-dioxins and polychlorinated dibenzofurans(PCDD/Fs) by immunoassay[S].US EPA, 2014.
- [28] US Environmental Protection Agency.EPA 4425. Screening extracts of environmental samples for planar organic compounds(PAHs, PCBs, PCDDs/PCDFs)by a reporter gene on a human cell line[S].US EPA, 2007.
- [29] US Environmental Protection Agency.EPA 4435. Screening for dioxin-like chemical activity in soils and sediments using the calux bioassay and toxic equivalents (TEQs) determinations[S].US EPA, 2014.
- [30] Japanese Industrial Standard. JIS K0463. Guidelines for reporter gene assay binding on arylhydrocarbon receptor-Assay of Dioxins in an Ah Receptor[S]. JIS K,2009.
- [31] 李翔,刘汉霞,李礼,张垚,孙毅之,仲维科,陈彦长,王大宁.加速溶剂萃取-FMS 净化-高分辨气相色谱-高分辨质谱(HRGC-HRMS)定量测定鱼组织中二噁英类多氯联苯[J].分析测试学报,2007(S1):269-271+274.
- [32] 任明忠,张漫雯,张素坤,宁慧平,海景. 一种纯化环境基质萃取液中二恶英类物质的方法 [P], 中国, ZL201110396419.X, 2015-10-21.
- [33] 张素坤,宁慧平,任明忠,张漫雯,海景.一段法纯化环境基质萃取液中二恶英类物质的方法及装置[P] 中国, ZL201110396685.2. 2014-06-04.
- [34] Kanan Sofian, Samara Fatin. Dioxins and furans:A review from chemical and environmental perspectives[J]. Trends in Environmental Analytical Chemistry, 2018, 17: 1-13.

- [35] 高丹,刘劲松,朱国华,巩宏平,周欣,王玲,莫卫民,李霁菲.同位素稀释/高分辨气相色谱-质谱联用同时测定空气中二噁英、多氯联苯、多溴联苯醚和溴代二噁英[J].分析化学,2013,41(12):1862-1868.
- [36] 朱国华,巩宏平,邵科,高丹,周欣,王玲,刘劲松.高分辨气相色谱-质谱法同时测定土壤及沉积物中二噁英、溴代二噁英、多氯联苯和多溴联苯醚[J].环境化学,2014,33(01):74-80.

方法验证报告

方法名称： 水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨

气相色谱-高分辨质谱法

项目承担单位： 浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心

验证单位： 江苏省泰州环境监测中心、浙江省台州生态环境监测中心、湖北省生态环境监测中心站、重庆市生态环境监测中心、浙江省宁波生态环境监测中心、浙江大学

项目负责人及职称： 巩宏平 高级工程师

通讯地址： 杭州市西湖区学院路 117 号 电话： 0571-89975390

报告编写人及职称： 巩宏平 高级工程师

报告日期： 2021 年 12 月 20 日

1 原始测试数据

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的规定，组织 6 家有二噁英类检测资质的单位进行方法验证，本方法的 6 家验证单位依次为：1-江苏省泰州环境监测中心；2-浙江省台州生态环境监测中心；3-湖北省生态环境监测中心站；4-重庆市生态环境监测中心；5-浙江省宁波生态环境监测中心；6-浙江大学。

1.1 实验室基本情况

表 1-1 验证单位及验证人员概况

序号	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	单位
1	杨文武	男	42	正高级工程师	环境监测	20	江苏省泰州环境 监测中心
	张宗祥	男	45	高级工程师	应用化学	23	
	毛 慧	女	37	高级工程师	物理化学	12	
2	饶钦全	男	38	工程师	有机化学	12	浙江省台州生态 环境监测中心
	蔡卫义	男	34	助工	生物工程	8	
	李 杨	男	29	/	生物工程	6	
3	葛红波	男	38	工程师	环境科学	13	湖北省生态环境 监测中心站
	朱季红	女	31	工程师	微生物学	6	
	郭 丽	女	41	正高级工程师	环境科学	13	
4	朱明吉	男	40	正高级工程师	环境科学	14	重庆市生态环境 监测中心
	蹇 川	男	48	高级工程师	应用化学	25	
	李文俊	男	35	高级工程师	环境科学	10	
	皮宁宁	女	38	高级工程师	遗传学	10	
	易 盼	男	30	助理工程师	环境艺术设计	7	
	周 权	男	30	助理工程师	环境艺术设计	7	
	陶友文	男	30	工程师	环境科学	7	
5	李申杰	男	43	高级工程师	分析化学	15	浙江省宁波生态 环境监测中心
	陈荣枫	男	34	工程师	环境科学	9	
6	陈 彤	女	49	教授	环境工程	18	浙江大学
	陈 贝	女	31	工程师	分析化学	5	

表 1-2 验证单位样品前处理方式和仪器设备

序号	验证单位	前处理方式	质谱品牌及型号	色谱柱规格
1	江苏省泰州环境监 测中心	液液萃取+索氏提取+全自 动净化系统	Thermo Fisher DFS	DB-5MSUI (60 m×0.25 mm× 0.25 μm)
2	浙江省台州生态环 境监测中心	液液萃取+索氏提取+多层 硅胶净化+活性炭硅胶净化	Thermo Fisher DFS	BPX-DXN (60 m×0.25 mm× 0.25 μm)
3	湖北省生态环境监 测中心站	固相萃取和液液萃取+加压 流体萃取+全自动净化系统	Waters, autospec premier;	DB-5MS (60 m×0.25 mm× 0.25 μm)
4	重庆市生态环境监 测中心	固相萃取和液液萃取+索氏 提取和加压流体萃取+全自	Waters, autospec premier;	DB-5MS (60 m×0.25 mm×

序号	验证单位	前处理方式	质谱品牌及型号	色谱柱规格
		自动净化系统		0.25 μm)
5	浙江省宁波生态环境监测中心	固相萃取+索氏提取+全自动净化系统	Waters autospec premier;	DB-5MS (60 m×0.25 mm× 0.25 μm)
6	浙江大学	液液萃取+索氏提取+多层硅胶净化+活性炭硅胶净化	日本电子 JMS-800D	DB-5MS (60 m×0.25 mm× 0.25 μm)

表 1-3 使用试剂及溶剂登记表

名称	厂家、规格	纯化处理方法
甲苯	JTBaker、天地、DUKSAN、韩国德山、MREDA、CNW，农残级	/
二氯甲烷	JTBaker、天地、DUKSAN、韩国德山、MREDA、CNW，农残级	/
正己烷	JTBaker、天地、DUKSAN、韩国德山、MREDA、CNW，农残级	/
丙酮	JTBaker、天地、DUKSAN、CNW，农残级	/
壬烷	Alfa Aesar，农残级	/
甲醇	CNW，农残级	/
硫酸	JTBaker、科龙化工，优级纯	/
硅胶	默克、日本和光、日本关东化学，色谱纯	/
无水硫酸钠	默克、上海四有，CNW（农残级），分析纯	高温焙烧
石英砂	国药，分析纯	/
超纯水	Millipore 纯水机出水	/
注：/表示无此项内容。		

1.2 方法检出限、测定下限测试数据

按照 HJ 168-2020 的方法检出限和测定下限确定方法，6 家实验室按照《水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高辨质谱法》验证方案测定目标化合物的方法检出限，测试数据见表 1-4～表 1-9。

表 1-4 实验室 1 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	化合物简称	实验室 1 测定结果 (pg/L)							平均值 (pg/L)	标准偏差 (pg/L)	<i>t</i> 值	检出限 (pg/L)	测定下限 (pg/L)
		1	2	3	4	5	6	7					
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.08	0.10	0.10	0.09	0.11	0.11	0.08	0.10	0.011	3.143	0.03	0.14
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.47	0.50	0.54	0.52	0.50	0.49	0.55	0.50	0.027	3.143	0.08	0.34
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.47	0.55	0.55	0.56	0.50	0.56	0.51	0.53	0.035	3.143	0.11	0.44
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.47	0.57	0.55	0.54	0.57	0.52	0.57	0.54	0.036	3.143	0.11	0.45
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.51	0.55	0.58	0.45	0.60	0.48	0.57	0.53	0.054	3.143	0.17	0.68
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.49	0.56	0.51	0.51	0.59	0.51	0.54	0.53	0.037	3.143	0.12	0.47
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.51	0.56	0.55	0.55	0.58	0.43	0.42	0.53	0.064	3.143	0.20	0.80
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.52	0.54	0.56	0.52	0.59	0.51	0.53	0.54	0.030	3.143	0.09	0.37
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.44	0.59	0.55	0.48	0.55	0.45	0.50	0.51	0.056	3.143	0.18	0.70
10	O ₈ CDF	0.92	0.98	0.93	0.85	1.0	0.95	0.89	0.95	0.059	3.143	0.19	0.74
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.077	0.11	0.094	0.100	0.086	0.089	0.078	0.09	0.012	3.143	0.04	0.15
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.46	0.54	0.53	0.54	0.45	0.52	0.53	0.51	0.036	3.143	0.11	0.46
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.57	0.54	0.64	0.56	0.52	0.51	0.56	0.56	0.043	3.143	0.14	0.55
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.46	0.60	0.53	0.54	0.53	0.45	0.54	0.52	0.052	3.143	0.16	0.66
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.49	0.46	0.51	0.41	0.53	0.41	0.48	0.47	0.046	3.143	0.15	0.58
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.43	0.52	0.48	0.48	0.61	0.51	0.44	0.51	0.060	3.143	0.19	0.75
17	O ₈ CDD	0.91	0.98	1.2	1.1	1.2	1.1	1.1	1.07	0.099	3.143	0.31	1.24

表 1-5 实验室 2 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：浙江省台州生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	实验室 2 测定结果 (pg/L)							平均值 (pg/L)	标准偏差 (pg/L)	<i>t</i> 值	检出限 (pg/L)	测定下限 (pg/L)
		1	2	3	4	5	6	7					
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.09	0.09	0.10	0.09	0.11	0.11	0.10	0.10	0.008	3.143	0.03	0.10
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.40	0.44	0.48	0.51	0.45	0.42	0.43	0.45	0.038	3.143	0.12	0.48
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.41	0.48	0.43	0.46	0.47	0.44	0.45	0.45	0.026	3.143	0.08	0.36
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.47	0.47	0.50	0.44	0.45	0.49	0.47	0.47	0.025	3.143	0.08	0.32
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.42	0.47	0.48	0.45	0.44	0.42	0.45	0.45	0.025	3.143	0.08	0.32
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.40	0.52	0.46	0.47	0.43	0.43	0.46	0.45	0.038	3.143	0.12	0.48
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.47	0.48	0.48	0.45	0.49	0.47	0.52	0.47	0.014	3.143	0.05	0.20
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.44	0.47	0.50	0.47	0.44	0.49	0.48	0.47	0.024	3.143	0.08	0.32
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.47	0.47	0.45	0.47	0.44	0.45	0.45	0.46	0.014	3.143	0.04	0.20
10	O ₈ CDF	0.86	0.97	1.00	0.87	0.82	0.83	0.73	0.89	0.076	3.143	0.24	0.96
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.09	0.09	0.09	0.10	0.08	0.08	0.10	0.09	0.006	3.143	0.02	0.08
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.40	0.48	0.48	0.40	0.51	0.49	0.44	0.46	0.046	3.143	0.15	0.60
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.46	0.46	0.47	0.48	0.47	0.44	0.53	0.46	0.013	3.143	0.04	0.20
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.47	0.49	0.39	0.45	0.52	0.42	0.45	0.46	0.045	3.143	0.14	0.60
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.46	0.49	0.45	0.49	0.47	0.44	0.49	0.47	0.021	3.143	0.07	0.28
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.45	0.55	0.48	0.45	0.43	0.50	0.48	0.48	0.042	3.143	0.13	0.56
17	O ₈ CDD	1.06	0.93	0.99	0.93	0.91	0.84	0.96	0.94	0.076	3.143	0.24	0.96

表 1-6 实验室 3 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：湖北省生态环境监测中心站

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	实验室 3 测定结果 (pg/L)							平均值 (pg/L)	标准偏差 (pg/L)	t 值	检出限 (pg/L)	测定下限 (pg/L)
		1	2	3	4	5	6	7					
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.10	0.10	0.08	0.08	0.08	0.07	0.09	0.012	3.143	0.04	0.15
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.47	0.44	0.42	0.43	0.37	0.41	0.43	0.42	0.034	3.143	0.11	0.43
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.54	0.42	0.41	0.41	0.43	0.42	0.43	0.44	0.051	3.143	0.16	0.64
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.45	0.49	0.46	0.46	0.44	0.40	0.46	0.45	0.029	3.143	0.09	0.36
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.47	0.49	0.43	0.42	0.44	0.43	0.50	0.45	0.027	3.143	0.09	0.34
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.52	0.48	0.49	0.47	0.43	0.46	0.44	0.48	0.030	3.143	0.09	0.37
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.57	0.50	0.38	0.48	0.47	0.49	0.46	0.48	0.064	3.143	0.20	0.80
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.46	0.48	0.41	0.48	0.49	0.40	0.48	0.45	0.038	3.143	0.12	0.48
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.56	0.55	0.43	0.55	0.45	0.43	0.48	0.50	0.065	3.143	0.20	0.82
10	O ₈ CDF	0.87	0.89	0.78	0.93	0.84	0.83	0.85	0.86	0.053	3.143	0.17	0.67
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.09	0.09	0.10	0.09	0.08	0.08	0.08	0.09	0.008	3.143	0.02	0.10
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.48	0.45	0.38	0.38	0.40	0.37	0.45	0.41	0.044	3.143	0.14	0.55
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.45	0.47	0.45	0.49	0.36	0.37	0.37	0.43	0.053	3.143	0.17	0.67
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.44	0.47	0.40	0.43	0.40	0.42	0.43	0.43	0.027	3.143	0.09	0.34
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.44	0.42	0.38	0.37	0.41	0.37	0.42	0.046	3.143	0.15	0.58
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.49	0.51	0.43	0.48	0.40	0.47	0.45	0.47	0.041	3.143	0.13	0.51
17	O ₈ CDD	0.99	0.96	0.76	1.14	0.87	0.89	0.90	0.93	0.128	3.143	0.40	1.62

表 1-7 实验室 4 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	化合物简称	实验室 4 测定结果 (pg/L)							平均值 (pg/L)	标准偏差 (pg/L)	t 值	检出限 (pg/L)	测定下限 (pg/L)
		1	2	3	4	5	6	7					
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.11	0.08	0.09	0.08	0.10	0.10	0.12	0.10	0.013	3.143	0.04	0.17
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.57	0.53	0.59	0.37	0.48	0.49	0.49	0.50	0.079	3.143	0.25	0.99
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.47	0.43	0.39	0.43	0.39	0.43	0.39	0.42	0.030	3.143	0.09	0.37
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.41	0.45	0.40	0.44	0.44	0.38	0.47	0.42	0.027	3.143	0.09	0.34
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.45	0.49	0.36	0.44	0.39	0.39	0.44	0.42	0.048	3.143	0.15	0.61
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.43	0.50	0.45	0.43	0.43	0.41	0.41	0.44	0.030	3.143	0.09	0.38
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.45	0.59	0.46	0.47	0.38	0.38	0.37	0.46	0.076	3.143	0.24	0.96
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.46	0.60	0.49	0.49	0.63	0.53	0.45	0.53	0.067	3.143	0.21	0.85
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.41	0.43	0.45	0.45	0.51	0.43	0.44	0.45	0.034	3.143	0.11	0.43
10	O ₈ CDF	0.90	0.92	0.97	0.84	0.94	0.68	1.20	0.87	0.103	3.143	0.32	1.29
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.07	0.09	0.10	0.08	0.07	0.06	0.09	0.08	0.014	3.143	0.04	0.18
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.41	0.52	0.46	0.40	0.40	0.49	0.55	0.45	0.052	3.143	0.16	0.65
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.49	0.41	0.48	0.36	0.48	0.43	0.47	0.44	0.053	3.143	0.17	0.67
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.44	0.50	0.40	0.40	0.39	0.47	0.38	0.43	0.045	3.143	0.14	0.57
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.46	0.58	0.46	0.37	0.44	0.51	0.43	0.47	0.072	3.143	0.23	0.90
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.38	0.49	0.39	0.40	0.42	0.49	0.40	0.43	0.049	3.143	0.15	0.61
17	O ₈ CDD	0.86	0.89	0.84	0.87	1.14	0.91	1.03	0.92	0.111	3.143	0.35	1.40

表 1-8 实验室 5 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：浙江省宁波生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	实验室 5 测定结果 (pg/L)							平均值 (pg/L)	标准偏差 (pg/L)	t 值	检出限 (pg/L)	测定下限 (pg/L)
		1	2	3	4	5	6	7					
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.11	0.08	0.10	0.12	0.12	0.08	0.10	0.016	3.143	0.05	0.20
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.47	0.47	0.44	0.49	0.47	0.45	0.43	0.46	0.015	3.143	0.05	0.19
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.47	0.54	0.43	0.45	0.45	0.43	0.41	0.46	0.042	3.143	0.13	0.53
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.46	0.49	0.44	0.48	0.45	0.50	0.50	0.47	0.023	3.143	0.07	0.29
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.48	0.52	0.46	0.47	0.47	0.48	0.48	0.48	0.023	3.143	0.07	0.29
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.54	0.54	0.50	0.47	0.47	0.46	0.45	0.50	0.036	3.143	0.11	0.45
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.47	0.48	0.47	0.45	0.45	0.48	0.47	0.47	0.013	3.143	0.04	0.16
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.48	0.51	0.49	0.44	0.50	0.49	0.53	0.49	0.025	3.143	0.08	0.32
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.52	0.47	0.45	0.54	0.47	0.48	0.48	0.49	0.033	3.143	0.10	0.42
10	O ₈ CDF	0.64	0.61	0.59	0.53	0.50	0.52	0.48	0.56	0.057	3.143	0.18	0.71
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.09	0.08	0.07	0.09	0.09	0.09	0.09	0.010	3.143	0.03	0.12
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.39	0.42	0.48	0.46	0.46	0.44	0.46	0.44	0.033	3.143	0.10	0.41
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.48	0.48	0.44	0.44	0.49	0.49	0.47	0.47	0.023	3.143	0.07	0.28
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.53	0.48	0.45	0.54	0.49	0.47	0.49	0.49	0.036	3.143	0.11	0.45
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.49	0.54	0.50	0.54	0.47	0.52	0.45	0.51	0.029	3.143	0.09	0.36
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.47	0.50	0.48	0.51	0.49	0.48	0.48	0.49	0.015	3.143	0.05	0.19
17	O ₈ CDD	0.89	0.97	0.94	0.87	0.91	0.94	1.09	0.92	0.037	3.143	0.12	0.47

表 1-9 实验室 6 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	实验室 6 测定结果 (pg/L)							平均值 (pg/L)	标准偏差 (pg/L)	t 值	检出限 (pg/L)	测定下限 (pg/L)
		1	2	3	4	5	6	7					
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.11	0.14	0.10	0.13	0.11	0.13	0.12	0.016	3.143	0.05	0.20
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.49	0.53	0.56	0.48	0.57	0.49	0.47	0.52	0.039	3.143	0.12	0.49
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.48	0.55	0.56	0.52	0.53	0.51	0.50	0.53	0.029	3.143	0.09	0.37
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.51	0.57	0.53	0.54	0.49	0.49	0.53	0.52	0.030	3.143	0.09	0.37
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.51	0.52	0.58	0.56	0.54	0.52	0.51	0.54	0.027	3.143	0.09	0.34
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.58	0.58	0.53	0.58	0.52	0.56	0.55	0.036	3.143	0.11	0.45
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.52	0.58	0.57	0.54	0.57	0.51	0.56	0.55	0.027	3.143	0.09	0.34
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.52	0.59	0.56	0.52	0.59	0.52	0.52	0.55	0.036	3.143	0.11	0.45
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.58	0.62	0.62	0.57	0.57	0.62	0.62	0.60	0.025	3.143	0.08	0.31
10	O ₈ CDF	0.98	0.93	0.94	0.95	1.06	0.99	0.96	0.97	0.048	3.143	0.15	0.60
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.13	0.13	0.14	0.14	0.14	0.13	0.13	0.13	0.006	3.143	0.02	0.08
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.51	0.51	0.53	0.54	0.59	0.53	0.57	0.54	0.029	3.143	0.09	0.36
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.51	0.52	0.56	0.52	0.54	0.51	0.52	0.53	0.020	3.143	0.06	0.26
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.53	0.60	0.56	0.55	0.58	0.48	0.55	0.038	3.143	0.12	0.47
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.48	0.51	0.52	0.54	0.55	0.45	0.53	0.51	0.038	3.143	0.12	0.48
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.59	0.54	0.57	0.59	0.61	0.59	0.55	0.58	0.025	3.143	0.08	0.31
17	O ₈ CDD	1.10	1.10	1.14	1.08	1.12	1.10	1.23	1.11	0.020	3.143	0.06	0.25

1.3 方法精密度测试数据

6家实验室分别对正己烷洗净水（空白）、地表水、工业废水和海水等4个类别环境加标样品进行精密度测试。每类样品分别按照低、中、高3种浓度进行加标，每个样品平行测定7次。二噁英类加标量分别为：

（1）低浓度样品毒性当量质量浓度为1.0 pg TEQ/L，对应实测质量浓度T₄CDD/Fs为0.10 pg/L，P₅CDD/Fs~H₇CDD/Fs为0.50 pg/L，O₈CDD/Fs为1.0 pg/L，总质量浓度为8.7 pg/L；

（2）中浓度样品毒性当量质量浓度为5.0 pg TEQ/L，对应实测质量浓度T₄CDD/Fs为0.50 pg/L，P₅CDD/Fs~H₇CDD/Fs为2.5 pg/L，O₈CDD/Fs为5.0 pg/L，总质量浓度为43.5 pg/L；

（3）高浓度样品毒性当量质量浓度为50 pg TEQ/L，对应实测质量浓度T₄CDD/Fs为5.0 pg/L，P₅CDD/Fs~H₇CDD/Fs为25 pg/L，O₈CDD/Fs为50 pg/L，总质量浓度为435 pg/L。

6家实验室分别对地表水、工业废水等2个类别实际样品进行了精密度测试，每个样品平行测定6次。海水样品中二噁英类化合物均低于检出限，未进行精密度测试。

样品按照标准建立的方法体系进行样品提取、净化和仪器分析，分别计算各类型加标样品的平均值、标准偏差及相对标准偏差。对各验证实验室的数据进行汇总统计分析，计算实验室间相对标准偏差、重复性限和再现性限。测试数据分别见表1-10~表1-37，表格中“/”表示无此项内容。

表 1-10 实验室 1 空白加标精密度测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.08	0.097	0.01	10.3	0.45	0.50	0.05	9.5	4.06	4.28	0.34	8.0
		0.10				0.47				4.77			
		0.10				0.59				3.76			
		0.09				0.49				4.76			
		0.11				0.49				4.10			
		0.11				0.45				4.23			
		0.08				0.55				4.30			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.47	0.51	0.02	4.9	2.05	2.25	0.20	9.0	21.2	21.1	1.43	6.8
		0.50				2.32				22.0			
		0.54				2.19				19.0			
		0.52				2.56				23.9			
		0.50				2.31				20.8			
		0.49				1.91				20.2			
		0.55				2.39				20.6			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.47	0.53	0.03	6.2	2.07	2.36	0.19	8.1	21.3	21.3	1.31	6.2
		0.55				2.46				22.3			
		0.55				2.17				18.8			
		0.56				2.67				23.2			
		0.50				2.48				21.1			
		0.56				2.25				20.4			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.51	0.54	0.03	6.2	2.39	2.37	0.17	7.4	21.7	22.3	1.26	5.6
		0.47				2.16				21.7			
		0.57				2.53				23.6			
		0.55				2.21				20.4			
		0.54				2.52				24.1			
		0.57				2.48				23.2			
		0.52				2.15				21.3			
		0.57				2.55				21.7			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.51	0.54	0.05	9.4	2.25	2.43	0.14	5.7	21.6	22.2	1.04	4.7
		0.55				2.54				22.8			
		0.58				2.31				20.3			
		0.45				2.57				23.6			
		0.60				2.45				22.6			
		0.48				2.27				21.4			
		0.57				2.60				22.8			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.49	0.53	0.03	6.5	2.24	2.37	0.15	6.3	21.4	22.0	1.04	4.8
		0.56				2.42				21.9			
		0.51				2.37				20.3			
		0.51				2.64				23.8			
		0.59				2.21				22.5			
		0.51				2.23				21.2			
		0.54				2.51				22.6			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.51	0.52	0.06	11.5	2.04	2.35	0.18	7.7	20.9	21.6	1.27	5.9
		0.56				2.66				22.7			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.55				2.40				19.9			
		0.55				2.42				24.0			
		0.58				2.28				21.6			
		0.43				2.22				20.6			
		0.42				2.42				21.7			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.52	0.54	0.03	5.1	2.09	2.36	0.26	10.9	21.7	22.1	1.57	7.1
		0.54				2.81				24.0			
		0.56				2.00				20.4			
		0.52				2.55				24.6			
		0.59				2.34				21.7			
		0.51				2.27				20.1			
		0.53				2.49				21.8			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.44	0.51	0.05	10.2	1.98	2.37	0.22	9.4	21.4	22.0	0.90	4.1
		0.59				2.68				22.6			
		0.55				2.26				20.4			
		0.48				2.64				23.4			
		0.55				2.40				22.4			
		0.45				2.25				21.5			
		0.50				2.41				22.0			
10	O ₈ CDF	0.92	0.94	0.05	5.8	4.25	4.38	0.20	4.6	40.6	41.0	3.00	7.3
		0.98				4.69				45.4			
		0.93				4.06				36.6			
		0.85				4.51				45.2			
		1.03				4.28				39.6			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.95				4.30				38.8			
		0.89				4.57				41.2			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.08	0.09	0.01	12.5	0.49	0.47	0.03	5.5	4.16	4.35	0.18	4.2
		0.11				0.44				4.62			
		0.09				0.46				4.36			
		0.10				0.52				4.43			
		0.09				0.48				4.19			
		0.09				0.48				4.13			
		0.08				0.45				4.57			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.46	0.51	0.03	6.6	2.11	2.22	0.12	5.3	20.3	20.6	1.10	5.3
		0.54				2.34				20.9			
		0.53				1.99				18.7			
		0.54				2.28				22.3			
		0.45				2.25				20.8			
		0.52				2.23				19.6			
		0.53				2.35				21.6			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.57	0.56	0.04	7.2	2.29	2.41	0.22	8.9	20.9	21.7	1.47	6.8
		0.54				2.65				22.9			
		0.64				2.36				19.7			
		0.56				2.73				24.6			
		0.52				2.36				21.4			
		0.51				2.03				21.2			
		0.56				2.47				21.3			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.46	0.52	0.05	9.3	2.10	2.26	0.27	11.7	19.6	21.2	1.77	8.3

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.60				2.41				22.8			
		0.53				2.24				18.8			
		0.54				2.75				24.0			
		0.53				2.08				22.1			
		0.45				1.87				19.7			
		0.54				2.40				21.5			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.49	0.47	0.04	9.1	1.94	2.27	0.22	9.5	21.9	21.4	1.49	6.9
		0.46				2.42				22.0			
		0.51				2.28				18.5			
		0.41				2.53				23.8			
		0.53				2.33				21.7			
		0.41				1.96				20.7			
		0.48				2.43				21.2			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.43	0.50	0.06	11.2	1.93	2.27	0.17	7.4	21.2	22.1	1.34	6.1
		0.52				2.20				23.6			
		0.48				2.28				20.9			
		0.48				2.22				24.6			
		0.61				2.38				22.3			
		0.51				2.39				20.9			
		0.44				2.49				21.5			
17	O ₈ CDD	0.91	1.07	0.09	8.6	3.91	4.58	0.41	8.9	42.4	43.0	2.32	5.4
		0.98				4.97				43.7			
		1.19				4.36				40.1			
		1.07				5.19				47.5			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		1.18				4.46				43.0			
		1.07				4.33				40.4			
		1.08				4.84				44.2			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	0.94	1.03	0.05	4.6	4.30	4.65	0.26	5.7	41.9	43	2.28	5.3
		1.09				4.85				44.5			
		1.08				4.40				38.9			
		1.06				5.07				46.5			
		1.01				4.71				42.8			
		1.01				4.41				40.9			
		1.02				4.81				43.7			

表 1-11 实验室 2 空白加标精密度测试数据

验证单位：浙江省台州生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.09	0.098	0.01	7.6	0.42	0.45	0.04	9.0	4.68	4.64	0.07	1.5
		0.09				0.42				4.52			
		0.10				0.46				4.69			
		0.09				0.42				4.63			
		0.11				0.51				4.75			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.11				0.51				4.62			
		0.10				0.41				4.60			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.40	0.45	0.03	7.5	1.76	2.22	0.23	10.3	23.4	23.7	0.54	2.3
		0.44				2.18				24.2			
		0.48				2.15				23.5			
		0.51				2.43				23.8			
		0.45				2.54				22.9			
		0.42				2.21				24.7			
		0.43				2.25				23.8			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.41	0.45	0.02	4.9	1.73	2.23	0.24	10.9	22.0	23.5	0.75	3.2
		0.48				2.14				24.4			
		0.43				2.10				23.0			
		0.46				2.49				23.2			
		0.47				2.42				24.1			
		0.44				2.40				24.1			
		0.45				2.31				23.3			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.47	0.47	0.02	4.5	1.99	2.34	0.17	7.4	23.0	24.2	0.60	2.5
		0.47				2.22				24.5			
		0.50				2.35				24.1			
		0.44				2.50				24.3			
		0.45				2.50				24.8			
		0.49				2.48				24.7			
		0.47				2.35				23.6			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.42	0.45	0.02	4.7	1.89	2.26	0.17	7.5	23.3	23.9	0.40	1.7

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.47				2.24				23.6			
		0.48				2.29				24.0			
		0.45				2.42				24.0			
		0.44				2.45				24.6			
		0.42				2.24				24.3			
		0.45				2.27				23.8			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.40	0.45	0.03	7.1	1.79	2.28	0.22	9.7	22.3	23.9	0.90	3.8
		0.52				2.17				24.2			
		0.46				2.29				24.0			
		0.47				2.44				23.3			
		0.43				2.46				23.2			
		0.43				2.43				25.2			
		0.46				2.40				24.7			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.47	0.48	0.02	4.2	1.81	2.31	0.22	9.4	23.1	23.9	0.57	2.4
		0.48				2.33				24.4			
		0.48				2.26				24.7			
		0.45				2.45				24.3			
		0.49				2.39				23.8			
		0.47				2.41				23.6			
		0.52				2.51				23.2			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.44	0.47	0.02	4.5	1.87	2.29	0.22	9.8	22.7	24.0	0.76	3.2
		0.47				2.10				24.7			
		0.50				2.38				24.2			
		0.47				2.41				23.8			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.44				2.52				23.4			
		0.49				2.54				25.2			
		0.48				2.20				24.1			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.47	0.46	0.01	2.7	1.76	2.25	0.23	10.1	22.9	23.7	0.90	3.8
		0.47				2.09				23.7			
		0.45				2.38				22.9			
		0.47				2.38				22.7			
		0.44				2.43				23.6			
		0.45				2.41				24.7			
		0.45				2.28				25.2			
10	O ₈ CDF	0.86	0.87	0.09	10.0	3.69	4.47	0.43	9.6	45.6	46.9	1.55	3.3
		0.97				4.15				47.8			
		1.00				4.54				46.0			
		0.87				4.54				44.9			
		0.82				4.94				47.1			
		0.83				5.05				50.0			
		0.73				4.38				47.0			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.09	0.09	0.01	7.4	0.31	0.44	0.07	15.3	4.6	4.7	0.24	5.1
		0.09				0.45				4.8			
		0.09				0.50				4.5			
		0.10				0.50				4.8			
		0.08				0.48				5.1			
		0.08				0.46				4.3			
		0.10				0.36				4.5			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.40	0.46	0.04	8.7	1.80	2.24	0.20	8.8	22.5	23.9	0.93	3.9
		0.48				2.16				24.6			
		0.48				2.36				24.9			
		0.40				2.27				22.9			
		0.51				2.42				23.1			
		0.49				2.38				24.4			
		0.44				2.30				24.7			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.46	0.47	0.02	5.1	1.82	2.38	0.25	10.5	24.0	24.7	1.14	4.6
		0.46				2.37				25.8			
		0.47				2.38				26.4			
		0.48				2.51				24.0			
		0.47				2.70				23.1			
		0.44				2.46				25.6			
		0.53				2.40				24.0			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.47	0.46	0.04	8.4	1.84	2.26	0.20	8.9	23.7	24.3	0.51	2.1
		0.49				2.23				24.3			
		0.39				2.33				23.7			
		0.45				2.34				24.6			
		0.52				2.55				24.4			
		0.42				2.32				25.3			
		0.45				2.20				24.3			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.46	0.47	0.02	4.2	1.78	2.36	0.27	11.5	23.6	24.8	0.90	3.6
		0.49				2.20				24.3			
		0.45				2.37				24.8			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.49				2.53				26.1			
		0.47				2.50				24.8			
		0.44				2.65				26.2			
		0.49				2.47				24.1			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.45	0.48	0.04	7.5	1.77	2.26	0.22	9.6	21.3	23.4	1.22	5.2
		0.55				2.31				22.7			
		0.48				2.20				23.6			
		0.45				2.36				24.6			
		0.43				2.49				24.5			
		0.50				2.40				24.5			
		0.48				2.32				22.1			
17	O ₈ CDD	1.06	0.94	0.06	6.8	3.65	4.50	0.40	9.0	44.7	47.1	1.83	3.9
		0.93				4.34				48.3			
		0.99				4.50				48.1			
		0.93				4.70				43.9			
		0.91				5.04				46.9			
		0.84				4.73				48.9			
		0.96				4.56				48.4			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	0.86	0.92	0.03	3.2	3.56	4.52	0.43	9.4	45.5	48	1.02	2.1
		0.95				4.40				48.9			
		0.92				4.59				48.1			
		0.90				4.85				47.4			
		0.94				4.91				47.9			
		0.91				4.79				48.6			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定 结果	平均值	标准 偏差	相对标 准偏差	测定 结果	平均值	标准 偏差	相对标 准偏差	测定 结果	平均值	标准 偏差	相对标 准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.93				4.55				47.8			

表 1-12 实验室 3 空白加标精密度测试数据

验证单位：湖北省生态环境监测中心站

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.088	0.01	12.5	0.31	0.38	0.03	7.9	3.90	4.03	0.22	5.4
		0.10				0.40				4.24			
		0.10				0.40				4.37			
		0.08				0.41				3.83			
		0.08				0.39				3.81			
		0.08				0.38				4.21			
		0.07				0.36				3.84			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.47	0.42	0.03	6.9	1.55	1.96	0.19	9.5	19.6	20.2	0.59	2.9
		0.44				1.92				20.4			
		0.42				1.97				20.3			
		0.43				2.15				19.7			
		0.37				2.13				20.2			
		0.41				2.06				21.4			
		0.43				1.92				19.6			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.54	0.44	0.04	9.9	1.61	2.00	0.18	8.9	19.5	20.5	0.56	2.7
		0.42				2.03				20.7			
		0.41				2.00				21.1			
		0.41				2.19				20.9			
		0.43				2.14				20.1			
		0.42				2.07				21.1			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.43				1.93				20.3			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.45	0.45	0.02	5.4	1.73	2.08	0.17	8.1	20.6	21.4	0.45	2.1
		0.49				2.12				21.3			
		0.46				2.05				22.1			
		0.46				2.23				21.4			
		0.44				2.24				21.4			
		0.40				2.20				21.8			
		0.46				2.00				20.9			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.47	0.45	0.03	6.5	1.73	2.08	0.19	8.9	21.8	21.6	0.40	1.8
		0.49				2.02				21.0			
		0.43				2.12				21.8			
		0.42				2.33				21.5			
		0.44				2.28				21.6			
		0.43				2.16				22.3			
		0.50				1.97				21.2			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.52	0.47	0.03	6.2	1.68	2.06	0.17	8.4	20.9	21.4	0.49	2.3
		0.48				2.02				21.6			
		0.49				2.12				21.1			
		0.47				2.21				21.3			
		0.43				2.19				21.9			
		0.46				2.19				22.3			
		0.44				2.06				20.9			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.57	0.48	0.05	11.4	1.75	2.08	0.16	7.8	20.9	21.2	0.58	2.7
		0.50				1.98				21.9			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.38				2.18				20.6			
		0.48				2.22				21.0			
		0.47				2.25				22.1			
		0.49				2.13				21.4			
		0.46				2.05				20.5			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.46	0.46	0.03	7.4	1.75	2.13	0.21	9.9	22.4	22.0	0.61	2.8
		0.48				2.00				23.0			
		0.41				2.08				21.1			
		0.48				2.23				21.6			
		0.49				2.48				22.0			
		0.40				2.26				22.5			
		0.48				2.08				21.7			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.56	0.49	0.06	11.2	1.73	2.12	0.19	9.2	20.5	21.3	0.78	3.7
		0.55				2.11				20.9			
		0.43				2.02				22.3			
		0.55				2.27				20.5			
		0.45				2.39				21.1			
		0.43				2.20				22.6			
		0.48				2.08				21.1			
10	O ₈ CDF	0.87	0.86	0.04	5.2	3.04	3.65	0.33	9.1	37.2	37.7	1.21	3.2
		0.89				3.61				39.7			
		0.78				3.59				36.1			
		0.93				3.99				37.7			
		0.84				4.05				39.2			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.83				3.89				36.6			
		0.85				3.40				37.5			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.09	0.09	0.01	7.8	0.31	0.38	0.04	11.2	3.7	3.9	0.22	5.6
		0.09				0.40				4.4			
		0.10				0.37				3.9			
		0.09				0.45				3.8			
		0.08				0.38				3.7			
		0.08				0.35				4.2			
		0.08				0.43				3.9			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.48	0.42	0.04	9.4	1.58	1.96	0.17	8.7	19.7	20.1	0.75	3.7
		0.45				1.89				20.0			
		0.38				2.03				20.7			
		0.38				2.12				19.8			
		0.40				2.11				19.7			
		0.37				2.00				21.7			
		0.45				2.02				19.4			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.45	0.42	0.05	11.9	1.78	2.01	0.16	8.0	20.9	21.4	0.60	2.8
		0.47				1.94				22.5			
		0.45				1.98				21.2			
		0.49				2.03				21.0			
		0.36				2.36				21.1			
		0.37				2.01				22.2			
		0.37				2.01				21.0			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.44	0.43	0.02	5.4	1.58	1.97	0.18	9.4	19.5	20.3	0.76	3.7

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.47				1.87				20.8			
		0.40				2.08				20.4			
		0.43				2.13				19.2			
		0.40				2.14				20.2			
		0.42				2.06				21.5			
		0.43				1.93				20.9			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.41	0.04	10.4	1.65	1.89	0.11	5.8	19.8	20.1	0.56	2.8
		0.44				1.92				20.9			
		0.42				1.84				20.4			
		0.38				1.96				20.5			
		0.37				1.97				19.1			
		0.41				2.00				19.8			
		0.37				1.86				19.8			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.49	0.46	0.04	7.6	1.88	2.10	0.15	7.3	20.8	21.6	1.47	6.8
		0.51				2.00				24.0			
		0.43				2.13				21.1			
		0.48				2.36				21.5			
		0.40				2.03				19.1			
		0.47				2.27				23.1			
		0.45				2.00				21.7			
17	O ₈ CDD	0.99	0.93	0.11	11.7	3.48	4.02	0.28	6.9	41.6	41.6	0.66	1.6
		0.96				4.04				41.6			
		0.76				3.90				40.4			
		1.14				4.24				41.2			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.87				4.21				41.5			
		0.89				4.37				42.8			
		0.90				3.89				41.9			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	0.99	0.87	0.05	6.3	3.27	3.99	0.32	8.1	39.8	41.2	1.00	2.4
		0.91				3.96				41.9			
		0.84				4.03				41.8			
		0.85				4.34				40.9			
		0.83				4.26				40.5			
		0.82				4.08				42.9			
		0.87				3.99				40.4			

表 1-13 实验室 4 空白加标精密度测试数据

验证单位: 重庆市生态环境监测中心

测试日期: 2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.11	0.096	0.01	12.8	0.33	0.49	0.09	19.2	4.37	4.50	0.28	6.1
		0.078				0.50				4.53			
		0.091				0.46				4.62			
		0.084				0.55				3.96			
		0.097				0.56				4.91			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.099				0.64				4.45			
		0.12				0.43				4.69			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.57	0.50	0.07	13.4	2.06	2.59	0.32	12.2	20.3	24.3	2.60	10.7
		0.53				2.53				26.9			
		0.59				2.53				28.7			
		0.37				2.54				22.2			
		0.48				2.87				24.3			
		0.49				3.15				24.6			
		0.49				2.47				23.2			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.47	0.42	0.03	6.5	1.69	2.21	0.30	13.7	21.1	21.9	2.25	10.2
		0.43				2.19				22.5			
		0.39				2.09				27.1			
		0.43				2.26				20.4			
		0.39				2.27				21.6			
		0.43				2.80				20.7			
		0.39				2.17				20.1			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.41	0.43	0.03	6.7	1.68	2.17	0.31	14.5	22.1	20.8	1.27	6.1
		0.45				2.11				21.4			
		0.40				2.06				21.1			
		0.44				2.19				18.2			
		0.44				2.79				20.1			
		0.38				2.34				20.5			
		0.47				2.01				22.1			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.45	0.42	0.04	9.7	1.52	2.21	0.42	19.1	21.8	21.4	2.10	9.8

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.49				2.11				20.4			
		0.36				2.04				25.8			
		0.44				2.30				18.3			
		0.39				2.75				21.6			
		0.39				2.80				21.0			
		0.44				1.93				20.8			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.43	0.44	0.03	6.4	1.81	2.39	0.43	18.0	21.1	21.5	1.36	6.3
		0.50				2.22				22.3			
		0.45				2.11				22.4			
		0.43				2.30				18.6			
		0.43				2.99				21.8			
		0.41				3.06				23.1			
		0.41				2.22				21.0			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.45	0.44	0.07	15.9	1.74	2.26	0.37	16.6	20.6	21.5	2.50	11.6
		0.59				2.07				21.8			
		0.46				2.13				26.1			
		0.47				2.09				17.1			
		0.38				2.74				20.5			
		0.38				2.88				21.8			
		0.37				2.15				22.7			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.46	0.52	0.06	12.2	1.97	2.62	0.40	15.4	21.1	23.5	2.00	8.5
		0.60				2.49				24.0			
		0.49				2.53				27.2			
		0.49				2.59				20.9			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.63				3.08				23.7			
		0.53				3.28				24.7			
		0.45				2.42				23.1			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.41	0.44	0.03	6.5	1.78	2.17	0.26	11.8	22.3	20.0	2.36	11.8
		0.43				2.13				20.2			
		0.45				2.15				18.9			
		0.45				2.47				15.0			
		0.51				2.46				19.6			
		0.43				2.35				21.5			
		0.44				1.86				22.1			
10	O ₈ CDF	0.90	0.92	0.14	15.5	5.10	5.43	1.06	19.5	36.1	44.8	5.50	12.3
		0.92				4.63				52.7			
		0.97				5.74				50.8			
		0.84				6.47				40.1			
		0.94				7.34				41.5			
		0.68				4.56				45.5			
		1.20				4.18				46.8			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.07	0.08	0.01	15.6	0.38	0.48	0.08	16.1	3.89	4.50	0.64	14.3
		0.09				0.46				5.06			
		0.10				0.49				4.96			
		0.08				0.51				3.45			
		0.07				0.54				4.50			
		0.06				0.60				5.39			
		0.09				0.37				4.22			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.41	0.46	0.06	12.5	2.04	2.49	0.25	10.1	20.7	24.8	2.68	10.8
		0.52				2.49				27.3			
		0.46				2.55				29.5			
		0.40				2.47				24.0			
		0.40				2.71				22.6			
		0.49				2.87				24.4			
		0.55				2.29				24.8			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.49	0.45	0.05	10.2	1.78	2.32	0.27	11.4	21.2	21.0	1.12	5.4
		0.41				2.21				20.9			
		0.48				2.35				22.1			
		0.36				2.36				18.7			
		0.48				2.54				20.1			
		0.43				2.69				21.9			
		0.47				2.34				21.9			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.44	0.42	0.04	10.1	1.77	2.30	0.36	15.8	20.4	21.5	0.97	4.5
		0.50				2.23				22.3			
		0.40				2.02				23.1			
		0.40				2.37				21.1			
		0.39				2.63				20.6			
		0.47				2.95				20.6			
		0.38				2.15				22.2			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.46	0.46	0.06	13.5	2.18	2.65	0.44	16.7	20.4	23.4	1.75	7.5
		0.58				2.35				25.3			
		0.46				2.44				25.0			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.37				2.52				21.2			
		0.44				3.18				23.2			
		0.51				3.46				24.1			
		0.43				2.42				24.4			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.38	0.42	0.04	10.1	1.81	2.22	0.33	14.7	21.1	21.4	1.67	7.8
		0.49				2.17				23.1			
		0.39				2.06				22.4			
		0.40				2.21				18.2			
		0.42				2.47				20.2			
		0.49				2.88				21.7			
		0.40				1.99				23.4			
17	O ₈ CDD	0.86	0.93	0.10	10.9	3.96	4.78	0.62	13.0	40.4	45.0	3.56	7.9
		0.89				4.56				48.7			
		0.84				4.53				49.9			
		0.87				5.52				39.6			
		1.14				5.89				45.2			
		0.91				4.46				44.9			
		1.03				4.57				46.2			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	0.87	0.88	0.05	5.3	3.69	4.72	0.62	13	41.8	45	3.62	8.0
		0.96				4.58				48.0			
		0.88				4.57				52.5			
		0.83				4.75				41.1			
		0.81				5.29				43.8			
		0.87				5.77				45.7			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定 结果	平均值	标准 偏差	相对标 准偏差	测定 结果	平均值	标准 偏差	相对标 准偏差	测定 结果	平均值	标准 偏差	相对标 准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.91				4.36				44.6			

表 1-14 实验室 5 空白加标精密度测试数据

验证单位：浙江省宁波生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.102	0.101	0.01	14.3	0.39	0.45	0.04	9.2	4.41	4.73	0.18	3.9
		0.113				0.39				4.85			
		0.082				0.44				5.01			
		0.097				0.47				4.67			
		0.120				0.50				4.72			
		0.115				0.48				4.85			
		0.082				0.47				4.58			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.47	0.46	0.02	3.6	1.85	2.25	0.21	9.4	23.2	23.8	0.59	2.5
		0.47				2.18				24.9			
		0.44				2.25				23.8			
		0.49				2.19				23.6			
		0.47				2.60				24.1			
		0.45				2.36				23.8			
		0.43				2.30				22.9			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.47	0.46	0.04	8.6	1.85	2.28	0.22	9.5	22.8	23.9	0.72	3.0
		0.54				2.16				24.9			
		0.43				2.32				23.1			
		0.45				2.43				23.7			
		0.45				2.57				24.7			
		0.43				2.42				24.3			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.41				2.24				23.9			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.46	0.47	0.02	4.7	1.75	2.27	0.25	11.0	22.8	24.0	0.95	4.0
		0.49				2.14				25.4			
		0.44				2.23				24.7			
		0.48				2.42				23.2			
		0.45				2.58				22.8			
		0.50				2.40				24.7			
		0.50				2.37				24.0			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.48	0.48	0.02	4.0	1.81	2.30	0.23	10.0	21.4	23.6	1.11	4.7
		0.52				2.15				24.3			
		0.46				2.46				23.1			
		0.47				2.49				23.8			
		0.47				2.47				23.6			
		0.48				2.43				25.3			
		0.48				2.29				24.0			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.54	0.49	0.03	6.9	1.77	2.29	0.27	11.7	21.5	23.8	1.03	4.3
		0.54				2.11				23.7			
		0.50				2.24				24.5			
		0.47				2.43				24.5			
		0.47				2.65				23.9			
		0.46				2.51				24.8			
		0.45				2.32				23.9			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.47	0.47	0.01	2.3	1.94	2.32	0.24	10.6	21.9	23.9	1.29	5.4
		0.48				2.03				25.3			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.47				2.45				23.1			
		0.45				2.47				25.5			
		0.45				2.63				23.1			
		0.48				2.51				25.0			
		0.47				2.17				23.1			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.48	0.49	0.03	5.2	1.90	2.33	0.21	9.0	22.0	23.7	0.86	3.6
		0.51				2.25				24.5			
		0.49				2.38				23.6			
		0.44				2.57				24.1			
		0.50				2.52				24.3			
		0.49				2.44				24.5			
		0.53				2.25				22.9			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.52	0.49	0.03	5.8	1.88	2.28	0.18	8.0	22.9	24.2	0.71	2.9
		0.47				2.18				24.1			
		0.45				2.39				24.6			
		0.54				2.40				23.6			
		0.47				2.38				24.3			
		0.48				2.46				25.4			
		0.48				2.30				24.3			
10	O ₈ CDF	0.64	0.55	0.06	10.3	2.01	2.69	0.31	11.6	26.3	28.6	1.76	6.1
		0.61				2.59				27.4			
		0.59				2.76				29.1			
		0.53				2.97				28.1			
		0.50				2.94				29.2			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.52				2.95				32.2			
		0.48				2.63				27.8			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.09	0.01	9.8	0.37	0.47	0.06	12.6	5.1	4.8	0.32	6.6
		0.09				0.43				5.2			
		0.08				0.44				5.2			
		0.07				0.51				4.8			
		0.09				0.57				4.7			
		0.09				0.49				4.6			
		0.09				0.49				4.2			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.39	0.44	0.03	6.3	1.85	2.29	0.22	9.5	23.3	23.7	0.43	1.8
		0.42				2.23				24.1			
		0.48				2.28				23.6			
		0.46				2.50				23.3			
		0.46				2.52				23.4			
		0.44				2.44				24.2			
		0.46				2.20				24.4			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.48	0.47	0.02	4.1	1.80	2.42	0.27	11.1	23.6	24.8	0.68	2.7
		0.48				2.48				25.6			
		0.44				2.57				25.5			
		0.44				2.51				25.3			
		0.49				2.66				24.9			
		0.49				2.58				24.5			
		0.47				2.35				24.2			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.53	0.49	0.03	6.1	1.70	2.32	0.27	11.5	24.2	24.1	0.67	2.8

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.48				2.37				23.4			
		0.45				2.37				25.5			
		0.54				2.59				23.4			
		0.49				2.52				24.1			
		0.47				2.37				24.5			
		0.49				2.34				23.9			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.49	0.50	0.03	6.6	1.95	2.53	0.26	10.5	24.3	25.8	0.90	3.5
		0.54				2.37				26.5			
		0.50				2.55				26.7			
		0.54				2.67				25.9			
		0.47				2.79				25.2			
		0.52				2.67				26.9			
		0.45				2.67				25.1			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.47	0.49	0.01	2.7	1.77	2.27	0.23	10.2	21.6	23.3	1.28	5.5
		0.50				2.19				24.2			
		0.48				2.22				23.1			
		0.51				2.56				21.8			
		0.49				2.35				24.0			
		0.48				2.39				25.5			
		0.48				2.40				23.1			
17	O ₈ CDD	0.89	0.94	0.07	7.2	3.79	4.56	0.37	8.2	46.7	47.3	1.32	2.8
		0.97				4.40				46.2			
		0.94				4.50				49.0			
		0.87				4.88				48.5			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.91				4.98				45.5			
		0.94				4.82				48.8			
		1.09				4.53				46.4			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	0.92	0.92	0.02	2.3	3.68	4.63	0.46	9.9	46.4	48	0.94	2.0
		0.98				4.41				49.6			
		0.91				4.67				48.3			
		0.91				4.97				47.9			
		0.92				5.20				48.0			
		0.91				4.91				48.9			
		0.91				4.60				47.6			

表 1-15 实验室 6 空白加标精密度测试数据

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.101	0.118	0.01	12.4	0.57	0.62	0.05	7.9	6.09	5.80	0.33	5.8
		0.113				0.69				5.52			
		0.142				0.57				6.40			
		0.100				0.68				5.95			
		0.127				0.65				5.73			
		0.111				0.59				5.40			
		0.131				0.59				5.53			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.49	0.51	0.04	7.3	2.45	2.58	0.11	4.4	22.8	26.1	2.51	9.6
		0.53				2.63				24.6			
		0.56				2.53				30.9			
		0.48				2.81				26.5			
		0.57				2.53				28.0			
		0.49				2.47				24.2			
		0.47				2.64				25.6			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.48	0.52	0.03	5.0	2.59	2.62	0.16	6.1	25.5	25.8	1.94	7.5
		0.55				2.66				25.4			
		0.56				2.44				29.7			
		0.52				2.95				27.4			
		0.53				2.62				25.3			
		0.51				2.45				23.4			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.52	0.03	4.8	2.65	2.61	0.14	5.4	24.1	25.5	2.10	8.2
		0.51				2.42				21.8			
		0.57				2.63				25.2			
		0.53				2.73				29.4			
		0.54				2.71				26.1			
		0.49				2.69				26.1			
		0.49				2.36				24.3			
		0.53				2.72				25.3			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.51	0.54	0.03	4.7	2.64	2.65	0.09	3.2	23.3	25.9	2.95	11.4
		0.52				2.84				23.3			
		0.58				2.61				31.9			
		0.56				2.57				28.1			
		0.54				2.64				26.3			
		0.52				2.57				23.8			
		0.51				2.69				24.6			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.55	0.03	5.6	2.45	2.69	0.16	6.0	22.4	26.4	3.10	11.7
		0.58				2.87				25.6			
		0.58				2.75				30.8			
		0.53				2.93				29.4			
		0.58				2.67				29.2			
		0.52				2.62				23.4			
		0.56				2.53				24.0			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.52	0.55	0.02	4.2	2.50	2.73	0.14	5.0	24.9	26.3	2.09	7.9
		0.58				2.83				26.3			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.57				2.75				31.1			
		0.54				2.79				26.1			
		0.57				2.76				25.9			
		0.51				2.55				24.2			
		0.56				2.91				25.3			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.52	0.55	0.03	5.9	2.66	2.70	0.12	4.4	23.4	25.4	1.93	7.6
		0.59				2.67				24.3			
		0.56				2.63				29.3			
		0.52				2.80				26.6			
		0.59				2.83				25.8			
		0.52				2.49				23.5			
		0.52				2.83				24.7			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.58	0.60	0.02	3.8	2.75	2.82	0.11	3.9	27.0	27.0	2.73	10.1
		0.62				2.98				27.2			
		0.62				2.91				31.8			
		0.57				2.94				28.3			
		0.57				2.72				27.1			
		0.62				2.70				22.0			
		0.62				2.74				25.4			
10	O ₈ CDF	0.98	0.97	0.04	4.2	4.08	4.27	0.18	4.2	47.6	44.3	3.17	7.2
		0.93				4.08				41.6			
		0.94				4.46				49.5			
		0.95				4.57				42.7			
		1.06				4.27				44.8			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.99				4.12				39.6			
		0.96				4.31				44.3			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.13	0.13	0.01	3.9	0.64	0.65	0.03	5.2	4.81	5.72	0.44	7.7
		0.13				0.69				5.63			
		0.14				0.63				6.24			
		0.14				0.62				6.17			
		0.14				0.67				5.81			
		0.13				0.62				5.57			
		0.13				0.71				5.78			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.51	0.54	0.03	5.1	2.63	2.76	0.18	6.5	24.3	26.1	2.28	8.7
		0.51				3.04				23.6			
		0.53				2.89				30.5			
		0.54				2.93				26.6			
		0.59				2.62				27.3			
		0.53				2.55				23.8			
		0.57				2.63				26.9			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.51	0.53	0.02	3.3	2.72	2.67	0.20	7.4	23.4	25.3	2.64	10.5
		0.52				2.97				23.5			
		0.56				2.56				31.3			
		0.52				2.75				26.1			
		0.54				2.79				23.8			
		0.51				2.28				23.6			
		0.52				2.64				25.1			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.54	0.04	7.4	2.58	2.81	0.14	4.9	25.3	27.5	2.53	9.2

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.53				2.70				26.3			
		0.60				2.86				32.5			
		0.56				3.01				29.5			
		0.55				2.77				28.2			
		0.58				2.95				25.2			
		0.48				2.78				25.5			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.48	0.51	0.03	6.4	2.75	2.69	0.09	3.5	24.0	25.2	2.11	8.4
		0.51				2.80				24.7			
		0.52				2.72				29.7			
		0.54				2.76				26.5			
		0.55				2.68				24.3			
		0.45				2.51				22.6			
		0.53				2.62				24.5			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.59	0.58	0.02	4.0	2.85	2.87	0.13	4.5	24.9	26.4	2.06	7.8
		0.54				2.82				26.1			
		0.57				2.72				31.0			
		0.59				3.10				27.2			
		0.61				2.77				25.7			
		0.59				2.80				24.3			
		0.55				3.03				25.6			
17	O ₈ CDD	1.10	1.12	0.05	4.3	5.22	5.39	0.28	5.2	50.3	52.3	4.92	9.4
		1.10				5.64				46.4			
		1.14				5.29				61.7			
		1.08				5.68				51.6			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		1.12				5.23				55.2			
		1.10				4.92				46.8			
		1.23				5.74				53.9			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.03	1.10	0.04	3.4	5.32	5.51	0.22	3.9	48.8	52.7	4.13	7.8
		1.10				5.80				50.3			
		1.15				5.47				61.2			
		1.10				5.81				55.2			
		1.14				5.47				53.3			
		1.07				5.17				48.5			
		1.09				5.53				51.4			

表 1-16 实验室 1~3 地表水样品精密度测试数据

序号	化合物简称	实验室 1				实验室 2				实验室 3			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			

序号	化合物简称	实验室 1				实验室 2				实验室 3			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			

序号	化合物简称	实验室 1				实验室 2				实验室 3			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
10	O ₈ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			

序号	化合物简称	实验室 1				实验室 2				实验室 3			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.52	0.59	0.11	18	0.42	0.40	0.087	22	0.44	0.40	0.084	21
		0.80				0.54				0.55			
		0.52				0.36				0.35			
		0.56				0.28				0.28			

序号	化合物简称	实验室 1				实验室 2				实验室 3			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.50				0.34				0.36			
		0.67				0.47				0.44			
17	O ₈ CDD	33.2	29.5	6.08	21	31.6	28.6	5.35	19	33.2	30.5	7.01	23
		30.4				31.4				33.4			
		20.6				21.9				20.6			
		35.4				35.4				39.1			
		21.7				20.8				21.4			
		35.3				30.4				35.2			
18	PCDD/FS (pg TEQ/L)	0.25	0.25	0.007	2.7	0.25	0.25	0.006	2.28	0.25	0.25	0.007	2.9
		0.25				0.25				0.25			
		0.24				0.24				0.24			
		0.25				0.25				0.25			
		0.24				0.24				0.24			
		0.25				0.25				0.25			

表 1-17 实验室 4~6 地表水样品精密度测试数据

序号	化合物简称	实验室 4				实验室 5				实验室 6			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			

序号	化合物简称	实验室 4				实验室 5				实验室 6			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			

序号	化合物简称	实验室 4				实验室 5				实验室 6			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
10	O ₈ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			

序号	化合物简称	实验室 4				实验室 5				实验室 6			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.46	0.40	0.073	18	0.39	0.41	0.10	25	0.28	0.37	0.079	22
		0.44				0.54				0.44			
		0.41				0.36				0.29			
		0.35				0.28				0.37			

序号	化合物简称	实验室 4				实验室 5				实验室 6			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.47				0.34				0.33			
		0.26				0.56				0.50			
17	O ₈ CDD	34.4	30.2	4.40	15	29.4	29.1	5.90	20	28.4	29.1	3.70	13
		34.1				31.4				32.8			
		33.5				21.9				30.2			
		24.0				35.4				26.2			
		24.5				20.8				33.8			
		30.9				35.7				23.1			
18	PCDD/FS (pg TEQ/L)	0.25	0.25	0.005	1.8	0.25	0.25	0.006	2.6	0.24	0.25	0.003	1.4
		0.25				0.25				0.25			
		0.25				0.24				0.25			
		0.24				0.25				0.24			
		0.24				0.24				0.25			
		0.25				0.25				0.24			

表 1-18 实验室 1 地表水加标检测结果

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.09	0.101	0.01	8.9	0.46	0.48	0.04	9.2	4.19	4.66	0.36	7.7
		0.10				0.49				4.75			
		0.10				0.43				4.82			
		0.09				0.53				4.77			
		0.11				0.42				4.19			
		0.11				0.51				4.59			
		0.11				0.55				5.31			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.57	0.50	0.05	9.9	2.22	2.11	0.26	12.4	19.4	23.1	2.7	11.7
		0.50				2.70				25.6			
		0.42				1.91				26.5			
		0.48				2.04				20.4			
		0.47				1.92				23.2			
		0.56				1.93				25.8			
		0.51				2.04				20.9			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.46	0.48	0.06	12.9	2.24	2.39	0.30	12.6	24.7	23.7	2.8	11.9
		0.46				2.29				23.4			
		0.54				2.64				26.9			
		0.58				2.01				19.6			
		0.54				2.04				24.6			
		0.40				2.85				26.8			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.41				2.63				19.6			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.52	0.52	0.04	7.2	2.04	2.36	0.21	8.8	26.6	24.4	2.7	11
		0.54				2.24				24.5			
		0.49				2.56				24.4			
		0.45				2.20				20.5			
		0.57				2.36				26.4			
		0.54				2.70				20.5			
		0.51				2.43				28.1			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.41	0.46	0.05	11.3	1.91	2.33	0.22	9.4	20.9	22.4	2.1	9.4
		0.42				2.59				22.8			
		0.56				2.29				20.3			
		0.44				2.46				20.5			
		0.50				2.28				26.1			
		0.41				2.20				24.7			
		0.45				2.56				21.3			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.51	0.48	0.04	8.8	2.64	2.37	0.33	13.8	19.1	23.8	3.3	14
		0.51				1.91				19.8			
		0.40				2.18				27.5			
		0.43				2.04				27.3			
		0.48				2.71				26.0			
		0.48				2.30				25.4			
		0.53				2.83				21.3			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.44	0.49	0.07	14	2.75	2.52	0.26	10	24.5	22.9	3.5	16
		0.55				2.07				19.8			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.45				2.71				19.1			
		0.40				2.49				28.1			
		0.58				2.59				21.3			
		0.55				2.24				27.5			
		0.44				2.82				19.7			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.58	0.50	0.06	13	2.62	2.43	0.28	12	24.6	23.7	2.9	12
		0.50				2.06				27.0			
		0.41				2.78				25.6			
		0.58				2.23				19.4			
		0.42				2.05				24.6			
		0.47				2.62				25.5			
		0.52				2.65				19.2			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.46	0.49	0.05	9.3	2.45	2.43	0.25	10	25.7	22.5	2.7	12
		0.51				2.78				24.6			
		0.53				2.27				19.3			
		0.54				2.10				25.5			
		0.53				2.72				23.4			
		0.45				2.54				19.3			
		0.42				2.14				19.8			
10	O ₈ CDF	0.70	0.67	0.07	11	4.21	4.17	0.37	8.9	34.5	39.3	4.1	10
		0.73				4.02				47.8			
		0.77				4.40				37.9			
		0.73				4.11				35.8			
		0.56				4.38				40.5			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.61				3.41				41.3			
		0.60				4.68				37.1			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.10	0.01	10	0.39	0.46	0.06	13	4.2	5.1	0.6	11
		0.10				0.53				4.3			
		0.10				0.46				5.6			
		0.11				0.51				5.6			
		0.10				0.38				5.4			
		0.08				0.45				5.3			
		0.11				0.54				5.3			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.51	0.53	0.03	4.8	2.74	2.47	0.26	10	20.9	22.7	2.1	9.5
		0.54				2.29				23.7			
		0.49				2.18				22.9			
		0.56				2.48				26.3			
		0.51				2.13				21.4			
		0.55				2.84				19.6			
		0.53				2.62				24.6			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.47	0.50	0.02	4.8	2.75	2.39	0.34	14	21.3	22.0	1.7	7.7
		0.53				1.96				21.4			
		0.51				2.42				23.1			
		0.52				2.15				19.3			
		0.53				2.93				25.2			
		0.49				2.03				21.2			
		0.47				2.48				22.4			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.54	0.51	0.03	6.7	2.20	2.55	0.26	10	26.6	24.7	1.7	6.9

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.57				2.72				22.2			
		0.54				2.64				24.3			
		0.49				2.69				24.7			
		0.52				2.67				26.8			
		0.47				2.85				22.6			
		0.48				2.12				26.0			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.53	0.51	0.03	5.7	2.98	2.53	0.38	15	19.6	21.3	2.2	10
		0.51				2.34				23.0			
		0.53				2.87				19.2			
		0.48				2.02				23.5			
		0.52				2.85				19.2			
		0.48				2.68				20.0			
		0.56				1.99				24.9			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.54	0.54	0.03	6.0	2.81	2.65	0.22	8.2	27.0	24.2	2.8	12
		0.54				2.69				26.9			
		0.51				2.67				23.2			
		0.56				2.86				19.1			
		0.56				2.39				21.4			
		0.57				2.88				25.3			
		0.47				2.28				26.4			
17	O ₈ CDD	0.67	0.66	0.12	18	3.98	3.79	0.27	7.1	39.6	37.9	4.0	12
		0.76				3.94				34.1			
		0.81				3.75				37.9			
		0.75				4.24				44.5			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.66				3.60				41.7			
		0.51				3.67				35.8			
		0.48				3.35				32.0			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	0.98	1.00	0.03	3.4	4.85	4.83	0.24	5.1	45.0	47	1.19	2.5
		1.02				4.67				45.8			
		1.00				4.86				48.8			
		1.05				4.59				47.1			
		1.05				4.52				47.8			
		0.95				5.22				47.1			
		0.98				5.11				46.0			

表 1-19 实验室 2 地表水加标检测结果

验证单位：浙江省台州生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.09	0.092	0.01	7.7	0.49	0.46	0.06	12.9	5.2	4.83	0.63	13
		0.10				0.41				5.6			
		0.09				0.50				4.1			
		0.09				0.44				4.6			
		0.08				0.39				5.7			

序号	简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.09				0.56				4.7			
		0.10				0.39				3.9			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.52	0.48	0.04	8.2	2.69	2.56	0.17	6.7	21.2	22.9	2.02	8.8
		0.47				2.76				22.0			
		0.41				2.42				26.5			
		0.49				2.50				21.4			
		0.50				2.56				20.7			
		0.53				2.73				25.1			
		0.45				2.26				23.3			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.49	0.49	0.06	13	2.72	2.31	0.25	11	20.1	22.0	3.23	15
		0.57				1.96				20.2			
		0.57				2.41				27.5			
		0.41				2.44				26.7			
		0.46				2.48				19.8			
		0.40				2.08				20.1			
		0.50				2.10				19.5			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.47	0.51	0.06	11	2.64	2.65	0.10	3.8	20.0	23.8	2.52	11
		0.46				2.68				22.2			
		0.56				2.54				23.3			
		0.45				2.65				26.7			
		0.45				2.86				24.0			
		0.59				2.68				28.0			
		0.57				2.53				22.7			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.49	0.52	0.02	4.8	2.43	2.48	0.19	7.7	23.3	22.9	2.61	11

序号	简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.50				2.50				19.0			
		0.51				2.57				22.7			
		0.57				2.15				25.7			
		0.54				2.29				19.3			
		0.51				2.77				25.7			
		0.51				2.63				24.7			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.44	0.50	0.05	9.1	2.61	2.41	0.20	8.4	28.1	24.6	2.41	9.8
		0.55				2.35				27.6			
		0.46				2.35				22.4			
		0.46				2.57				22.2			
		0.51				2.03				25.7			
		0.57				2.66				24.4			
		0.50				2.29				21.8			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.51	0.50	0.04	8.8	1.93	2.56	0.30	12	21.3	25.0	2.74	11
		0.48				2.58				22.7			
		0.43				2.76				27.0			
		0.48				2.37				27.6			
		0.49				2.61				28.0			
		0.54				2.84				21.9			
		0.57				2.80				26.9			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.51	0.51	0.03	5.4	2.37	2.54	0.15	5.8	28.3	24.8	3.57	14
		0.49				2.55				28.1			
		0.51				2.56				19.6			
		0.53				2.63				27.8			

序号	简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.47				2.30				19.4			
		0.56				2.78				25.1			
		0.48				2.59				25.3			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.48	0.53	0.05	9.7	1.92	2.19	0.22	10	19.9	23.9	2.10	8.8
		0.49				2.43				22.2			
		0.59				2.54				25.0			
		0.45				1.90				23.8			
		0.55				2.16				25.6			
		0.58				2.14				24.1			
		0.58				2.20				26.6			
10	O ₈ CDF	0.56	0.61	0.14	23	3.98	4.05	0.40	9.9	40.9	39.4	5.29	13
		0.73				4.42				48.1			
		0.72				4.47				38.0			
		0.75				3.90				30.3			
		0.70				3.73				43.0			
		0.43				3.35				35.0			
		0.38				4.48				40.3			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.09	0.01	13	0.38	0.46	0.07	14	5.1	4.9	0.44	9.0
		0.08				0.49				5.1			
		0.08				0.55				4.5			
		0.11				0.53				5.4			
		0.09				0.49				4.7			
		0.09				0.38				4.1			
		0.09				0.41				5.4			

序号	简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.49	0.52	0.03	6.6	2.83	2.50	0.34	14	24.2	21.9	2.36	11
		0.54				2.05				19.6			
		0.57				2.11				23.3			
		0.51				2.75				19.4			
		0.48				2.93				25.6			
		0.56				2.22				21.6			
		0.49				2.61				19.4			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.56	0.54	0.03	5.2	2.39	2.33	0.28	12	20.7	23.4	2.45	11
		0.56				2.24				26.9			
		0.56				1.97				20.4			
		0.50				2.36				21.5			
		0.49				2.51				25.1			
		0.55				1.99				23.1			
		0.54				2.85				26.1			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.48	0.50	0.03	6.3	2.66	2.62	0.26	10	25.0	22.7	2.87	13
		0.53				2.88				24.7			
		0.50				2.72				19.1			
		0.57				2.82				19.3			
		0.48				2.58				20.2			
		0.48				2.70				26.3			
		0.49				2.02				24.7			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.57	0.53	0.03	5.9	1.96	2.38	0.35	15	26.6	25.1	2.14	8.6
		0.52				2.13				26.5			
		0.55				2.77				20.8			

序号	简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.53				2.92				26.2			
		0.55				1.99				22.9			
		0.47				2.37				26.2			
		0.52				2.54				26.5			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.53	0.51	0.03	5.9	2.63	2.55	0.35	14	24.9	22.0	1.64	7.5
		0.55				2.49				23.2			
		0.48				1.95				20.7			
		0.51				2.15				21.1			
		0.51				2.88				19.7			
		0.55				2.79				21.6			
		0.47				2.97				23.2			
17	O ₈ CDD	0.60	0.69	0.08	11	4.46	3.99	0.27	6.8	39.6	38.9	2.45	6.3
		0.75				3.99				33.9			
		0.81				3.98				38.7			
		0.73				4.12				38.3			
		0.71				4.03				42.8			
		0.64				3.86				39.4			
		0.59				3.49				40			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	0.99	1.00	0.03	3.0	5.07	4.9	0.24	5.0	46.1	46	1.29	2.8
		1.05				4.49				44.4			
		1.05				4.83				47.9			
		0.98				5.15				47.6			
		0.96				5.13				46.2			
		1.00				4.60				45.0			

序号	简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定 结果	平均值	标准 偏差	相对标 准偏差	测定 结果	平均值	标准 偏差	相对标 准偏差	测定 结果	平均值	标准 偏差	相对标 准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		1.00				4.76				44.5			

表 1-20 实验室 3 地表水加标检测结果

验证单位：湖北省生态环境监测中心站

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.11	0.092	0.01	15	0.55	0.52	0.03	6.5	5.4	4.7	0.4	7.6
		0.09				0.50				4.5			
		0.08				0.45				4.4			
		0.11				0.56				4.7			
		0.08				0.52				4.2			
		0.08				0.51				4.8			
		0.08				0.53				4.6			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.52	0.54	0.03	5.3	1.94	2.2	0.2	9.3	28.0	24.0	3.3	14
		0.59				2.30				19.1			
		0.53				2.42				28.1			
		0.58				2.10				20.7			
		0.54				2.55				23.2			
		0.51				2.03				22.2			
		0.53				2.36				26.4			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.58	0.55	0.03	5.3	2.09	2.2	0.1	6.3	22.7	23.5	2.9	13
		0.57				2.49				19.7			
		0.54				2.06				19.4			
		0.52				2.18				25.1			
		0.58				2.23				27.9			
		0.51				2.18				26.0			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.58				2.38				23.5			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.56	0.52	0.04	8.5	2.23	2.3	0.3	12	22.1	23.4	2.8	12
		0.46				2.56				24.7			
		0.58				2.25				20.4			
		0.56				2.06				26.6			
		0.53				1.95				20.3			
		0.47				2.73				27.7			
		0.50				2.02				21.7			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.54	0.55	0.03	5.7	2.83	2.5	0.2	9.5	19.3	22.4	2.2	10
		0.51				2.65				23.2			
		0.50				2.22				19.6			
		0.59				2.70				25.7			
		0.54				2.67				24.3			
		0.56				2.22				21.2			
		0.58				2.32				23.4			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.51	0.54	0.04	6.6	2.70	2.2	0.3	13	26.1	24.1	2.6	11
		0.48				2.63				20.9			
		0.54				1.98				21.7			
		0.59				2.16				26.9			
		0.54				1.97				24.5			
		0.52				1.97				21.0			
		0.58				2.31				27.3			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.47	0.51	0.03	6.4	2.63	2.4	0.3	13	26.4	23.6	2.3	9.7
		0.47				1.92				23.6			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.54				2.26				21.4			
		0.47				2.06				22.1			
		0.54				2.73				24.7			
		0.53				2.82				26.8			
		0.52				2.28				20.4			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.46	0.50	0.05	9.8	1.95	2.2	0.3	12	25.4	23.9	2.1	8.6
		0.56				2.29				25.8			
		0.58				1.97				21.9			
		0.46				2.48				23.0			
		0.46				2.70				21.4			
		0.48				1.99				27.3			
		0.53				2.30				22.8			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.56	0.52	0.03	6.1	2.57	2.6	0.2	7.1	27.8	25.6	2.6	10
		0.46				2.69				24.3			
		0.49				2.24				26.9			
		0.53				2.44				22.8			
		0.54				2.70				21.2			
		0.55				2.44				28.2			
		0.52				2.82				27.7			
10	O ₈ CDF	0.58	0.63	0.11	17	4.25	4.1	0.5	13	35.1	39.5	4.8	12
		0.75				4.82				46.0			
		0.67				4.40				44.8			
		0.75				3.61				33.5			
		0.69				3.85				37.6			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.54				3.35				44.0			
		0.45				4.73				35.8			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.09	0.09	0.01	13	0.56	0.4	0.1	15	4.7	4.7	0.4	8.7
		0.11				0.41				5.3			
		0.09				0.45				4.2			
		0.11				0.39				4.6			
		0.08				0.52				5.1			
		0.09				0.39				4.2			
		0.08				0.40				5.2			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.60	0.53	0.07	13	1.96	2.2	0.2	8.1	20.4	23.0	2.7	12
		0.59				2.23				26.4			
		0.60				2.20				19.7			
		0.58				2.04				20.1			
		0.43				2.48				24.1			
		0.49				1.95				25.9			
		0.46				2.24				24.6			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.52	0.51	0.06	11.2	2.28	2.5	0.2	8.6	23.6	22.3	1.9	8.4
		0.45				2.87				24.8			
		0.54				2.57				19.2			
		0.48				2.46				20.3			
		0.43				2.22				22.0			
		0.60				2.30				22.4			
		0.57				2.59				24.1			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.58	0.54	0.05	8.6	2.31	2.4	0.3	13	22.2	22.6	2.2	10

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.58				2.88				20.0			
		0.59				2.79				21.9			
		0.52				2.44				24.0			
		0.52				2.01				19.9			
		0.45				2.10				23.3			
		0.55				2.24				26.9			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.58	0.53	0.04	7.7	2.85	2.5	0.2	8.5	24.5	23.3	2.8	12
		0.59				2.36				19.2			
		0.49				2.55				26.8			
		0.55				2.66				26.4			
		0.47				2.36				19.5			
		0.51				2.27				24.0			
		0.56				2.23				23.0			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.45	0.49	0.04	8.2	2.38	2.4	0.3	11.8	22.9	21.9	2.1	9.7
		0.43				2.52				19.5			
		0.45				2.94				25.2			
		0.54				2.62				19.6			
		0.52				2.19				20.3			
		0.52				2.15				24.4			
		0.51				2.07				21.7			
17	O ₈ CDD	0.59	0.64	0.14	21.4	3.87	3.9	0.3	6.7	41.5	38.4	3.7	9.7
		0.74				4.11				43.7			
		0.84				3.93				33.6			
		0.75				4.18				35.6			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.63				3.87				38.8			
		0.55				3.72				41.6			
		0.39				3.34				34.0			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.11	1.06	0.05	4.4	4.59	4.6	0.2	3.5	45.4	47	2.5	5.3
		1.09				4.80				46.1			
		1.08				4.48				41.5			
		1.10				4.39				46.6			
		0.98				4.73				48.9			
		1.00				4.32				49.3			
		1.04				4.55				48.4			

表 1-21 实验室 4 地表水加标检测结果

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.09	0.080	0.01	10	0.33	0.40	0.05	13	4.0	4.5	0.43	9.7
		0.07				0.33				3.8			
		0.09				0.39				5.0			
		0.08				0.44				4.8			
		0.07				0.40				4.2			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.08				0.47				4.8			
		0.08				0.46				4.7			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.36	0.41	0.05	12	2.2	2.1	0.3	14	23.4	23.0	1.3	5.7
		0.36				1.9				23.3			
		0.47				1.7				20.1			
		0.41				2.4				24.1			
		0.44				2.4				24.1			
		0.48				2.3				22.3			
		0.37				1.8				23.6			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.48	0.45	0.03	6.8	2.4	2.1	0.2	10	18.3	21.2	3.0	14
		0.39				1.8				25.6			
		0.42				2.2				17.9			
		0.48				1.9				22.3			
		0.46				1.9				20.5			
		0.45				1.9				18.7			
		0.48				2.2				25.4			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.42	0.44	0.04	7.9	2.3	2.1	0.2	9.3	22.0	21.6	2.8	13
		0.49				2.1				25.3			
		0.46				2.2				17.9			
		0.42				1.7				23.9			
		0.45				2.2				17.8			
		0.38				2.2				20.5			
		0.48				2.1				23.9			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.49	0.44	0.05	11	1.9	2.1	0.2	11	23.4	22.0	3.2	15

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.51				1.8				20.3			
		0.40				1.8				17.8			
		0.46				2.5				24.8			
		0.42				2.1				25.7			
		0.36				2.3				24.8			
		0.41				2.2				17.5			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.42	0.42	0.03	7.5	1.8	2.0	0.2	11	24.3	20.0	2.7	13
		0.40				2.0				17.5			
		0.46				2.2				19.9			
		0.39				1.7				19.4			
		0.46				2.3				23.7			
		0.41				2.0				17.7			
		0.37				1.9				17.7			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.48	0.44	0.06	13	2.1	2.0	0.2	12	21.8	22.0	2.7	12
		0.40				1.7				25.8			
		0.43				2.1				24.4			
		0.51				1.6				19.5			
		0.37				2.2				24.6			
		0.37				1.9				18.5			
		0.50				2.3				19.4			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.43	0.44	0.04	9.4	2.0	2.1	0.2	9.5	22.2	22.4	2.7	12
		0.40				2.2				24.2			
		0.44				2.3				17.5			
		0.42				2.1				25.9			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.51				1.7				22.2			
		0.49				2.3				19.9			
		0.39				2.4				24.8			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.37	0.41	0.05	12	1.9	1.9	0.2	9.2	22.5	21.2	3.0	14
		0.40				1.7				26.0			
		0.41				1.9				17.9			
		0.36				2.1				22.2			
		0.38				2.2				17.8			
		0.52				1.8				18.1			
		0.41				1.7				23.8			
10	O ₈ CDF	0.56	0.61	0.04	6.5	2.9	3.3	0.3	8.1	40.6	36.8	3.1	8.5
		0.66				3.0				39.7			
		0.61				3.6				35.1			
		0.68				3.4				33.3			
		0.62				3.7				37.1			
		0.58				3.2				32.2			
		0.59				3.2				39.9			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.08	0.08	0.00	4.7	0.3	0.4	0.0	13	4.6	4.4	0.4	8.1
		0.08				0.3				4.9			
		0.09				0.4				4.6			
		0.08				0.4				4.0			
		0.08				0.3				3.9			
		0.09				0.4				4.8			
		0.08				0.4				4.3			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.49	0.47	0.02	4.9	2.3	2.2	0.4	16	23.7	21.0	2.7	13
		0.47				2.5				18.3			
		0.48				2.5				24.6			
		0.42				2.0				21.3			
		0.47				2.6				17.8			
		0.49				1.7				23.0			
		0.45				1.7				18.1			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.43	0.44	0.02	4.5	2.6	2.2	0.2	10	18.0	20.3	2.5	13
		0.47				1.9				17.6			
		0.43				2.3				22.0			
		0.44				2.2				17.7			
		0.41				2.5				22.6			
		0.46				2.1				19.6			
		0.45				2.1				24.3			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.42	0.46	0.02	4.8	2.5	2.0	0.4	18	18.3	21.1	2.5	12
		0.44				1.7				18.6			
		0.44				1.7				24.0			
		0.47				1.7				18.2			
		0.48				2.5				23.7			
		0.47				2.0				21.3			
		0.46				1.8				23.8			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.45	0.03	6.9	2.2	2.0	0.2	9.7	23.8	20.3	2.6	13
		0.46				1.8				24.3			
		0.41				2.1				20.2			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.48				2.0				17.8			
		0.41				1.9				18.9			
		0.48				2.4				19.6			
		0.44				1.9				17.3			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.45	0.46	0.02	4.6	2.1	2.1	0.2	12	19.9	20.0	2.5	12
		0.49				1.8				19.0			
		0.48				2.3				24.6			
		0.47				2.5				17.5			
		0.46				2.2				17.8			
		0.43				1.9				18.8			
		0.44				1.9				22.8			
17	O ₈ CDD	0.78	0.69	0.10	15	2.7	3.0	0.3	11	30.0	33.2	3.2	9.7
		0.80				3.6				35.9			
		0.71				2.9				28.5			
		0.65				3.1				35.7			
		0.51				3.2				33.6			
		0.79				2.5				30.9			
		0.59				2.9				37.8			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	0.92	0.89	0.01	1.5	4.45	4.2	0.2	5.4	43.0	43	0.9	2.0
		0.87				3.99				44.1			
		0.89				4.43				42.6			
		0.89				3.97				42.4			
		0.89				4.35				41.0			
		0.90				3.95				42.1			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.90				3.93				42.9			

表 1-22 实验室 5 地表水加标检测结果

验证单位：浙江省宁波生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.08	0.09	0.01	12	0.41	0.47	0.06	12	4.21	4.61	0.46	10
		0.09				0.54				4.06			
		0.10				0.56				5.29			
		0.10				0.42				5.21			
		0.08				0.41				4.81			
		0.08				0.49				4.26			
		0.09				0.47				4.45			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.45	0.50	0.04	8.9	2.09	2.2	0.2	7.8	23.7	23.8	0.4	1.8
		0.56				1.92				24.7			
		0.55				2.22				23.2			
		0.46				2.28				23.8			
		0.54				2.21				23.9			
		0.45				2.51				23.5			
		0.52				2.10				23.9			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.56	0.53	0.04	7.7	2.11	2.4	0.3	12	23.4	24.6	2.3	9.5
		0.50				2.44				27.0			
		0.54				2.77				24.7			
		0.59				2.73				24.2			
		0.53				1.94				24.1			
		0.57				2.59				20.4			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.46				2.40				28.2			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.45	0.48	0.03	5.9	2.54	2.3	0.2	8.4	28.1	23.3	3.0	13
		0.46				2.29				24.7			
		0.48				2.32				21.3			
		0.54				1.95				26.8			
		0.45				2.11				21.6			
		0.49				2.47				20.7			
		0.47				2.19				19.8			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.48	0.52	0.03	5.1	2.03	2.4	0.3	14	19.8	22.7	2.7	12
		0.54				2.08				23.0			
		0.52				2.34				26.8			
		0.53				2.52				21.8			
		0.55				2.84				21.9			
		0.50				2.03				19.4			
		0.56				2.84				26.3			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.55	0.50	0.04	8.2	1.92	2.3	0.2	10	27.2	25.4	2.4	9.4
		0.54				2.53				28.2			
		0.54				2.55				23.3			
		0.45				2.61				27.5			
		0.45				2.26				24.8			
		0.51				2.10				21.0			
		0.48				2.33				25.7			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.48	0.52	0.05	9.5	2.16	2.4	0.3	12	22.1	22.7	2.3	10
		0.50				2.65				19.1			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.49				1.91				22.0			
		0.56				2.53				24.0			
		0.58				2.12				23.1			
		0.45				2.66				27.1			
		0.58				2.68				21.5			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.59	0.52	0.04	7.8	2.76	2.3	0.3	13	21.0	23.8	2.8	12
		0.52				2.41				22.2			
		0.55				2.70				19.8			
		0.54				2.04				23.3			
		0.48				2.01				26.7			
		0.46				2.24				26.3			
		0.53				1.97				27.6			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.59	0.55	0.05	8.2	2.79	2.4	0.2	8.7	19.3	21.3	2.4	11
		0.57				2.05				23.7			
		0.59				2.44				19.5			
		0.49				2.57				20.7			
		0.50				2.40				20.4			
		0.59				2.29				26.2			
		0.50				2.45				19.6			
10	O ₈ CDF	0.66	0.60	0.13	21	3.99	4.1	0.4	9.8	44.7	41.8	3.2	7.6
		0.73				4.29				46.2			
		0.70				4.38				43.5			
		0.74				3.96				39.0			
		0.53				4.14				43.1			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.48				3.26				36.9			
		0.38				4.60				39.3			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.10	0.01	8.8	0.38	0.4	0.1	12	5.6	5.0	0.5	9.5
		0.11				0.39				5.6			
		0.10				0.53				4.9			
		0.10				0.40				4.5			
		0.10				0.38				5.6			
		0.11				0.45				4.6			
		0.08				0.40				4.7			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.52	0.48	0.04	7.9	2.59	2.4	0.2	10	22.0	23.0	2.4	10
		0.43				2.66				21.4			
		0.44				2.51				26.5			
		0.49				2.05				19.6			
		0.45				2.56				21.1			
		0.47				2.14				24.9			
		0.53				2.14				25.3			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.56	0.53	0.04	6.8	2.38	2.3	0.2	11	21.2	21.9	1.5	7.1
		0.57				1.99				21.7			
		0.56				2.29				22.7			
		0.57				2.24				19.7			
		0.50				2.49				25.1			
		0.48				2.10				21.4			
		0.50				2.80				21.4			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.47	0.51	0.05	9.7	2.27	2.4	0.3	12	25.2	24.1	2.3	9.6

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.59				2.67				26.0			
		0.50				2.41				21.0			
		0.52				2.20				21.8			
		0.46				1.97				26.2			
		0.48				2.18				26.8			
		0.59				2.80				21.6			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.47	0.48	0.04	8.6	2.27	2.4	0.3	11	20.0	22.6	2.1	9.3
		0.54				2.24				22.7			
		0.43				2.08				23.0			
		0.43				2.62				19.6			
		0.52				2.76				25.2			
		0.46				2.74				22.2			
		0.52				2.18				25.5			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.48	0.49	0.03	6.9	2.31	2.4	0.3	13	23.4	22.8	2.0	8.6
		0.48				2.02				19.2			
		0.55				2.53				23.9			
		0.50				2.67				26.0			
		0.43				2.97				22.0			
		0.48				2.38				23.5			
		0.51				2.06				21.8			
17	O ₈ CDD	0.71	0.69	0.09	13	4.10	3.9	0.3	7.1	42.4	39.7	2.8	7.2
		0.75				3.84				42.5			
		0.81				3.67				43.0			
		0.74				4.43				39.1			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.50				3.56				34.7			
		0.64				3.80				37.6			
		0.65				3.70				38.4			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.04	1.0	0.021	2.1	4.51	4.7	0.2	3.4	46.9	47	1.7	3.6
		1.00				4.80				48.7			
		0.99				5.00				48.9			
		1.05				4.68				45.0			
		0.99				4.51				47.4			
		1.01				4.69				45.5			
		1.00				4.67				50.0			

表 1-23 实验室 6 地表水加标检测结果

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.12	0.111	0.01	9.9	0.45	0.48	0.05	9.6	4.95	5.40	0.74	14
		0.12				0.49				4.47			
		0.11				0.47				6.00			
		0.12				0.58				4.34			
		0.09				0.48				5.93			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.12				0.42				6.33			
		0.10				0.48				5.78			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.60	0.60	0.04	6.1	3.1	2.8	0.3	9.7	23.0	27.2	2.9	11
		0.58				2.4				28.2			
		0.60				3.1				32.3			
		0.54				3.0				28.1			
		0.58				2.8				27.5			
		0.64				2.6				23.7			
		0.66				2.5				27.6			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.56	0.57	0.04	7.1	2.4	2.7	0.2	7.0	22.6	25.1	3.2	13
		0.63				2.6				21.6			
		0.63				3.0				24.7			
		0.54				2.7				28.7			
		0.54				2.6				22.9			
		0.53				2.6				31.0			
		0.56				2.9				24.0			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.58	0.57	0.04	6.8	2.6	2.4	0.2	10	23.8	25.0	2.2	8.7
		0.52				2.7				27.7			
		0.65				2.2				25.9			
		0.58				2.1				27.6			
		0.59				2.3				25.8			
		0.54				2.7				22.7			
		0.56				2.2				21.8			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.61	0.58	0.04	6.5	2.1	2.5	0.3	13	28.4	28.5	2.6	9.2

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.64				2.8				23.5			
		0.53				3.0				28.0			
		0.55				2.6				32.1			
		0.56				2.6				30.2			
		0.56				2.3				30.8			
		0.60				2.1				26.8			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.52	0.58	0.05	8.5	2.7	2.7	0.3	13	25.0	26.0	2.7	10
		0.54				2.7				22.3			
		0.61				2.2				23.4			
		0.52				2.2				27.7			
		0.65				2.9				26.3			
		0.61				3.0				26.4			
		0.59				3.1				31.2			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.64	0.62	0.05	8.0	2.3	2.6	0.2	9.8	27.6	28.3	2.6	9.3
		0.51				2.2				31.2			
		0.58				2.3				31.9			
		0.66				2.8				30.3			
		0.63				2.9				24.8			
		0.65				2.7				25.4			
		0.64				2.7				27.0			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.55	0.56	0.03	5.4	2.2	2.5	0.4	15.3	27.2	28.0	2.1	7.7
		0.55				3.0				26.3			
		0.60				2.2				24.8			
		0.59				2.3				30.0			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.53				2.1				30.4			
		0.52				2.9				30.6			
		0.60				3.1				26.7			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.65	0.62	0.04	6.8	2.9	2.7	0.2	7.6	24.7	26.9	2.8	10
		0.63				2.6				27.8			
		0.52				2.6				30.3			
		0.65				2.3				29.3			
		0.63				2.7				22.5			
		0.64				3.0				29.2			
		0.64				2.6				24.5			
10	O ₈ CDF	1.23	1.15	0.07	6.5	5.0	5.4	0.5	9.6	52.5	54.8	4.0	7.4
		1.06				6.3				53.1			
		1.28				5.0				54.8			
		1.09				6.0				52.7			
		1.18				4.9				56.9			
		1.09				5.0				50.2			
		1.15				5.6				63.5			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.08	0.10	0.01	13	0.6	0.5	0.1	14	6.3	6.1	0.3	5.2
		0.11				0.5				6.3			
		0.12				0.4				6.0			
		0.10				0.4				6.3			
		0.10				0.6				6.0			
		0.12				0.4				6.1			
		0.08				0.5				5.4			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.51	0.53	0.06	11	2.6	2.7	0.3	11	26.4	26.3	1.8	6.7
		0.48				2.5				24.5			
		0.64				3.0				25.5			
		0.48				2.2				27.0			
		0.59				2.6				26.5			
		0.49				3.0				24.2			
		0.53				2.9				29.9			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.60	0.58	0.06	10	2.6	2.7	0.3	12	28.4	25.6	1.9	7.6
		0.59				2.3				24.6			
		0.51				2.7				22.7			
		0.63				2.5				26.3			
		0.60				2.4				23.7			
		0.48				3.1				27.9			
		0.65				3.2				25.7			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.61	0.56	0.06	10	3.1	2.5	0.3	12	27.7	26.3	1.6	5.9
		0.47				2.3				26.1			
		0.62				2.3				27.4			
		0.49				2.4				24.6			
		0.53				2.3				25.5			
		0.60				2.9				24.1			
		0.60				2.4				28.6			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.56	0.58	0.04	6.2	2.6	2.7	0.2	7.9	22.6	26.6	2.3	8.7
		0.61				2.5				26.4			
		0.53				2.6				30.0			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.54				2.6				24.7			
		0.57				2.9				26.4			
		0.63				3.1				26.8			
		0.59				2.9				29.2			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.61	0.57	0.04	7.1	2.9	2.7	0.4	14.5	27.5	26.8	2.5	9.2
		0.54				2.2				28.2			
		0.60				3.2				23.4			
		0.51				2.9				29.9			
		0.54				2.3				25.8			
		0.62				3.1				29.4			
		0.54				2.2				23.5			
17	O ₈ CDD	0.57	0.76	0.09	12	4.3	3.6	0.5	12.9	38.5	40.1	3.0	7.4
		0.72				3.9				46.4			
		0.86				4.2				39.4			
		0.78				3.2				41.2			
		0.83				3.5				36.7			
		0.79				3.5				37.7			
		0.78				3.0				41.0			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.09	1.12	0.05	4.0	5.12	5.3	0.2	4.3	51.8	53	1.9	3.6
		1.11				5.07				50.3			
		1.22				5.44				53.2			
		1.06				4.86				56.3			
		1.13				5.31				51.8			
		1.10				5.47				54.9			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		1.12				5.50				54.1			

表 1-24 实验室 1~3 工业废水样品精密度测试数据

序号	化合物简称	实验室 1				实验室 2				实验室 3			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.27	0.22	0.04	17	0.31	0.29	0.08	28	0.37	0.32	0.07	22
		0.25				0.42				0.33			
		0.15				0.17				0.28			
		0.20				0.30				0.25			
		0.22				0.22				0.26			
		0.22				0.35				0.45			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.23	0.27	0.05	18	0.35	0.36	0.07	20	0.32	0.25	0.06	22
		0.29				0.41				0.27			
		0.37				0.30				0.28			
		0.22				0.40				0.21			
		0.28				0.24				0.15			
		0.26				0.44				0.29			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.26	0.22	0.05	24	0.29	0.23	0.05	21	0.30	0.24	0.04	18
		0.13				0.16				0.28			
		0.28				0.21				0.20			
		0.25				0.19				0.22			

序号	化合物简称	实验室 1				实验室 2				实验室 3			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.17				0.27				0.19			
		0.24				0.26				0.27			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.24	0.21	0.05	24	0.27	0.22	0.03	14	0.23	0.18	0.03	18
		0.11				0.24				0.16			
		0.25				0.18				0.13			
		0.24				0.20				0.18			
		0.21				0.22				0.15			
		0.22				0.20				0.23			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.34	0.26	0.08	32	0.35	0.27	0.08	30	0.35	0.23	0.08	36
		0.28				0.19				0.26			
		0.14				0.17				0.10			
		0.23				0.23				0.20			

序号	化合物简称	实验室 1				实验室 2				实验室 3			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.38				0.36				0.19			
		0.19				0.29				0.26			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
10	O ₈ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			

序号	化合物简称	实验室 1				实验室 2				实验室 3			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.41	0.32	0.08	27	0.35	0.26	0.10	38	0.25	0.22	0.08	37
		0.22				0.43				0.35			
		0.24				0.19				0.17			
		0.23				0.20				0.19			

序号	化合物简称	实验室 1				实验室 2				实验室 3			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.39				0.19				0.12			
		0.40				0.22				0.25			
17	O ₈ CDD	3.53	3.64	1.48	41	2.79	2.20	0.43	20	3.40	2.25	0.78	35
		3.35				2.71				2.84			
		1.72				1.81				1.56			
		2.32				2.03				1.83			
		6.02				1.81				1.40			
		4.89				2.07				2.47			
18	PCDD/FS (pg TEQ/L)	0.20	0.21	0.02	12	0.27	0.26	0.04	15	0.26	0.21	0.04	20
		0.20				0.30				0.22			
		0.26				0.21				0.20			
		0.18				0.28				0.17			
		0.22				0.20				0.14			
		0.21				0.31				0.25			

表 1-25 实验室 4~6 工业废水样品精密度测试数据

序号	化合物简称	实验室 4				实验室 5				实验室 6			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.26	0.21	0.04	21	0.34	0.24	0.08	35	0.39	0.30	0.06	19
		0.19				0.17				0.31			
		0.17				0.25				0.36			
		0.28				0.36				0.22			
		0.17				0.15				0.28			
		0.21				0.17				0.26			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.37	0.33	0.07	23	0.36	0.28	0.07	26	0.37	0.27	0.05	19
		0.23				0.21				0.30			
		0.36				0.19				0.25			
		0.45				0.38				0.23			
		0.25				0.29				0.23			
		0.30				0.24				0.24			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.29	0.29	0.05	18	0.28	0.24	0.03	12	0.40	0.27	0.07	25
		0.31				0.23				0.28			
		0.22				0.19				0.17			
		0.39				0.24				0.26			

序号	化合物简称	实验室 4				实验室 5				实验室 6			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.27				0.28				0.24			
		0.24				0.24				0.28			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.22	0.24	0.03	14	0.23	0.22	0.03	15	0.23	0.22	0.03	13
		0.27				0.19				0.20			
		0.19				0.17				0.16			
		0.28				0.22				0.24			
		0.22				0.27				0.23			
		0.23				0.23				0.23			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.21	0.21	0.02	7.4	0.23	0.20	0.01	6.4	0.29	0.22	0.06	28
		0.19				0.19				0.26			
		0.19				0.20				0.12			
		0.22				0.21				0.20			

序号	化合物简称	实验室 4				实验室 5				实验室 6			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.22				0.19				0.16			
		0.19				0.19				0.27			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
10	O ₈ CDF	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			

序号	化合物简称	实验室 4				实验室 5				实验室 6			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	/	/	/	ND	/	/	/	ND	/	/	/
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
		ND				ND				ND			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.21	0.23	0.05	21	0.33	0.21	0.06	30	0.23	0.25	0.04	15
		0.26				0.18				0.32			
		0.18				0.18				0.23			
		0.30				0.21				0.22			

序号	化合物简称	实验室 4				实验室 5				实验室 6			
		测定 结果	平均值	标准 偏差	相对标 准偏差	测定 结果	平均值	标准 偏差	相对标 准偏差	测定 结果	平均值	标准 偏差	相对标 准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.19				0.15				0.24			
		0.24				0.24				0.27			
17	O ₈ CDD	2.05	2.21	0.68	31	1.83	1.75	0.20	11	1.60	1.96	0.56	28
		2.23				1.70				2.87			
		1.70				1.70				1.69			
		3.63				2.05				1.83			
		1.92				1.44				1.19			
		1.75				1.75				2.59			
18	PCDD/FS (pg TEQ/L)	0.27	0.24	0.05	20	0.27	0.22	0.05	23	0.29	0.22	0.04	18
		0.20				0.17				0.24			
		0.24				0.16				0.20			
		0.33				0.28				0.19			
		0.20				0.22				0.19			
		0.22				0.19				0.20			

表 1-26 实验室 1 工业废水加标样品精密度测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.094	0.01	10.9	0.35	0.45	0.05	11.7	4.7	5.0	0.5	9.1
		0.07				0.44				4.9			
		0.09				0.48				5.2			
		0.10				0.47				5.6			
		0.10				0.45				5.1			
		0.09				0.54				4.2			
		0.11				0.44				5.5			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.58	0.53	0.04	8.4	2.10	2.37	0.29	12.3	22.5	23.9	3.8	15.8
		0.49				2.73				19.6			
		0.49				2.75				29.2			
		0.50				2.61				18.5			
		0.58				2.08				27.2			
		0.48				2.08				27.0			
		0.58				2.24				23.3			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.51	0.54	0.03	5.5	2.28	2.17	0.23	10.7	27.3	22.8	4.2	18.2
		0.54				2.17				25.6			
		0.59				1.90				27.9			
		0.49				2.35				23.6			
		0.54				1.92				17.1			
		0.55				1.99				17.1			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.53				2.57				21.3			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.47	0.51	0.04	8.1	2.85	2.33	0.35	14.9	19.6	20.0	1.7	8.7
		0.56				2.17				19.0			
		0.54				1.98				20.6			
		0.46				2.02				18.6			
		0.48				2.03				20.1			
		0.50				2.51				23.9			
		0.57				2.80				18.5			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.52	0.52	0.05	9.1	2.88	2.47	0.33	13.6	26.9	25.3	1.8	7.2
		0.57				2.15				26.8			
		0.45				2.12				25.8			
		0.52				2.20				22.6			
		0.57				2.74				25.2			
		0.55				2.92				27.2			
		0.45				2.27				22.6			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.54	0.54	0.03	5.6	2.47	2.43	0.20	8.2	22.0	23.8	2.3	9.6
		0.54				2.55				28.1			
		0.59				2.33				24.8			
		0.52				2.53				25.7			
		0.49				2.32				22.4			
		0.55				2.07				21.6			
		0.51				2.75				22.1			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.58	0.54	0.04	6.5	2.01	2.16	0.14	6.4	20.1	24.4	2.3	9.5
		0.50				2.02				27.7			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.54				2.04				23.4			
		0.53				2.21				23.8			
		0.49				2.20				25.5			
		0.57				2.26				23.8			
		0.58				2.41				26.8			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.49	0.51	0.04	8.6	2.25	2.57	0.20	8.0	20.3	23.5	3.3	14
		0.52				2.68				19.5			
		0.48				2.79				28.0			
		0.52				2.63				26.3			
		0.45				2.74				21.6			
		0.55				2.64				27.5			
		0.59				2.27				21.6			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.54	0.04	7.1	2.73	2.53	0.28	11	26.5	24.5	2.9	12
		0.53				1.99				19.1			
		0.50				2.80				27.6			
		0.59				2.76				24.0			
		0.56				2.32				26.3			
		0.59				2.72				21.4			
		0.50				2.41				26.6			
10	O ₈ CDF	0.60	0.54	0.04	7.7	3.28	3.41	0.32	9.2	38.6	38.9	3.0	7.6
		0.57				3.89				35.2			
		0.50				3.33				36.3			
		0.57				3.12				39.3			
		0.50				3.08				41.9			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.53				3.30				36.8			
		0.49				3.90				44.1			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.11	0.10	0.01	12.4	0.47	0.45	0.02	5.4	4.4	4.7	0.4	8.9
		0.11				0.45				5.1			
		0.10				0.42				5.0			
		0.08				0.43				4.3			
		0.09				0.45				5.4			
		0.11				0.43				5.0			
		0.09				0.50				4.2			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.58	0.53	0.04	8.2	2.15	2.53	0.21	8.5	21.5	21.4	1.6	7.6
		0.54				2.76				20.0			
		0.50				2.48				22.6			
		0.45				2.72				23.8			
		0.52				2.77				23.0			
		0.60				2.36				19.8			
		0.55				2.49				19.3			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.52	0.50	0.03	6.8	2.03	2.44	0.28	11	24.0	23.1	2.5	11
		0.53				2.83				26.1			
		0.46				2.23				19.2			
		0.49				2.73				25.0			
		0.49				2.25				22.3			
		0.45				2.66				25.5			
		0.54				2.37				19.9			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.50	0.04	8.1	2.12	2.26	0.26	12	22.0	21.8	2.3	11

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.55				2.15				23.6			
		0.51				2.60				21.7			
		0.58				2.70				18.9			
		0.47				2.02				21.4			
		0.46				2.30				26.2			
		0.47				1.97				19.1			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.46	0.51	0.03	6.0	2.05	2.33	0.36	15	22.0	21.7	2.6	12
		0.51				2.86				26.2			
		0.50				1.88				19.3			
		0.50				2.49				25.0			
		0.50				2.02				20.4			
		0.56				2.25				19.7			
		0.54				2.78				19.6			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.59	0.52	0.05	9.5	2.18	2.38	0.30	13	26.7	23.5	2.5	11
		0.54				1.96				23.8			
		0.53				2.09				22.9			
		0.55				2.62				22.6			
		0.56				2.35				22.6			
		0.44				2.68				19.0			
		0.45				2.78				26.9			
17	O ₈ CDD	0.64	0.56	0.10	18	3.69	3.15	0.34	11	43.9	40.2	4.2	10
		0.63				3.05				37.4			
		0.70				3.10				42.7			
		0.50				2.93				44.0			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.44				2.79				32.5			
		0.41				3.65				37.1			
		0.63				2.88				43.5			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.07	1.05	0.04	3.9	4.54	4.69	0.21	4.5	46.8	45	2.39	5.3
		1.07				4.84				47.7			
		1.05				4.40				48.5			
		0.96				4.92				46.2			
		1.02				4.58				43.7			
		1.10				4.55				42.7			
		1.05				4.99				41.9			

表 1-27 实验室 2 工业废水加标样品精密度测试数据

验证单位：浙江省台州生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.11	0.10	0.01	12	0.41	0.50	0.06	13	4.44	4.6	0.5	12
		0.12				0.49				5.55			
		0.11				0.53				4.69			
		0.10				0.54				4.51			
		0.08				0.55				4.02			
		0.09				0.56				3.81			
		0.11				0.39				5.02			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.56	0.53	0.03	6.5	2.46	2.55	0.15	5.9	28.6	25.1	3.5	14
		0.51				2.47				27.4			
		0.51				2.63				26.7			
		0.58				2.27				27.5			
		0.58				2.67				20.6			
		0.48				2.74				26.2			
		0.53				2.64				19.0			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.55	0.55	0.04	7.2	2.61	2.39	0.26	11	28.3	22.8	3.7	16
		0.57				2.79				21.3			
		0.55				2.11				21.0			
		0.53				2.31				21.8			
		0.59				2.61				27.6			
		0.46				2.16				16.9			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.57				2.14				22.3			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.59	0.55	0.05	9.0	2.42	2.41	0.23	9.7	28.6	24.3	4.0	17
		0.58				2.52				22.4			
		0.59				2.06				20.5			
		0.52				2.74				22.8			
		0.45				2.10				18.4			
		0.58				2.40				28.2			
		0.51				2.61				29.3			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.47	0.52	0.04	7.2	2.56	2.60	0.17	6.6	23.8	25.4	2.5	9.9
		0.53				2.56				28.3			
		0.49				2.75				24.2			
		0.54				2.29				21.5			
		0.50				2.60				23.8			
		0.59				2.53				27.6			
		0.52				2.89				28.3			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.52	0.52	0.04	7.8	2.48	2.36	0.28	12	21.3	21.5	1.7	8.1
		0.45				2.82				20.1			
		0.51				1.97				23.9			
		0.59				2.12				23.8			
		0.56				2.58				19.8			
		0.50				2.13				19.4			
		0.52				2.42				22.6			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.49	0.52	0.04	8.0	2.52	2.43	0.31	13	26.1	23.6	2.8	12
		0.48				1.98				19.1			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.59				2.22				24.2			
		0.50				2.20				23.3			
		0.50				2.37				27.8			
		0.58				2.77				24.1			
		0.54				2.94				20.7			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.48	0.51	0.03	5.4	2.16	2.36	0.23	9.9	25.6	25.3	2.1	8.3
		0.52				2.60				27.4			
		0.54				2.44				20.7			
		0.54				2.69				26.9			
		0.49				2.05				24.9			
		0.51				2.10				25.0			
		0.47				2.45				27.0			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.56	0.50	0.04	7.4	2.75	2.47	0.30	12	24.5	22.9	1.9	8.2
		0.46				2.51				24.4			
		0.55				2.37				19.4			
		0.50				2.79				22.4			
		0.49				2.08				25.0			
		0.51				2.74				23.6			
		0.45				2.02				21.2			
10	O ₈ CDF	0.61	0.56	0.10	17	3.61	3.08	0.56	18	34.6	39.5	5.0	13
		0.43				2.46				45.9			
		0.42				3.67				45.2			
		0.54				2.61				44.6			
		0.68				3.88				36.8			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.67				2.58				36.3			
		0.57				2.74				33.5			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.08	0.09	0.01	15	0.47	0.49	0.05	10	4.25	4.7	0.4	9.0
		0.10				0.56				4.30			
		0.08				0.42				4.70			
		0.08				0.56				4.25			
		0.11				0.44				4.80			
		0.09				0.48				5.45			
		0.11				0.50				5.05			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.56	0.53	0.06	11	2.06	2.38	0.32	14	25.8	21.9	2.3	10
		0.53				2.13				20.8			
		0.59				2.61				20.3			
		0.48				2.79				24.5			
		0.53				2.04				22.8			
		0.59				2.82				19.2			
		0.43				2.21				20.3			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.51	0.50	0.03	6.2	2.78	2.49	0.34	14	20.5	22.3	1.7	7.6
		0.47				2.62				22.4			
		0.45				2.19				23.3			
		0.52				2.73				22.7			
		0.50				2.02				21.4			
		0.55				2.14				20.2			
		0.47				2.97				25.6			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.45	0.49	0.06	11	2.92	2.64	0.27	10	23.3	22.8	1.7	7.5

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.47				2.12				22.5			
		0.45				2.79				22.6			
		0.42				2.93				19.3			
		0.59				2.50				22.4			
		0.51				2.53				24.8			
		0.54				2.68				24.7			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.53	0.53	0.03	5.0	1.99	2.31	0.28	12	24.4	23.5	2.0	8.5
		0.52				2.80				24.3			
		0.53				2.16				21.0			
		0.53				2.17				20.3			
		0.59				2.59				24.3			
		0.50				2.43				26.5			
		0.51				2.04				23.9			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.59	0.52	0.06	12	2.30	2.33	0.18	7.8	25.8	23.7	1.5	6.5
		0.56				2.16				23.1			
		0.56				2.54				22.2			
		0.45				2.10				24.5			
		0.43				2.19				21.4			
		0.59				2.49				23.3			
		0.49				2.57				25.6			
17	O ₈ CDD	0.46	0.55	0.06	12	4.02	3.44	0.32	9.4	38.0	40.8	2.6	6.5
		0.55				3.47				44.5			
		0.67				3.04				39.1			
		0.52				3.79				37.1			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.51				3.24				41.0			
		0.51				3.38				42.7			
		0.61				3.18				43.6			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.05	1.04	0.03	2.8	4.81	4.85	0.15	3.0	50.8	46	2.52	5.5
		1.05				5.01				44.0			
		1.06				4.66				43.8			
		0.99				5.07				45.4			
		1.09				4.70				48.0			
		1.04				4.93				43.1			
		1.02				4.77				46.1			

表 1-28 实验室 3 工业废水加标样品精密度测试数据

验证单位：湖北省生态环境监测中心站

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.08	0.096	0.02	17	0.53	0.49	0.04	7.3	5.5	4.7	0.6	12
		0.12				0.45				5.0			
		0.07				0.49				4.0			
		0.11				0.48				4.5			
		0.08				0.54				5.3			
		0.11				0.44				3.8			
		0.10				0.50				4.8			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.59	0.53	0.04	8.5	2.24	2.37	0.34	14	18.5	20.2	2.0	10
		0.53				2.33				16.9			
		0.50				2.85				20.7			
		0.46				2.83				21.2			
		0.58				2.45				23.8			
		0.52				1.94				20.0			
		0.50				1.96				20.6			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.46	0.52	0.04	8.6	2.19	2.40	0.23	9.5	23.1	24.2	2.8	12
		0.54				2.25				23.7			
		0.46				2.74				19.6			
		0.56				2.05				23.5			
		0.54				2.46				29.1			
		0.49				2.62				23.2			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.58				2.48				27.1			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.56	0.57	0.02	2.6	2.37	2.34	0.26	11	21.0	20.3	2.9	14
		0.55				2.00				18.0			
		0.56				2.70				16.7			
		0.58				2.06				25.6			
		0.59				2.69				21.5			
		0.57				2.23				22.2			
		0.59				2.35				17.4			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.51	0.52	0.04	8.3	2.83	2.65	0.28	11	20.3	22.7	2.1	9.3
		0.46				2.19				20.2			
		0.56				2.48				21.5			
		0.49				2.36				22.9			
		0.58				2.96				24.0			
		0.55				2.81				23.8			
		0.48				2.94				26.5			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.53	0.52	0.04	7.9	1.97	2.47	0.37	15	25.8	23.4	2.2	9.6
		0.52				2.65				25.3			
		0.50				2.88				22.5			
		0.60				2.11				21.6			
		0.48				2.14				24.8			
		0.46				2.94				24.6			
		0.53				2.64				19.1			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.48	0.53	0.03	6.0	2.26	2.34	0.34	14	25.4	22.9	2.9	13
		0.55				2.25				25.8			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.53				1.99				26.9			
		0.50				2.92				22.9			
		0.53				1.99				20.8			
		0.58				2.20				19.2			
		0.57				2.75				19.6			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.49	0.52	0.05	8.8	2.25	2.39	0.38	16	27.4	25.7	3.1	12
		0.57				2.93				26.0			
		0.57				2.07				27.4			
		0.50				2.02				28.3			
		0.50				1.95				23.7			
		0.45				2.71				19.0			
		0.57				2.81				28.2			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.50	0.04	7.5	2.15	2.32	0.31	13	23.7	23.8	2.0	8.5
		0.47				2.84				22.7			
		0.49				2.76				26.6			
		0.54				2.22				22.4			
		0.57				2.14				23.3			
		0.46				2.03				20.9			
		0.48				2.14				26.8			
10	O ₈ CDF	0.69	0.56	0.08	15	3.88	3.42	0.54	16	40.8	39.9	3.1	7.8
		0.53				3.78				39.4			
		0.62				2.57				37.9			
		0.47				3.54				42.4			
		0.55				3.58				43.9			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.63				3.98				33.7			
		0.44				2.62				41.1			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.08	0.09	0.01	9.6	0.45	0.47	0.05	11	4.6	4.3	0.1	3.0
		0.10				0.41				4.1			
		0.11				0.42				4.3			
		0.09				0.52				4.3			
		0.11				0.45				4.3			
		0.10				0.49				4.2			
		0.09				0.56				4.4			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.57	0.53	0.04	7.8	2.18	2.49	0.25	10.0	21.7	23.8	2.1	9.0
		0.59				2.30				22.7			
		0.52				2.85				26.8			
		0.50				2.35				27.0			
		0.55				2.32				23.2			
		0.51				2.65				21.2			
		0.46				2.81				23.9			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.49	0.04	7.1	2.37	2.46	0.22	8.9	24.3	22.5	2.0	9.1
		0.51				2.08				23.6			
		0.56				2.53				25.5			
		0.45				2.66				22.3			
		0.49				2.79				22.5			
		0.45				2.50				19.8			
		0.50				2.29				19.6			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.54	0.50	0.07	14	2.38	2.36	0.22	9.4	23.0	23.4	2.3	9.6

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.41				2.31				20.2			
		0.41				2.66				26.2			
		0.44				2.46				23.8			
		0.52				2.04				20.5			
		0.55				2.62				24.1			
		0.60				2.09				26.3			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.51	0.51	0.05	10	1.90	2.33	0.32	14	19.3	22.2	2.0	8.9
		0.45				2.45				21.4			
		0.52				2.51				24.1			
		0.58				2.77				25.4			
		0.46				2.22				22.0			
		0.57				1.89				20.5			
		0.46				2.60				23.1			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.51	0.03	6.8	2.26	2.42	0.33	14	24.9	23.3	2.5	11
		0.46				2.64				24.3			
		0.52				1.88				19.4			
		0.56				2.31				25.9			
		0.55				2.97				24.0			
		0.53				2.64				25.3			
		0.48				2.29				19.5			
17	O ₈ CDD	0.72	0.58	0.09	16	3.60	3.52	0.21	6.0	40.2	40.4	2.9	7.2
		0.62				3.44				40.8			
		0.49				3.97				36.1			
		0.46				3.34				43.6			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.69				3.37				37.1			
		0.56				3.62				40.4			
		0.51				3.34				44.8			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.01	1.03	0.02	2.0	4.48	4.85	0.29	5.9	45.1	46	1.68	3.6
		1.06				4.53				44.9			
		1.01				5.24				46.0			
		1.03				4.71				48.4			
		1.07				4.77				48.5			
		1.02				5.06				43.9			
		1.03				5.19				47.3			

表 1-29 实验室 4 工业废水加标样品精密度测试数据

验证单位: 重庆市生态环境监测中心

测试日期: 2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.07	0.085	0.01	14	0.45	0.41	0.05	13	3.35	4.27	0.48	11
		0.10				0.40				4.78			
		0.10				0.35				3.97			
		0.08				0.47				4.00			
		0.07				0.44				4.40			
		0.09				0.32				4.70			
		0.08				0.44				4.68			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.39	0.44	0.03	6.7	1.73	1.89	0.17	9.2	23.5	21.7	2.8	13
		0.46				1.74				19.7			
		0.41				1.75				23.3			
		0.48				1.80				21.5			
		0.42				2.00				23.4			
		0.45				2.06				16.0			
		0.44				2.19				24.6			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.39	0.43	0.04	8.9	2.15	2.11	0.18	8.7	15.2	18.1	3.2	18
		0.46				1.75				15.4			
		0.39				2.27				23.9			
		0.41				1.93				19.8			
		0.50				2.29				14.4			
		0.42				2.21				20.6			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.43	0.43	0.04	9.4	2.19	2.00	0.18	8.9	17.7	18.2	1.5	8.4
		0.39				1.92				17.8			
		0.42				2.02				18.3			
		0.47				2.12				20.1			
		0.46				1.72				20.1			
		0.40				2.08				15.4			
		0.50				1.84				19.0			
		0.40				2.30				17.2			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.48	0.46	0.04	8.0	1.96	2.13	0.29	14	17.6	19.3	2.0	10
		0.41				2.48				18.9			
		0.50				1.82				16.9			
		0.50				1.70				21.1			
		0.40				2.13				17.3			
		0.48				2.47				21.8			
		0.45				2.36				21.6			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.44	0.47	0.02	4.7	2.07	1.99	0.23	17	17.9	19.8	2.0	10
		0.49				1.67				18.8			
		0.47				2.20				17.9			
		0.49				2.38				23.2			
		0.46				1.77				19.3			
		0.44				2.01				18.9			
		0.49				1.86				22.6			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.49	0.48	0.02	3.2	2.36	2.19	0.26	12	17.2	20.9	2.8	14
		0.48				1.72				22.6			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.49				2.40				20.6			
		0.47				1.88				21.3			
		0.47				2.47				24.1			
		0.45				2.17				16.5			
		0.49				2.36				24.0			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.45	0.45	0.03	5.8	2.38	2.06	0.26	13	20.9	18.7	2.4	13
		0.47				2.37				16.8			
		0.46				1.74				19.7			
		0.42				1.64				16.7			
		0.41				2.18				17.6			
		0.48				2.07				16.2			
		0.47				2.02				23.1			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.44	0.45	0.04	7.9	1.95	2.03	0.25	13	19.8	20.6	1.9	9.3
		0.50				2.17				21.7			
		0.49				2.15				22.4			
		0.43				2.16				22.8			
		0.39				2.39				20.3			
		0.45				1.62				16.6			
		0.42				1.74				20.9			
10	O ₈ CDF	0.62	0.52	0.06	11	2.76	2.72	0.21	7.8	28.3	27.9	1.4	5.2
		0.51				2.33				28.4			
		0.49				2.87				29.2			
		0.44				2.93				29.9			
		0.54				2.47				25.9			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.46				2.84				27.8			
		0.57				2.87				25.8			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.07	0.08	0.01	11	0.40	0.38	0.04	10	4.4	4.0	0.4	9.2
		0.08				0.45				3.8			
		0.07				0.33				3.8			
		0.09				0.35				4.5			
		0.09				0.38				3.7			
		0.10				0.39				4.3			
		0.08				0.34				3.5			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.45	0.05	11	1.72	2.15	0.29	14	19.3	21.0	1.6	7.4
		0.37				2.21				22.7			
		0.48				2.29				22.9			
		0.42				2.40				21.4			
		0.40				2.28				22.4			
		0.49				2.44				19.5			
		0.47				1.67				19.2			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.49	0.44	0.03	7.7	1.76	1.99	0.20	10	21.0	20.5	1.0	5.0
		0.46				1.96				20.4			
		0.43				2.10				20.8			
		0.49				1.77				18.6			
		0.41				2.39				19.8			
		0.39				1.94				21.0			
		0.43				2.01				22.1			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.46	0.43	0.05	12	1.84	2.11	0.27	13	22.2	19.7	1.8	9.4

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.37				2.11				20.3			
		0.35				1.80				22.1			
		0.45				2.16				16.6			
		0.42				1.89				19.2			
		0.51				2.54				18.4			
		0.47				2.44				19.2			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.42	0.41	0.03	8.1	2.16	2.09	0.29	14	22.1	20.0	1.9	9.7
		0.47				1.73				17.6			
		0.38				2.45				21.3			
		0.43				1.87				17.0			
		0.37				2.46				19.8			
		0.40				2.23				22.2			
		0.37				1.73				19.8			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.46	0.43	0.04	10	1.96	2.18	0.18	8.3	22.5	19.7	2.3	12
		0.38				2.17				16.6			
		0.41				2.37				22.9			
		0.36				2.16				17.0			
		0.48				1.97				18.3			
		0.45				2.17				19.8			
		0.47				2.49				20.7			
17	O ₈ CDD	0.69	0.58	0.08	14	2.14	2.59	0.37	14	23.5	27.8	2.8	9.9
		0.49				2.67				26.7			
		0.54				3.23				25.2			
		0.59				2.79				32.4			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.47				2.13				27.8			
		0.68				2.81				28.9			
		0.57				2.40				29.9			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	0.87	0.88	0.02	1.9	3.94	4.16	0.19	4.60	37.4	40	1.92	4.8
		0.86				4.00				38.6			
		0.86				4.29				43.4			
		0.87				4.06				41.0			
		0.88				4.40				37.8			
		0.91				4.43				40.0			
		0.89				4.00				39.0			

表 1-30 实验室 5 工业废水加标样品精密度测试数据

验证单位：浙江省宁波生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.09	0.01	16	0.47	0.46	0.05	12	5.06	5.01	0.56	11
		0.11				0.53				5.13			
		0.09				0.48				3.90			
		0.08				0.35				5.67			
		0.07				0.44				5.12			
		0.08				0.43				4.56			
		0.08				0.48				5.60			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.56	0.55	0.02	4.2	2.67	2.29	0.28	12	29.4	24.3	4.07	17
		0.56				2.13				23.1			
		0.57				2.49				23.6			
		0.58				1.92				21.7			
		0.53				2.36				27.0			
		0.51				2.54				16.7			
		0.53				1.91				28.3			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.46	0.50	0.04	7.0	2.15	2.31	0.19	8.3	24.3	24.9	2.87	12
		0.50				2.18				26.2			
		0.57				2.37				27.2			
		0.47				2.15				21.7			
		0.53				2.69				28.6			
		0.49				2.18				26.1			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.52				2.48				19.9			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.52	0.51	0.05	9.6	2.71	2.47	0.25	10.2	24.7	24.0	3.83	16
		0.51				2.35				20.6			
		0.59				2.68				21.7			
		0.46				2.05				27.4			
		0.57				2.18				29.2			
		0.46				2.60				26.5			
		0.47				2.70				17.6			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.45	0.52	0.04	8.4	2.48	2.34	0.27	12	27.9	24.7	2.00	8.1
		0.48				1.94				23.4			
		0.51				2.75				26.2			
		0.59				2.59				22.7			
		0.55				2.27				21.8			
		0.56				2.02				24.9			
		0.54				2.38				25.9			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.49	0.51	0.04	7.7	2.48	2.65	0.26	9.8	25.7	23.3	2.30	9.8
		0.58				2.86				23.8			
		0.50				2.09				19.8			
		0.47				2.88				22.7			
		0.49				2.79				26.6			
		0.56				2.74				24.1			
		0.50				2.75				20.6			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.48	0.52	0.03	5.9	2.35	2.32	0.29	12	23.8	23.3	2.89	12
		0.52				2.14				19.5			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.52				2.70				27.6			
		0.56				1.94				25.8			
		0.56				2.03				19.1			
		0.48				2.36				22.7			
		0.51				2.74				24.4			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.57	0.52	0.04	7.8	2.34	2.25	0.22	9.6	22.0	21.6	2.03	9.4
		0.58				2.08				20.0			
		0.51				1.95				19.6			
		0.50				2.52				20.2			
		0.51				2.03				24.3			
		0.46				2.53				25.0			
		0.50				2.31				20.5			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.45	0.49	0.04	8.0	2.31	2.17	0.19	8.9	20.9	22.2	2.19	9.9
		0.49				2.10				19.7			
		0.55				1.92				23.7			
		0.46				2.36				20.2			
		0.55				2.11				26.4			
		0.45				2.46				21.2			
		0.50				1.95				23.0			
10	O ₈ CDF	0.47	0.54	0.05	8.9	2.77	3.43	0.49	14	33.2	41.6	5.78	14
		0.57				3.89				44.2			
		0.53				3.61				45.8			
		0.61				3.97				44.6			
		0.49				3.10				31.9			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.54				2.80				45.8			
		0.61				3.84				45.8			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.08	0.10	0.01	12	0.49	0.48	0.06	12	5.1	4.6	0.28	6.0
		0.10				0.42				4.6			
		0.08				0.48				4.7			
		0.10				0.54				4.2			
		0.11				0.38				4.5			
		0.09				0.51				4.5			
		0.11				0.53				4.9			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.53	0.54	0.05	9.9	1.96	2.54	0.38	15	21.5	22.8	1.67	7.3
		0.57				2.81				23.2			
		0.59				2.75				21.6			
		0.57				2.00				21.2			
		0.47				2.50				21.9			
		0.60				2.81				24.7			
		0.45				2.97				25.8			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.55	0.50	0.05	10	2.13	2.44	0.20	8.1	21.3	20.9	1.06	5.1
		0.49				2.46				20.1			
		0.54				2.65				20.0			
		0.43				2.29				21.3			
		0.53				2.26				21.9			
		0.53				2.62				22.6			
		0.41				2.65				19.4			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.42	0.48	0.04	9.0	2.85	2.39	0.27	11	23.8	24.0	2.13	8.9

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.46				2.23				20.0			
		0.53				2.69				25.8			
		0.52				2.11				27.0			
		0.48				2.12				22.8			
		0.44				2.26				25.4			
		0.53				2.50				23.6			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.49	0.50	0.04	7.7	2.88	2.46	0.40	16	19.4	22.5	2.32	10
		0.49				1.92				20.0			
		0.51				2.48				26.8			
		0.43				2.84				24.3			
		0.54				1.90				22.6			
		0.49				2.87				22.1			
		0.56				2.34				22.6			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.53	0.49	0.04	7.8	2.11	2.55	0.29	11	26.8	21.9	2.75	13
		0.45				2.80				25.3			
		0.48				2.56				21.3			
		0.46				2.30				21.3			
		0.48				2.85				19.1			
		0.57				2.91				19.4			
		0.47				2.31				20.3			
17	O ₈ CDD	0.70	0.63	0.09	14.8	2.93	3.33	0.32	9.7	41.3	41.1	2.91	7.1
		0.68				3.79				35.0			
		0.56				3.00				44.0			
		0.45				3.55				39.8			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.72				3.09				44.4			
		0.58				3.26				41.4			
		0.72				3.69				41.7			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	0.97	1.03	0.03	3.3	4.58	4.85	0.26	5.4	47.4	47	1.35	2.9
		1.04				4.73				46.4			
		1.09				5.08				48.2			
		1.02				4.49				45.0			
		1.03				4.76				48.8			
		1.04				5.00				48.7			
		1.00				5.27				45.9			

表 1-31 实验室 6 工业废水加标样品精密度测试数据

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.109	0.01	9.3	0.58	0.56	0.03	4.7	4.54	5.48	0.63	11
		0.12				0.53				4.80			
		0.11				0.51				5.63			
		0.13				0.57				5.12			
		0.11				0.57				6.37			
		0.12				0.56				6.04			
		0.09				0.58				5.87			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.68	0.59	0.05	8.1	2.66	2.63	0.29	11	33.5	27.6	6.10	22
		0.55				2.44				34.2			
		0.60				2.65				28.8			
		0.54				2.24				19.4			
		0.54				3.13				23.1			
		0.61				2.39				20.4			
		0.57				2.90				34.0			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.54	0.59	0.04	6.5	2.83	2.87	0.22	7.6	20.8	27.9	4.49	16
		0.63				3.13				30.0			
		0.62				2.97				27.6			
		0.59				2.77				23.9			
		0.53				2.90				34.6			
		0.55				2.41				25.8			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.62	0.60	0.05	8.1	3.05	2.86	0.21	7.3	32.4	27.2	4.00	15
		0.58				2.49				27.8			
		0.66				2.78				24.4			
		0.68				2.90				29.1			
		0.56				3.04				23.7			
		0.62				3.11				21.2			
		0.56				3.03				31.2			
		0.55				2.66				33.2			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.61	0.59	0.05	8.3	2.50	2.71	0.40	15	25.9	27.9	3.56	13
		0.53				2.26				22.4			
		0.64				2.61				24.4			
		0.56				3.33				28.1			
		0.60				2.71				30.4			
		0.68				2.31				33.0			
		0.55				3.25				31.1			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.65	0.61	0.04	7.3	3.14	2.86	0.29	10	23.0	29.2	3.44	12
		0.63				2.36				32.9			
		0.68				2.83				27.8			
		0.58				2.76				33.0			
		0.62				3.34				26.2			
		0.53				2.83				29.6			
		0.58				2.78				31.6			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.64	0.62	0.04	5.8	3.29	2.91	0.40	14	27.5	28.0	1.01	3.6
		0.55				2.28				26.2			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.64				3.33				29.4			
		0.59				3.04				27.4			
		0.64				2.49				28.0			
		0.62				2.66				29.1			
		0.66				3.30				28.0			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.59	0.59	0.04	6.9	2.76	2.76	0.32	12	31.7	31.3	1.30	4.2
		0.58				3.11				33.5			
		0.56				2.87				30.7			
		0.61				2.73				29.4			
		0.59				3.17				30.6			
		0.66				2.22				32.6			
		0.52				2.44				30.4			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.52	0.62	0.05	8.4	2.39	2.47	0.31	13	33.4	27.3	3.17	12
		0.67				2.28				29.5			
		0.67				2.28				24.9			
		0.58				2.73				26.3			
		0.59				2.35				22.7			
		0.65				3.11				27.6			
		0.65				2.17				27.1			
10	O ₈ CDF	0.77	0.68	0.08	12	3.73	3.39	0.24	7.1	33.5	31.8	1.88	5.9
		0.61				3.37				31.7			
		0.71				3.66				33.6			
		0.76				3.49				30.4			
		0.74				3.34				32.6			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.56				3.04				32.7			
		0.61				3.10				27.9			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.11	0.11	0.01	13	0.53	0.52	0.06	11	5.7	5.7	0.53	9.2
		0.12				0.54				5.1			
		0.12				0.44				6.6			
		0.09				0.50				6.0			
		0.11				0.50				5.7			
		0.09				0.47				5.0			
		0.12				0.63				6.0			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.62	0.58	0.04	7.3	2.63	2.67	0.29	11	22.8	27.8	3.64	13
		0.63				3.07				29.7			
		0.49				2.36				30.4			
		0.58				2.90				31.4			
		0.57				2.98				22.4			
		0.57				2.40				26.3			
		0.58				2.36				31.3			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.49	0.60	0.05	8.9	2.25	2.78	0.34	12	24.4	26.4	3.19	12
		0.63				3.16				23.1			
		0.58				2.80				22.6			
		0.66				2.80				26.3			
		0.59				3.06				26.3			
		0.66				2.33				30.5			
		0.61				3.08				31.4			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.52	0.54	0.03	6.2	2.95	2.69	0.32	12	23.2	28.1	3.23	14

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.58				2.31				29.9			
		0.57				3.03				23.5			
		0.57				2.33				29.7			
		0.49				2.85				31.4			
		0.52				2.34				27.7			
		0.49				3.01				31.3			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.64	0.59	0.04	7.6	2.83	2.67	0.24	8.8	28.4	26.8	2.59	9.7
		0.51				2.79				30.4			
		0.62				2.46				22.3			
		0.64				2.57				24.2			
		0.62				2.97				28.6			
		0.56				2.81				27.6			
		0.58				2.24				26.3			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.49	0.54	0.04	8.0	2.49	2.71	0.35	13	23.4	24.9	2.66	11
		0.50				2.92				28.3			
		0.56				2.17				28.5			
		0.50				2.70				22.4			
		0.62				2.47				27.1			
		0.56				3.29				22.5			
		0.53				2.95				22.5			
17	O ₈ CDD	0.55	0.65	0.10	15	3.77	3.41	0.24	7.0	37.0	31.5	4.20	13
		0.78				2.99				26.8			
		0.50				3.23				37.1			
		0.63				3.51				28.6			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.63				3.39				26.7			
		0.77				3.62				30.3			
		0.70				3.36				34.1			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.17	1.16	0.03	2.4	5.48	5.51	0.25	4.6	48.6	55.7	3.73	6.7
		1.22				5.70				57.0			
		1.17				5.37				56.4			
		1.15				5.58				55.2			
		1.14				5.80				56.1			
		1.12				4.98				54.4			
		1.18				5.66				62.2			

表 1-32 实验室 1 海水加标样品精密度测试数据

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.101	0.093	0.01	7.2	0.38	0.45	0.04	8.6	4.36	4.30	0.15	3.4
		0.092				0.44				4.48			
		0.083				0.49				4.39			
		0.103				0.48				4.37			
		0.087				0.43				4.34			
		0.090				0.49				4.17			
		0.096				0.42				4.01			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.46	0.03	7.3	2.04	2.01	0.10	5.0	22.1	21.9	3.2	15
		0.48				1.90				22.9			
		0.45				2.01				25.1			
		0.49				1.90				25.3			
		0.41				2.22				16.7			
		0.42				2.01				23.9			
		0.45				2.03				17.6			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.49	0.51	0.04	8.0	1.93	2.21	0.23	10	18.1	23.5	3.7	15.76
		0.52				2.17				21.6			
		0.53				2.46				27.7			
		0.59				2.61				21.3			
		0.48				2.14				29.2			
		0.50				1.98				21.3			
		0.46				2.20				25.2			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.45	0.50	0.04	8.9	2.55	2.19	0.17	7.6	26.9	22.0	4.2	18.9

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.46				2.09				28.2			
		0.47				2.00				24.0			
		0.49				2.16				16.7			
		0.59				2.15				17.6			
		0.50				2.11				19.4			
		0.53				2.25				21.4			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.54	0.52	0.04	7.3	2.55	2.29	0.28	12.2	28.4	22.7	3.4	14.9
		0.56				2.04				23.0			
		0.51				2.50				19.1			
		0.46				2.02				26.8			
		0.58				2.14				19.4			
		0.49				2.05				20.0			
		0.51				2.76				22.4			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.52	0.03	6.5	2.77	2.35	0.26	11.1	25.7	23.3	3.4	14.5
		0.47				2.33				23.4			
		0.52				2.51				20.6			
		0.54				2.45				20.0			
		0.58				1.97				28.3			
		0.50				2.44				26.3			
		0.50				2.01				18.7			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.55	0.51	0.04	8.3	1.94	2.32	0.27	11.5	21.9	23.0	1.7	7.6
		0.58				2.09				25.0			
		0.47				2.02				22.1			
		0.50				2.54				25.2			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.46				2.55				20.4			
		0.48				2.57				21.7			
		0.53				2.54				24.4			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.52	0.04	8.5	2.72	2.34	0.31	13.1	27.9	24.2	2.7	11.1
		0.55				2.29				26.4			
		0.57				2.81				21.3			
		0.58				2.46				19.9			
		0.55				2.12				23.0			
		0.48				1.97				25.8			
		0.45				2.04				25.2			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.54	0.49	0.03	6.6	1.94	2.32	0.23	9.9	26.8	24.7	2.2	8.7
		0.53				2.41				23.0			
		0.49				2.21				22.0			
		0.46				2.29				23.7			
		0.45				2.17				23.1			
		0.49				2.63				28.2			
		0.46				2.61				26.1			
10	O ₈ CDF	0.78	0.73	0.05	7.3	3.49	3.42	0.30	8.7	39.4	42.6	2.7	6.4
		0.75				3.20				41.1			
		0.65				4.06				39.1			
		0.75				3.34				45.4			
		0.70				3.25				46.6			
		0.67				3.09				44.7			
		0.81				3.48				42.3			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.09	0.09	0.01	11.3	0.39	0.48	0.07	14.2	4.7	4.9	0.3	5.2
		0.08				0.54				4.9			
		0.11				0.52				5.0			
		0.10				0.56				4.9			
		0.10				0.53				4.5			
		0.10				0.44				5.3			
		0.08				0.39				5.2			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.45	0.46	0.02	3.6	2.00	2.23	0.29	13.2	19.0	22.5	2.8	12.5
		0.43				1.91				23.1			
		0.48				2.79				26.0			
		0.47				2.01				22.3			
		0.48				2.19				26.9			
		0.48				2.54				19.5			
		0.45				2.20				20.9			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.59	0.52	0.06	10.9	2.86	2.49	0.40	16.2	19.8	22.4	2.1	9.6
		0.59				2.95				23.9			
		0.50				2.81				19.1			
		0.52				2.04				25.6			
		0.48				2.73				22.1			
		0.42				2.01				22.4			
		0.52				2.04				23.9			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.42	0.49	0.05	10.2	2.53	2.54	0.23	9.2	19.4	21.5	2.3	10.7
		0.47				2.70				19.7			
		0.55				2.49				20.4			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.57				2.07				26.6			
		0.49				2.49				20.5			
		0.49				2.89				21.7			
		0.43				2.63				22.3			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.60	0.50	0.05	9.8	2.19	2.36	0.26	11.1	23.0	22.0	1.5	6.7
		0.48				2.89				19.6			
		0.47				2.24				23.4			
		0.45				2.11				22.7			
		0.45				2.50				23.2			
		0.55				2.12				22.4			
		0.50				2.46				19.9			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.47	0.50	0.04	8.3	2.85	2.46	0.25	10.1	23.8	23.2	2.2	9.7
		0.47				2.56				22.3			
		0.48				2.79				19.2			
		0.45				2.21				26.3			
		0.52				2.22				24.7			
		0.56				2.34				21.2			
		0.56				2.28				24.7			
17	O ₈ CDD	0.59	0.70	0.06	8.2	4.22	3.56	0.34	9.5	43.1	43.1	2.1	4.8
		0.73				3.38				42.1			
		0.69				3.37				39.2			
		0.71				3.57				46.4			
		0.73				3.14				44.0			
		0.67				3.84				44.3			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.79				3.38				42.7			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	0.98	0.98	0.03	3.0	4.31	4.58	0.20	4.5	42.2	46	2.50	5.5
		0.96				4.51				46.0			
		1.01				5.03				49.1			
		1.03				4.63				45.5			
		0.99				4.57				49.7			
		0.98				4.54				43.5			
		0.94				4.47				45.6			

表 1-33 实验室 2 海水加标样品精密度测试数据

验证单位：浙江省台州生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.11	0.10	0.01	6.6	0.47	0.46	0.03	5.4	5.38	4.42	0.45	10
		0.10				0.49				4.70			
		0.09				0.47				4.42			
		0.11				0.45				4.07			
		0.10				0.45				3.96			
		0.11				0.49				4.30			
		0.10				0.42				4.13			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.51	0.46	0.04	8.7	1.94	2.00	0.09	4.7	17.4	23.4	5.0	21
		0.46				2.04				24.6			
		0.45				1.94				29.2			
		0.42				1.91				28.7			
		0.51				2.21				17.4			
		0.48				1.96				27.5			
		0.40				1.99				18.8			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.51	0.51	0.04	7.8	2.73	2.57	0.25	9.9	27.0	23.9	3.0	12
		0.55				2.73				20.6			
		0.53				2.82				25.4			
		0.47				2.54				27.6			
		0.48				2.77				22.3			
		0.57				2.16				19.2			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.45				2.22				24.9			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.52	0.52	0.05	8.9	2.83	2.39	0.32	14	28.5	23.9	3.3	14
		0.58				2.15				24.9			
		0.49				2.64				27.1			
		0.60				2.76				23.7			
		0.53				1.93				23.2			
		0.49				2.29				22.4			
		0.45				2.15				17.6			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.56	0.53	0.05	9.7	2.19	2.32	0.32	14	25.1	22.6	3.3	15
		0.50				2.91				21.3			
		0.56				2.54				23.7			
		0.47				2.47				19.8			
		0.46				2.25				17.1			
		0.59				1.99				27.8			
		0.60				1.92				23.6			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.55	0.53	0.04	6.8	2.76	2.32	0.25	11	23.0	21.5	3.3	15
		0.52				2.06				20.3			
		0.53				2.19				21.5			
		0.46				2.08				28.3			
		0.58				2.17				19.9			
		0.53				2.42				20.8			
		0.50				2.58				16.6			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.49	0.52	0.03	5.7	1.92	2.19	0.27	12	26.7	24.2	1.8	7.5
		0.56				2.16				21.1			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.56				1.91				24.0			
		0.50				2.42				24.4			
		0.56				2.05				23.3			
		0.49				2.18				23.4			
		0.51				2.71				26.6			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.52	0.52	0.04	7.5	2.05	2.23	0.18	8.2	21.3	24.1	2.6	11
		0.52				2.28				25.3			
		0.51				2.13				21.5			
		0.55				1.97				20.8			
		0.53				2.54				26.4			
		0.57				2.40				27.1			
		0.44				2.24				26.6			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.55	0.52	0.03	6.3	1.94	2.41	0.34	14	19.6	23.0	2.7	12
		0.58				2.82				19.9			
		0.47				2.16				25.1			
		0.50				2.81				23.8			
		0.51				2.72				21.8			
		0.51				2.10				23.2			
		0.51				2.34				27.9			
10	O ₈ CDF	0.69	0.70	0.08	11	4.05	3.96	0.19	4.8	38.4	44.3	3.1	6.9
		0.62				3.75				42.8			
		0.80				3.71				44.3			
		0.78				4.01				47.3			
		0.60				3.79				47.3			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.64				4.24				47.3			
		0.77				4.14				43.1			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.09	0.01	12.2	0.46	0.48	0.04	8.3	4.8	4.8	0.3	6.9
		0.11				0.52				4.5			
		0.08				0.41				5.5			
		0.08				0.49				5.0			
		0.11				0.51				4.6			
		0.09				0.46				4.9			
		0.10				0.54				4.6			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.47	0.54	0.05	8.7	2.32	2.30	0.28	12.1	24.1	23.9	2.4	9.9
		0.58				1.93				24.6			
		0.59				2.69				24.7			
		0.52				1.96				26.8			
		0.47				2.17				19.0			
		0.56				2.44				25.6			
		0.56				2.62				22.4			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.48	0.50	0.02	3.5	2.16	2.32	0.13	5.4	19.2	21.6	1.8	8.4
		0.49				2.30				21.0			
		0.53				2.50				20.2			
		0.49				2.38				24.4			
		0.50				2.45				24.3			
		0.48				2.13				21.2			
		0.52				2.33				21.2			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.41	0.49	0.06	12	2.67	2.62	0.32	12	17.7	21.3	3.0	14

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.51				2.86				21.2			
		0.43				1.98				19.0			
		0.55				2.36				24.2			
		0.59				2.95				24.0			
		0.47				2.65				17.6			
		0.45				2.91				25.3			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.49	0.49	0.04	8.4	2.24	2.46	0.30	12	22.2	22.2	1.7	7.4
		0.44				2.01				23.9			
		0.47				2.85				24.4			
		0.48				2.20				23.4			
		0.47				2.54				20.9			
		0.58				2.54				19.3			
		0.51				2.85				21.6			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.48	0.50	0.05	10	1.87	2.21	0.34	16	19.4	20.9	2.7	13
		0.50				1.88				19.3			
		0.48				2.04				23.2			
		0.46				2.41				24.2			
		0.43				2.14				17.0			
		0.58				2.94				24.5			
		0.56				2.19				19.1			
17	O ₈ CDD	0.66	0.72	0.05	6.5	4.07	3.97	0.25	6.3	40.4	43.3	2.0	4.7
		0.66				3.78				43.5			
		0.70				3.80				40.8			
		0.76				4.07				46.9			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.71				3.72				44.2			
		0.74				3.86				44.2			
		0.79				4.50				43.2			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	0.99	1.02	0.04	3.8	4.87	4.80	0.15	3.1	48.6	47	2.90	6.2
		1.09				4.72				44.9			
		1.05				5.04				49.2			
		0.98				4.62				51.6			
		1.00				4.84				42.4			
		1.07				4.61				45.2			
		1.00				4.91				45.6			

表 1-34 实验室 3 海水加标样品精密度测试数据

验证单位：湖北省生态环境监测中心站

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.08	0.089	0.01	13	0.48	0.44	0.03	6.9	4.60	4.57	0.40	8.8
		0.09				0.45				5.14			
		0.11				0.46				4.58			
		0.08				0.41				5.00			
		0.08				0.41				4.21			
		0.08				0.47				4.59			
		0.10				0.40				3.87			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.48	0.46	0.03	7.0	2.06	2.02	0.13	6.4	26.1	23.8	3.4	14
		0.39				2.05				20.0			
		0.48				1.97				19.8			
		0.45				1.92				27.4			
		0.45				2.30				28.8			
		0.47				1.94				21.5			
		0.49				1.90				22.9			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.45	0.50	0.04	9.0	2.47	2.35	0.24	10	27.6	24.7	3.4	14
		0.45				2.24				21.7			
		0.53				2.45				19.7			
		0.46				2.00				27.6			
		0.48				2.74				25.7			
		0.52				2.07				21.6			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.58				2.52				29.2			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.55	0.03	6.4	2.10	2.26	0.31	14	26.8	22.9	4.8	21
		0.59				2.15				18.5			
		0.59				2.00				26.6			
		0.52				2.83				28.6			
		0.54				2.04				17.3			
		0.58				2.09				16.7			
		0.51				2.64				25.8			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.46	0.51	0.04	8.6	2.09	2.09	0.16	7.8	22.6	23.2	2.6	11
		0.57				2.12				24.2			
		0.48				2.20				22.2			
		0.53				1.93				28.4			
		0.58				1.94				20.0			
		0.51				1.95				20.5			
		0.46				2.42				24.7			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.45	0.54	0.05	9.2	2.63	2.73	0.12	4.3	20.3	23.8	2.6	11
		0.58				2.64				25.9			
		0.58				2.82				21.6			
		0.51				2.60				27.4			
		0.55				2.71				24.9			
		0.60				2.79				25.6			
		0.49				2.95				21.0			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.55	0.53	0.03	5.9	2.06	2.26	0.30	13	26.0	23.3	2.7	12
		0.52				2.11				23.5			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.58				1.93				25.6			
		0.56				2.69				25.8			
		0.50				2.02				23.8			
		0.55				2.26				19.5			
		0.49				2.72				19.2			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.52	0.51	0.03	6.6	2.10	2.41	0.27	11	27.7	25.1	2.7	11
		0.49				2.59				22.8			
		0.54				2.52				24.2			
		0.53				2.51				20.0			
		0.45				2.84				26.1			
		0.56				2.29				27.2			
		0.51				2.00				27.5			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.58	0.54	0.04	8.0	2.04	2.45	0.24	9.6	27.4	23.8	2.9	12.1
		0.45				2.18				23.3			
		0.57				2.40				26.3			
		0.54				2.69				26.4			
		0.55				2.68				20.7			
		0.52				2.56				19.1			
		0.59				2.61				23.4			
10	O ₈ CDF	0.71	0.67	0.06	8.9	3.89	3.68	0.32	8.6	39.0	42.9	3.0	7.0
		0.63				3.24				40.7			
		0.75				3.65				39.7			
		0.58				3.89				46.9			
		0.63				3.61				46.8			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.75				3.28				44.3			
		0.66				4.19				43.2			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.09	0.10	0.01	12	0.52	0.50	0.05	9.1	4.3	4.7	0.2	5.3
		0.11				0.42				4.9			
		0.08				0.56				4.9			
		0.09				0.46				4.6			
		0.11				0.55				4.9			
		0.11				0.48				5.0			
		0.11				0.52				4.5			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.59	0.50	0.06	11	2.31	2.28	0.24	11	22.4	23.1	1.9	8.2
		0.58				1.99				23.9			
		0.45				2.11				24.8			
		0.44				2.07				25.7			
		0.45				2.44				21.4			
		0.51				2.31				23.6			
		0.49				2.74				19.8			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.54	0.49	0.03	6.8	2.21	2.36	0.26	11	21.6	22.2	2.6	12
		0.48				2.37				25.0			
		0.53				2.14				20.3			
		0.47				2.27				25.8			
		0.51				2.44				19.3			
		0.44				2.16				24.4			
		0.47				2.96				19.1			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.43	0.51	0.05	11	2.02	2.54	0.31	12	27.1	25.9	1.2	4.5

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.50				2.64				26.7			
		0.52				2.87				24.3			
		0.47				2.64				26.0			
		0.59				2.49				26.6			
		0.58				2.20				26.6			
		0.49				2.93				23.9			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.46	0.52	0.04	8.3	2.85	2.50	0.31	12	19.0	22.3	2.6	12
		0.56				2.77				20.9			
		0.50				2.04				26.1			
		0.55				2.41				23.2			
		0.56				2.78				19.0			
		0.56				2.55				25.4			
		0.47				2.10				22.9			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.49	0.48	0.03	6.3	2.04	2.40	0.32	13	26.9	24.9	2.3	9.4
		0.47				2.83				22.0			
		0.46				2.48				21.2			
		0.43				2.20				25.7			
		0.50				2.29				28.1			
		0.49				2.89				24.5			
		0.53				2.10				26.1			
17	O ₈ CDD	0.59	0.72	0.09	13	4.26	4.08	0.27	6.6	39.1	43.1	2.0	4.7
		0.80				3.85				43.9			
		0.63				3.70				42.2			
		0.80				4.20				44.3			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.80				3.80				45.4			
		0.80				4.25				44.8			
		0.63				4.47				41.8			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.00	1.01	0.03	3.3	4.72	4.71	0.28	5.9	48.2	47	2.15	4.5
		1.05				4.44				46.4			
		1.00				4.66				46.1			
		0.95				4.45				52.4			
		1.00				5.01				46.2			
		1.06				4.49				45.7			
		1.03				5.23				47.0			

表 1-35 实验室 4 海水加标样品精密度测试数据

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.07	0.07	0.01	9.1	0.37	0.34	0.03	8.4	2.98	3.22	0.23	7.1
		0.06				0.38				2.98			
		0.07				0.31				3.27			
		0.08				0.36				3.07			
		0.07				0.35				3.66			
		0.07				0.30				3.18			
		0.08				0.34				3.38			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.38	0.37	0.03	7.7	1.42	1.54	0.06	3.9	21.2	18.6	2.5	13.3
		0.39				1.54				19.7			
		0.37				1.60				20.6			
		0.38				1.61				16.1			
		0.39				1.56				20.7			
		0.31				1.53				14.2			
		0.35				1.49				17.5			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.45	0.40	0.04	9.8	1.91	1.75	0.20	12	21.6	19.7	1.4	6.9
		0.42				1.78				18.0			
		0.36				1.83				20.4			
		0.37				1.60				18.0			
		0.36				2.09				18.7			
		0.46				1.54				20.6			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.40				1.49				20.8			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.43	0.42	0.03	6.8	2.15	1.81	0.24	13	14.6	17.9	3.1	17
		0.46				1.69				16.5			
		0.45				1.86				15.0			
		0.43				1.55				15.1			
		0.43				1.51				21.7			
		0.36				2.13				21.8			
		0.41				1.80				20.7			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.45	0.42	0.02	5.0	1.53	1.92	0.25	13	19.6	18.0	1.5	8.6
		0.40				1.94				17.9			
		0.42				1.63				18.9			
		0.42				1.90				16.8			
		0.46				2.19				20.2			
		0.41				1.94				16.4			
		0.41				2.29				16.0			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.42	0.41	0.04	9.2	1.60	1.89	0.23	12	19.7	19.5	1.7	8.9
		0.46				1.94				21.5			
		0.36				2.06				22.0			
		0.36				1.68				19.6			
		0.40				1.68				18.9			
		0.46				1.95				16.8			
		0.39				2.29				17.9			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.40	0.41	0.02	5.6	2.17	1.96	0.21	11	15.2	18.6	1.7	8.9
		0.40				2.03				18.7			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.43				1.66				18.5			
		0.40				1.77				19.6			
		0.40				2.10				17.7			
		0.45				1.73				20.8			
		0.38				2.23				19.5			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.43	0.41	0.03	8.2	1.98	2.12	0.07	3.5	18.7	18.6	1.8	9.4
		0.40				2.19				18.7			
		0.44				2.18				22.0			
		0.41				2.17				18.7			
		0.46				2.05				18.2			
		0.39				2.12				15.5			
		0.35				2.13				18.4			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.40	0.42	0.03	7.9	1.90	1.91	0.14	7.3	21.4	18.0	2.6	14
		0.35				1.79				19.6			
		0.45				2.06				15.2			
		0.43				1.69				21.4			
		0.43				1.95				15.7			
		0.43				1.86				17.3			
		0.45				2.12				15.3			
10	O ₈ CDF	0.59	0.51	0.04	8.0	2.61	2.91	0.32	11	33.1	29.0	1.9	6.6
		0.50				3.51				28.7			
		0.48				3.18				27.1			
		0.56				3.02				27.0			
		0.48				2.58				29.0			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.49				2.71				29.7			
		0.48				2.74				28.4			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.07	0.07	0.01	7.5	0.32	0.35	0.04	11	3.9	3.9	0.4	9.8
		0.08				0.33				4.3			
		0.07				0.33				4.3			
		0.07				0.38				3.4			
		0.07				0.42				4.1			
		0.08				0.30				3.8			
		0.07				0.35				3.3			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.34	0.38	0.04	9.7	1.97	1.85	0.26	14	19.0	18.4	2.3	13
		0.43				1.60				15.1			
		0.33				2.09				15.0			
		0.34				1.56				20.9			
		0.39				2.29				18.2			
		0.38				1.63				20.3			
		0.41				1.81				20.5			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.42	0.42	0.04	8.6	2.30	1.87	0.31	17	15.1	16.5	1.8	11
		0.42				1.97				19.4			
		0.42				1.92				15.1			
		0.33				1.58				14.8			
		0.45				2.27				18.7			
		0.44				1.53				15.2			
		0.43				1.54				17.2			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.40	0.39	0.02	6.3	2.01	1.94	0.26	13	14.8	17.3	2.2	13

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.41				1.91				15.6			
		0.40				2.33				17.2			
		0.41				1.72				14.9			
		0.38				2.29				21.0			
		0.33				1.69				18.9			
		0.40				1.67				19.0			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.41	0.37	0.03	8.4	2.10	1.76	0.22	13	19.3	17.7	1.2	7.1
		0.34				1.89				19.1			
		0.35				1.54				18.3			
		0.34				1.63				18.0			
		0.36				1.99				16.0			
		0.39				1.46				17.2			
		0.42				1.68				16.1			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.37	0.37	0.03	7.5	1.91	1.90	0.19	10	19.5	18.0	1.3	7.3
		0.36				1.56				18.1			
		0.37				1.73				18.1			
		0.35				2.22				15.1			
		0.37				1.95				17.5			
		0.33				1.91				18.5			
		0.43				2.02				19.0			
17	O ₈ CDD	0.48	0.51	0.05	9.4	3.28	2.72	0.28	10	32.7	30.3	3.7	12
		0.54				2.43				27.6			
		0.59				2.81				33.5			
		0.43				2.38				25.1			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.52				2.63				34.3			
		0.50				2.69				25.4			
		0.51				2.82				33.2			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	0.79	0.79	0.03	4.4	3.82	3.64	0.29	8.0	38.0	37	1.07	2.9
		0.84				3.53				35.6			
		0.74				3.76				36.5			
		0.74				3.32				36.4			
		0.78				4.19				37.9			
		0.82				3.30				38.6			
		0.80				3.52				38.3			

表 1-36 实验室 5 海水加标样品精密度测试数据

验证单位：浙江省宁波生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.11	0.10	0.01	9.3	0.49	0.47	0.03	6.0	4.56	4.80	0.26	5.3
		0.11				0.50				4.99			
		0.09				0.43				4.75			
		0.09				0.47				4.64			
		0.09				0.50				5.09			
		0.11				0.46				4.44			
		0.09				0.43				5.15			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.48	0.48	0.02	4.6	1.90	1.97	0.05	2.3	19.4	22.8	4.35	19
		0.48				1.93				21.8			
		0.51				1.95				19.2			
		0.48				2.02				17.1			
		0.44				2.00				27.9			
		0.52				2.02				25.2			
		0.48				2.01				29.3			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.52	0.54	0.03	4.7	2.78	2.35	0.20	8.5	25.6	23.4	2.19	9.4
		0.52				2.24				24.6			
		0.57				2.34				20.6			
		0.52				2.35				21.7			
		0.57				2.16				20.7			
		0.57				2.43				24.3			
		0.57											

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.52				2.15				26.4			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.48	0.51	0.04	8.3	2.11	2.35	0.24	10	21.5	22.0	3.44	16
		0.47				2.15				18.1			
		0.48				2.40				28.5			
		0.57				2.84				25.4			
		0.54				2.53				19.7			
		0.46				2.27				21.3			
		0.55				2.19				19.3			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.53	0.53	0.04	7.5	2.70	2.47	0.33	14	23.0	23.5	2.38	10
		0.47				2.04				21.9			
		0.59				2.86				19.2			
		0.54				2.76				26.6			
		0.56				1.93				26.2			
		0.48				2.51				24.6			
		0.53				2.46				23.3			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.46	0.49	0.03	6.8	2.24	2.28	0.29	13	23.6	24.4	2.82	12
		0.51				2.09				25.9			
		0.47				2.70				22.2			
		0.51				1.95				27.4			
		0.47				2.72				23.6			
		0.47				2.25				19.7			
		0.56				2.04				28.4			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.56	0.53	0.04	8.1	2.91	2.69	0.28	1	22.9	24.9	2.23	9.0
		0.55				2.82				27.1			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.51				2.77				21.7			
		0.48				2.94				28.1			
		0.46				2.83				23.3			
		0.58				2.10				24.3			
		0.56				2.44				26.5			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.54	0.53	0.03	6.0	2.90	2.39	0.35	14.5	28.3	24.1	3.52	15
		0.53				2.12				19.1			
		0.50				2.85				26.5			
		0.56				2.52				19.8			
		0.47				2.08				22.1			
		0.52				1.97				28.0			
		0.56				2.32				24.7			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.47	0.51	0.03	6.3	2.39	2.49	0.16	6.4	23.9	22.7	2.43	11
		0.50				2.60				20.5			
		0.50				2.54				21.9			
		0.50				2.79				26.8			
		0.48				2.35				21.2			
		0.56				2.50				19.5			
		0.55				2.29				24.9			
10	O ₈ CDF	0.81	0.74	0.07	10.1	3.38	3.64	0.25	6.8	39.6	42.9	3.05	7.1
		0.76				3.87				42.2			
		0.59				3.78				38.5			
		0.74				3.88				46.8			
		0.66				3.19				43.8			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.80				3.81				47.1			
		0.80				3.56				42.5			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.08	0.09	0.01	8.5	0.45	0.46	0.03	7.2	4.4	4.7	0.19	4.0
		0.10				0.49				4.5			
		0.09				0.48				4.6			
		0.09				0.41				5.1			
		0.09				0.52				4.7			
		0.10				0.46				4.8			
		0.08				0.45				4.7			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.51	0.49	0.04	7.3	2.36	2.51	0.17	6.8	23.8	22.9	2.89	13
		0.51				2.43				24.9			
		0.46				2.82				26.4			
		0.46				2.65				25.9			
		0.45				2.59				20.8			
		0.49				2.46				19.4			
		0.56				2.28				19.0			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.45	0.47	0.04	8.4	2.20	2.43	0.28	11	22.2	22.1	2.27	10
		0.43				2.45				26.5			
		0.42				2.15				21.7			
		0.48				2.19				19.4			
		0.52				2.90				23.4			
		0.46				2.34				19.4			
		0.53				2.78				22.3			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.55	0.52	0.03	5.6	2.71	2.31	0.30	13	23.9	22.9	1.80	7.8

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.54				2.83				23.3			
		0.52				2.18				25.4			
		0.51				2.00				24.3			
		0.49				2.27				21.4			
		0.57				2.13				22.5			
		0.48				2.06				19.6			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.45	0.48	0.02	4.8	2.25	2.37	0.26	11	24.4	22.5	1.43	6.3
		0.48				2.21				24.4			
		0.50				2.21				20.2			
		0.48				2.18				22.0			
		0.46				2.79				21.5			
		0.47				2.23				22.5			
		0.53				2.77				22.9			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.49	0.49	0.05	9.3	2.39	2.46	0.17	7.1	22.4	22.4	2.95	13
		0.47				2.43				25.9			
		0.46				2.25				20.6			
		0.47				2.82				21.0			
		0.56				2.51				17.1			
		0.43				2.53				23.8			
		0.56				2.31				26.0			
17	O ₈ CDD	0.60	0.67	0.07	10.6	3.84	3.95	0.20	5.1	39.1	43.1	1.99	4.6
		0.79				3.68				43.7			
		0.74				3.86				43.2			
		0.62				4.23				43.8			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.64				3.75				45.1			
		0.73				4.07				45.3			
		0.60				4.19				41.6			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	0.99	1.01	0.02	2.0	4.95	4.81	0.15	3.1	47.5	46	1.60	3.4
		1.01				4.71				48.3			
		1.00				5.00				46.2			
		0.98				4.83				48.2			
		1.00				4.91				43.9			
		1.03				4.71				44.5			
		1.04				4.56				46.4			

表 1-37 实验室 6 海水加标样品精密度测试数据

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.11	0.105	0.01	7.7	0.52	0.51	0.02	4.8	5.56	5.22	0.44	8.3
		0.10				0.47				4.84			
		0.10				0.50				5.45			
		0.10				0.49				5.66			
		0.12				0.55				4.44			
		0.09				0.50				5.00			
		0.11				0.52				5.62			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.52	0.50	0.04	7.9	2.23	2.25	0.04	1.9	23.3	26.5	3.8	14
		0.51				2.18				30.5			
		0.55				2.23				21.3			
		0.51				2.25				30.2			
		0.54				2.29				28.9			
		0.45				2.30				21.9			
		0.44				2.30				29.1			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.66	0.62	0.05	8.0	2.96	2.57	0.29	11	18.6	24.1	2.8	12
		0.57				2.87				23.3			
		0.64				2.23				27.2			
		0.53				2.85				23.0			
		0.63				2.33				24.2			
		0.67				2.50				27.4			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.66	0.55	0.03	5.8	2.27	2.61	0.16	6.3	25.1	27.5	3.7	14
		0.51				2.46				29.7			
		0.55				2.62				20.1			
		0.52				2.30				26.7			
		0.56				2.67				29.5			
		0.58				2.66				25.1			
		0.60				2.68				28.4			
		0.54				2.85				32.8			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.51	0.59	0.06	10	3.03	2.90	0.29	10	26.9	25.0	1.9	7.8
		0.51				3.22				22.3			
		0.62				2.37				24.9			
		0.66				2.89				26.8			
		0.66				2.79				26.4			
		0.55				3.26				25.6			
		0.63				2.72				21.8			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.53	0.56	0.04	6.7	2.78	2.91	0.22	7.5	26.0	26.5	3.2	12
		0.61				2.81				21.3			
		0.57				2.60				28.3			
		0.57				3.17				31.6			
		0.51				3.25				29.3			
		0.62				2.78				24.7			
		0.55				3.01				24.6			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.59	0.56	0.02	3.0	2.95	2.72	0.32	12	24.5	25.7	2.4	9.5
		0.55				3.01				28.4			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.55				2.42				22.0			
		0.56				2.49				27.6			
		0.54				3.26				27.7			
		0.55				2.41				22.5			
		0.57				2.49				27.0			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.60	0.60	0.04	6.5	3.12	2.71	0.37	14	28.8	24.5	2.6	11
		0.54				3.01				22.3			
		0.59				2.41				22.2			
		0.58				2.16				28.2			
		0.63				3.20				22.5			
		0.57				2.62				23.9			
		0.67				2.47				23.2			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.52	0.54	0.02	4.5	2.14	2.56	0.28	11	24.9	24.8	2.2	8.8
		0.58				2.51				21.6			
		0.56				2.94				26.0			
		0.54				2.23				28.0			
		0.52				2.72				21.9			
		0.56				2.85				25.0			
		0.51				2.53				26.5			
10	O ₈ CDF	0.72	0.66	0.04	6.4	3.03	3.35	0.27	8.0	29.5	30.7	2.4	7.8
		0.61				3.23				28.3			
		0.65				3.57				34.2			
		0.64				3.81				29.0			
		0.63				3.39				31.3			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.73				3.00				28.5			
		0.68				3.44				34.3			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.12	0.11	0.01	9.3	0.58	0.55	0.04	7.1	5.3	5.7	0.3	5.3
		0.09				0.50				5.6			
		0.11				0.58				5.3			
		0.09				0.57				6.2			
		0.11				0.60				5.6			
		0.11				0.49				5.7			
		0.10				0.55				5.9			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.49	0.54	0.04	7.1	2.22	2.63	0.34	13	23.2	25.5	2.5	9.7
		0.58				2.53				28.7			
		0.51				2.69				27.1			
		0.51				3.06				28.3			
		0.55				3.19				23.6			
		0.60				2.35				25.9			
		0.55				2.38				21.9			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.60	0.53	0.07	13	3.35	3.03	0.26	8.5	25.7	25.8	0.9	3.6
		0.66				2.93				27.9			
		0.53				2.95				25.0			
		0.48				2.53				24.9			
		0.52				3.04				25.6			
		0.45				3.04				25.9			
		0.48				3.34				25.6			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.57	0.04	7.9	3.19	2.77	0.28	10	28.4	27.4	2.3	8.4

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.58				2.83				29.6			
		0.61				2.69				22.8			
		0.60				2.73				25.6			
		0.50				2.62				29.8			
		0.61				3.05				28.1			
		0.59				2.28				27.6			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.67	0.58	0.06	9.9	2.74	2.76	0.22	7.8	27.7	26.5	2.5	9.6
		0.58				2.74				26.9			
		0.56				2.50				23.2			
		0.51				2.46				29.9			
		0.55				2.99				28.3			
		0.65				2.80				26.9			
		0.52				3.09				22.3			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.52	0.55	0.04	7.9	3.20	2.67	0.38	14	30.2	28.8	1.7	5.8
		0.53				3.09				28.2			
		0.55				2.26				25.3			
		0.50				2.31				29.7			
		0.52				2.56				30.4			
		0.64				2.98				28.2			
		0.57				2.31				29.8			
17	O ₈ CDD	0.56	0.65	0.06	9.7	2.74	3.52	0.44	12	32.0	31.6	3.4	11
		0.77				3.97				34.8			
		0.60				4.03				31.0			
		0.68				3.54				26.5			

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差
		(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)	(pg/L)			(%)
		0.63				3.26				27.0			
		0.63				3.27				35.1			
		0.66				3.86				34.5			
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.14	1.13	0.04	3.4	5.47	5.37	0.24	4.5	47.7	51.6	1.97	3.8
		1.12				5.47				52.0			
		1.14				5.07				52.1			
		1.06				5.66				54.4			
		1.14				5.68				51.4			
		1.20				5.17				53.0			
		1.15				5.10				50.5			

1.4 方法正确度测试数据

6家实验室分别对正己烷洗净水、地表水、工业废水和海水等4个类别环境加标样品进行正确度测试。每类样品分别按照低、中、高3种浓度进行加标，每个样品平行测定7次。二噁英类加标量分别为：

（1）低浓度样品毒性当量质量浓度为 1.0 pg TEQ/L，对应实测质量浓度 T₄CDD/Fs 为 0.10 pg/L，P₅CDD/Fs~H₇CDD/Fs 为 0.50 pg/L，O₈CDD/Fs 为 1.0 pg/L，总质量浓度为 8.7 pg/L；

（2）中浓度样品毒性当量质量浓度为 5.0 pg TEQ/L，对应实测质量浓度 T₄CDD/Fs 为 0.50 pg/L，P₅CDD/Fs~H₇CDD/Fs 为 2.5pg/L，O₈CDD/Fs 为 5.0pg/L，总质量浓度为 43.5 pg/L；

（3）高浓度样品毒性当量质量浓度为 50 pg TEQ/L，对应实测质量浓度 T₄CDD/Fs 为 5.0 pg/L，P₅CDD/Fs~H₇CDD/Fs 为 25 pg/L，O₈CDD/Fs 为 50 pg/L，总质量浓度为 435 pg/L。

6家实验室分别对地表水、工业废水2个类别样品加标进行了正确度测试，每个样品平行测定6次。地表水和工业废水实际样品加标浓度依据本实验室测试结果，加标量为主要检出化合物浓度的2~5倍，海水样品中二噁英类均低于检出限，未进行加标测试。

样品按照标准建立的方法体系进行样品提取、净化和仪器分析，分别计算各类型加标样品的平均值和加标回收率。对各验证实验室的数据进行统计分析，计算加标回收率的均值及偏差。测试数据分别见表 1-38~表 1-61。

表 1-38 实验室 1 空白加标正确度测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.08	85	97	0.50	0.45	91	100	5.0	4.06	81	86
		0.10	0.10	104		0.50	0.47	94		5.0	4.77	95	
		0.10	0.10	99		0.50	0.59	117		5.0	3.76	75	
		0.10	0.09	95		0.50	0.49	99		5.0	4.76	95	
		0.10	0.11	106		0.50	0.49	98		5.0	4.10	82	
		0.10	0.11	110		0.50	0.45	89		5.0	4.23	85	
		0.10	0.08	81		0.50	0.55	109		5.0	4.30	86	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.47	94	102	2.5	2.05	82	90	25	21.2	85	84
		0.50	0.50	100		2.5	2.32	93		25	22.0	88	
		0.50	0.54	107		2.5	2.19	87		25	19.0	76	
		0.50	0.52	105		2.5	2.56	103		25	23.9	96	
		0.50	0.50	100		2.5	2.31	92		25	20.8	83	
		0.50	0.49	99		2.5	1.91	77		25	20.2	81	
		0.50	0.55	110		2.5	2.39	96		25	20.6	82	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.47	93	105	2.5	2.07	83	94	25	21.3	85	85
		0.50	0.55	109		2.5	2.46	98		25	22.3	89	
		0.50	0.55	110		2.5	2.17	87		25	18.8	75	
		0.50	0.56	112		2.5	2.67	107		25	23.2	93	
		0.50	0.50	101		2.5	2.48	99		25	21.1	84	
		0.50	0.56	111		2.5	2.25	90		25	20.4	82	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.51	101		2.5	2.39	96		25	21.7	87	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.47	94	108	2.5	2.16	86	95	25	21.7	87	89
		0.50	0.57	113		2.5	2.53	101		25	23.6	94	
		0.50	0.55	111		2.5	2.21	88		25	20.4	82	
		0.50	0.54	107		2.5	2.52	101		25	24.1	96	
		0.50	0.57	114		2.5	2.48	99		25	23.2	93	
		0.50	0.52	105		2.5	2.15	86		25	21.3	85	
		0.50	0.57	113		2.5	2.55	102		25	21.7	87	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.51	102	107	2.5	2.25	90	97	25	21.6	87	89
		0.50	0.55	110		2.5	2.54	102		25	22.8	91	
		0.50	0.58	117		2.5	2.31	93		25	20.3	81	
		0.50	0.45	91		2.5	2.57	103		25	23.6	94	
		0.50	0.60	119		2.5	2.45	98		25	22.6	90	
		0.50	0.48	96		2.5	2.27	91		25	21.4	86	
		0.50	0.57	114		2.5	2.60	104		25	22.8	91	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.49	98	106	2.5	2.24	90	95	25	21.4	86	88
		0.50	0.56	113		2.5	2.42	97		25	21.9	88	
		0.50	0.51	103		2.5	2.37	95		25	20.3	81	
		0.50	0.51	101		2.5	2.64	106		25	23.8	95	
		0.50	0.59	118		2.5	2.21	88		25	22.5	90	
		0.50	0.51	101		2.5	2.23	89		25	21.2	85	
		0.50	0.54	109		2.5	2.51	100		25	22.6	90	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.51	103	103	2.5	2.04	82	94	25	20.9	84	87
		0.50	0.56	112		2.5	2.66	106		25	22.7	91	
		0.50	0.55	111		2.5	2.40	96		25	19.9	79	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.55	109		2.5	2.42	97		25	24.0	96	
		0.50	0.58	116		2.5	2.28	91		25	21.6	86	
		0.50	0.43	86		2.5	2.22	89		25	20.6	82	
		0.50	0.42	84		2.5	2.42	97		25	21.7	87	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.52	104	108	2.5	2.09	84	95	25	21.7	87	88
		0.50	0.54	109		2.5	2.81	112		25	24.0	96	
		0.50	0.56	111		2.5	2.00	80		25	20.4	82	
		0.50	0.52	104		2.5	2.55	102		25	24.6	98	
		0.50	0.59	119		2.5	2.34	94		25	21.7	87	
		0.50	0.51	101		2.5	2.27	91		25	20.1	80	
		0.50	0.53	106		2.5	2.49	100		25	21.8	87	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.44	87	102	2.5	1.98	79	95	25	21.4	86	88
		0.50	0.59	118		2.5	2.68	107		25	22.6	91	
		0.50	0.55	109		2.5	2.26	90		25	20.4	82	
		0.50	0.48	97		2.5	2.64	106		25	23.4	94	
		0.50	0.55	110		2.5	2.40	96		25	22.4	90	
		0.50	0.45	90		2.5	2.25	90		25	21.5	86	
		0.50	0.50	100		2.5	2.41	96		25	22.0	88	
10	O ₈ CDF	1.0	0.92	92	94	5.0	4.25	85	88	50	40.6	81	82
		1.0	0.98	98		5.0	4.69	94		50	45.4	91	
		1.0	0.93	93		5.0	4.06	81		50	36.6	73	
		1.0	0.85	85		5.0	4.51	90		50	45.2	90	
		1.0	1.03	103		5.0	4.28	86		50	39.6	79	
		1.0	0.95	95		5.0	4.30	86		50	38.8	78	
		1.0	0.89	89		5.0	4.57	91		50	41.2	82	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.08	77	91	0.50	0.49	97	95	5.0	4.2	83	87
		0.10	0.11	111		0.50	0.44	87		5.0	4.6	92	
		0.10	0.09	94		0.50	0.46	92		5.0	4.4	87	
		0.10	0.10	100		0.50	0.52	104		5.0	4.4	89	
		0.10	0.09	86		0.50	0.48	96		5.0	4.2	84	
		0.10	0.09	89		0.50	0.48	97		5.0	4.1	83	
		0.10	0.08	78		0.50	0.45	90		5.0	4.6	91	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.46	92	102	2.5	2.11	84	89	25	20.3	81	82
		0.50	0.54	108		2.5	2.34	93		25	20.9	84	
		0.50	0.53	106		2.5	1.99	80		25	18.7	75	
		0.50	0.54	108		2.5	2.28	91		25	22.3	89	
		0.50	0.45	91		2.5	2.25	90		25	20.8	83	
		0.50	0.52	105		2.5	2.23	89		25	19.6	79	
		0.50	0.53	106		2.5	2.35	94		25	21.6	86	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.57	114	111	2.5	2.29	92	96	25	20.9	84	87
		0.50	0.54	108		2.5	2.65	106		25	22.9	92	
		0.50	0.64	129		2.5	2.36	94		25	19.7	79	
		0.50	0.56	112		2.5	2.73	109		25	24.6	99	
		0.50	0.52	103		2.5	2.36	94		25	21.4	85	
		0.50	0.51	103		2.5	2.03	81		25	21.2	85	
		0.50	0.56	111		2.5	2.47	99		25	21.3	85	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.46	91	104	2.5	2.10	84	91	25	19.6	78	85
		0.50	0.60	120		2.5	2.41	96		25	22.8	91	
		0.50	0.53	106		2.5	2.24	90		25	18.8	75	
		0.50	0.54	108		2.5	2.75	110		25	24.0	96	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.53	105		2.5	2.08	83		25	22.1	89	
		0.50	0.45	90		2.5	1.87	75		25	19.7	79	
		0.50	0.54	108		2.5	2.40	96		25	21.5	86	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.49	97	94	2.5	1.94	78	91	25	21.9	87	86
		0.50	0.46	91		2.5	2.42	97		25	22.0	88	
		0.50	0.51	102		2.5	2.28	91		25	18.5	74	
		0.50	0.41	82		2.5	2.53	101		25	23.8	95	
		0.50	0.53	107		2.5	2.33	93		25	21.7	87	
		0.50	0.41	83		2.5	1.96	78		25	20.7	83	
		0.50	0.48	97		2.5	2.43	97		25	21.2	85	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.43	87	100	2.5	1.93	77	91	25	21.2	85	88
		0.50	0.52	103		2.5	2.20	88		25	23.6	94	
		0.50	0.48	97		2.5	2.28	91		25	20.9	83	
		0.50	0.48	97		2.5	2.22	89		25	24.6	98	
		0.50	0.61	122		2.5	2.38	95		25	22.3	89	
		0.50	0.51	103		2.5	2.39	96		25	20.9	83	
		0.50	0.44	88		2.5	2.49	99		25	21.5	86	
17	O ₈ CDD	1.0	0.91	91	107	5.0	3.91	78	92	50	42.4	85	86
		1.0	0.98	98		5.0	4.97	99		50	43.7	87	
		1.0	1.19	119		5.0	4.36	87		50	40.1	80	
		1.0	1.07	107		5.0	5.19	104		50	47.5	95	
		1.0	1.18	118		5.0	4.46	89		50	43.0	86	
		1.0	1.07	107		5.0	4.33	87		50	40.4	81	
		1.0	1.08	108		5.0	4.84	97		50	44.2	88	
18	PCDD/Fs	1.0	0.94	94	103	5.0	4.3	86	93	50.1	41.9	84	85

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
	(pg TEQ/L)	1.0	1.09	109		5.0	4.8	97		50.1	44.5	89	
		1.0	1.08	107		5.0	4.4	88		50.1	38.9	78	
		1.0	1.06	106		5.0	5.1	101		50.1	46.5	93	
		1.0	1.01	101		5.0	4.7	94		50.1	42.8	85	
		1.0	1.01	101		5.0	4.4	88		50.1	40.9	82	
		1.0	1.02	101		5.0	4.8	96		50.1	43.7	87	

表 1-39 实验室 2 空白加标正确度测试数据

验证单位：浙江省台州生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.09	93	98	0.50	0.42	84	89	5.0	4.68	94	93
		0.10	0.09	90		0.50	0.42	84		5.0	4.52	90	
		0.10	0.10	102		0.50	0.46	91		5.0	4.69	94	
		0.10	0.09	89		0.50	0.42	84		5.0	4.63	93	
		0.10	0.11	110		0.50	0.51	101		5.0	4.75	95	
		0.10	0.11	106		0.50	0.51	101		5.0	4.62	92	
		0.10	0.10	100		0.50	0.41	81		5.0	4.60	92	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.40	80	89	2.5	1.76	71	89	25	23.4	94	95
		0.50	0.44	88		2.5	2.18	87		25	24.2	97	
		0.50	0.48	95		2.5	2.15	86		25	23.5	94	
		0.50	0.51	102		2.5	2.43	97		25	23.8	95	
		0.50	0.45	90		2.5	2.54	102		25	22.9	92	
		0.50	0.42	85		2.5	2.21	89		25	24.7	99	
		0.50	0.43	85		2.5	2.25	90		25	23.8	95	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.41	82	90	2.5	1.73	69	89	25	22.0	88	94
		0.50	0.48	96		2.5	2.14	85		25	24.4	97	
		0.50	0.43	87		2.5	2.10	84		25	23.0	92	
		0.50	0.46	92		2.5	2.49	100		25	23.2	93	
		0.50	0.47	94		2.5	2.42	97		25	24.1	96	
		0.50	0.44	88		2.5	2.40	96		25	24.1	97	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.45	90		2.5	2.31	92		25	23.3	93	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.47	95	94	2.5	1.99	79	94	25	23.0	92	97
		0.50	0.47	95		2.5	2.22	89		25	24.5	98	
		0.50	0.50	101		2.5	2.35	94		25	24.1	96	
		0.50	0.44	87		2.5	2.50	100		25	24.3	97	
		0.50	0.45	91		2.5	2.50	100		25	24.8	99	
		0.50	0.49	99		2.5	2.48	99		25	24.7	99	
		0.50	0.47	93		2.5	2.35	94		25	23.6	95	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.42	83	89	2.5	1.89	76	90	25	23.3	93	96
		0.50	0.47	94		2.5	2.24	90		25	23.6	94	
		0.50	0.48	96		2.5	2.29	92		25	24.0	96	
		0.50	0.45	90		2.5	2.42	97		25	24.0	96	
		0.50	0.44	89		2.5	2.45	98		25	24.6	98	
		0.50	0.42	84		2.5	2.24	90		25	24.3	97	
		0.50	0.45	90		2.5	2.27	91		25	23.8	95	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.40	81	91	2.5	1.79	72	91	25	22.3	89	95
		0.50	0.52	103		2.5	2.17	87		25	24.2	97	
		0.50	0.46	91		2.5	2.29	92		25	24.0	96	
		0.50	0.47	94		2.5	2.44	97		25	23.3	93	
		0.50	0.43	87		2.5	2.46	98		25	23.2	93	
		0.50	0.43	87		2.5	2.43	97		25	25.2	101	
		0.50	0.46	92		2.5	2.40	96		25	24.7	99	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.47	94	96	2.5	1.81	73	92	25	23.1	92	95
		0.50	0.48	96		2.5	2.33	93		25	24.4	97	
		0.50	0.48	96		2.5	2.26	90		25	24.7	99	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.45	90		2.5	2.45	98		25	24.3	97	
		0.50	0.49	98		2.5	2.39	96		25	23.8	95	
		0.50	0.47	94		2.5	2.41	96		25	23.6	94	
		0.50	0.52	104		2.5	2.51	100		25	23.2	93	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.44	88	94	2.5	1.87	75	92	25	22.7	91	96
		0.50	0.47	93		2.5	2.10	84		25	24.7	99	
		0.50	0.50	99		2.5	2.38	95		25	24.2	97	
		0.50	0.47	94		2.5	2.41	96		25	23.8	95	
		0.50	0.44	89		2.5	2.52	101		25	23.4	94	
		0.50	0.49	99		2.5	2.54	102		25	25.2	101	
		0.50	0.48	97		2.5	2.20	88		25	24.1	96	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.47	93	91	2.5	1.76	70	90	25	22.9	92	95
		0.50	0.47	94		2.5	2.09	84		25	23.7	95	
		0.50	0.45	90		2.5	2.38	95		25	22.9	92	
		0.50	0.47	95		2.5	2.38	95		25	22.7	91	
		0.50	0.44	88		2.5	2.43	97		25	23.6	94	
		0.50	0.45	89		2.5	2.41	96		25	24.7	99	
		0.50	0.45	89		2.5	2.28	91		25	25.2	101	
10	O ₈ CDF	1.0	0.86	86	87	5.0	3.69	74	89	50	45.6	91	94
		1.0	0.97	97		5.0	4.15	83		50	47.8	96	
		1.0	1.00	100		5.0	4.54	91		50	46.0	92	
		1.0	0.87	87		5.0	4.54	91		50	44.9	90	
		1.0	0.82	82		5.0	4.94	99		50	47.1	94	
		1.0	0.83	83		5.0	5.05	101		50	50.0	100	
		1.0	0.73	73		5.0	4.38	88		50	47.0	94	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.09	94	89	0.50	0.31	63	87	5.0	4.6	91	93
		0.10	0.09	86		0.50	0.45	91		5.0	4.8	97	
		0.10	0.09	90		0.50	0.50	100		5.0	4.5	91	
		0.10	0.10	95		0.50	0.50	100		5.0	4.8	96	
		0.10	0.08	81		0.50	0.48	95		5.0	5.1	101	
		0.10	0.08	81		0.50	0.46	91		5.0	4.3	86	
		0.10	0.10	100		0.50	0.36	72		5.0	4.5	90	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.40	80	91	2.5	1.80	72	90	25	22.5	90	95
		0.50	0.48	96		2.5	2.16	86		25	24.6	98	
		0.50	0.48	96		2.5	2.36	94		25	24.9	100	
		0.50	0.40	80		2.5	2.27	91		25	22.9	92	
		0.50	0.51	101		2.5	2.42	97		25	23.1	92	
		0.50	0.49	98		2.5	2.38	95		25	24.4	98	
		0.50	0.44	89		2.5	2.30	92		25	24.7	99	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.46	92	94	2.5	1.82	73	95	25	24.0	96	99
		0.50	0.46	93		2.5	2.37	95		25	25.8	103	
		0.50	0.47	93		2.5	2.38	95		25	26.4	106	
		0.50	0.48	96		2.5	2.51	100		25	24.0	96	
		0.50	0.47	94		2.5	2.70	108		25	23.1	92	
		0.50	0.44	88		2.5	2.46	98		25	25.6	102	
		0.50	0.53	105		2.5	2.40	96		25	24.0	96	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.47	95	91	2.5	1.84	74	90	25	23.7	95	97
		0.50	0.49	98		2.5	2.23	89		25	24.3	97	
		0.50	0.39	79		2.5	2.33	93		25	23.7	95	
		0.50	0.45	89		2.5	2.34	93		25	24.6	99	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.52	103		2.5	2.55	102		25	24.4	97	
		0.50	0.42	85		2.5	2.32	93		25	25.3	101	
		0.50	0.45	90		2.5	2.20	88		25	24.3	97	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.46	93	94	2.5	1.78	71	94	25	23.6	95	99
		0.50	0.49	99		2.5	2.20	88		25	24.3	97	
		0.50	0.45	91		2.5	2.37	95		25	24.8	99	
		0.50	0.49	98		2.5	2.53	101		25	26.1	104	
		0.50	0.47	94		2.5	2.50	100		25	24.8	99	
		0.50	0.44	88		2.5	2.65	106		25	26.2	105	
		0.50	0.49	98		2.5	2.47	99		25	24.1	97	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.45	90	95	2.5	1.77	71	91	25	21.3	85	93
		0.50	0.55	109		2.5	2.31	93		25	22.7	91	
		0.50	0.48	95		2.5	2.20	88		25	23.6	95	
		0.50	0.45	90		2.5	2.36	94		25	24.6	99	
		0.50	0.43	86		2.5	2.49	99		25	24.5	98	
		0.50	0.50	101		2.5	2.40	96		25	24.5	98	
		0.50	0.48	96		2.5	2.32	93		25	22.1	89	
17	O ₈ CDD	1.0	1.06	106	94	5.0	3.65	73	90	50	44.7	89	94
		1.0	0.93	93		5.0	4.34	87		50	48.3	97	
		1.0	0.99	99		5.0	4.50	90		50	48.1	96	
		1.0	0.93	93		5.0	4.70	94		50	43.9	88	
		1.0	0.91	91		5.0	5.04	101		50	46.9	94	
		1.0	0.84	84		5.0	4.73	95		50	48.9	98	
		1.0	0.96	96		5.0	4.56	91		50	48.4	97	
18	PCDD/Fs	1.0	0.86	86	91	5.0	3.56	71	90	50	45.5	91	95

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
	(pg TEQ/L)	1.0	0.95	95		5.0	4.40	88		50	48.9	98	
		1.0	0.92	92		5.0	4.59	92		50	48.1	96	
		1.0	0.90	90		5.0	4.85	97		50	47.4	95	
		1.0	0.94	94		5.0	4.91	98		50	47.9	96	
		1.0	0.91	90		5.0	4.79	96		50	48.6	97	
		1.0	0.93	93		5.0	4.55	91		50	47.8	95	

表 1-40 实验室 3 空白加标正确度测试数据

验证单位：湖北省生态环境监测中心站

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.10	103	88	0.50	0.31	62	76	5.0	3.90	78	81
		0.10	0.10	99		0.50	0.40	79		5.0	4.24	85	
		0.10	0.10	99		0.50	0.40	79		5.0	4.37	87	
		0.10	0.08	75		0.50	0.41	81		5.0	3.83	77	
		0.10	0.08	84		0.50	0.39	78		5.0	3.81	76	
		0.10	0.08	83		0.50	0.38	77		5.0	4.21	84	
		0.10	0.07	75		0.50	0.36	72		5.0	3.84	77	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.47	94	85	2.5	1.55	62	78	25	19.6	78	81
		0.50	0.44	88		2.5	1.92	77		25	20.4	81	
		0.50	0.42	84		2.5	1.97	79		25	20.3	81	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.43	86		2.5	2.15	86		25	19.7	79	
		0.50	0.37	73		2.5	2.13	85		25	20.2	81	
		0.50	0.41	83		2.5	2.06	82		25	21.4	86	
		0.50	0.43	86		2.5	1.92	77		25	19.6	79	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.54	108	87	2.5	1.61	64	80	25	19.5	78	82
		0.50	0.42	83		2.5	2.03	81		25	20.7	83	
		0.50	0.41	82		2.5	2.00	80		25	21.1	85	
		0.50	0.41	82		2.5	2.19	88		25	20.9	84	
		0.50	0.43	86		2.5	2.14	86		25	20.1	80	
		0.50	0.42	84		2.5	2.07	83		25	21.1	84	
		0.50	0.43	85		2.5	1.93	77		25	20.3	81	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.45	90	91	2.5	1.73	69	83	25	20.6	82	85
		0.50	0.49	98		2.5	2.12	85		25	21.3	85	
		0.50	0.46	92		2.5	2.05	82		25	22.1	88	
		0.50	0.46	93		2.5	2.23	89		25	21.4	86	
		0.50	0.44	88		2.5	2.24	90		25	21.4	86	
		0.50	0.40	81		2.5	2.20	88		25	21.8	87	
		0.50	0.46	92		2.5	2.00	80		25	20.9	84	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.47	94	91	2.5	1.73	69	83	25	21.8	87	86
		0.50	0.49	97		2.5	2.02	81		25	21.0	84	
		0.50	0.43	86		2.5	2.12	85		25	21.8	87	
		0.50	0.42	84		2.5	2.33	93		25	21.5	86	
		0.50	0.44	88		2.5	2.28	91		25	21.6	87	
		0.50	0.43	86		2.5	2.16	86		25	22.3	89	
		0.50	0.50	100		2.5	1.97	79		25	21.2	85	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.52	104	94	2.5	1.68	67	83	25	20.9	84	86
		0.50	0.48	97		2.5	2.02	81		25	21.6	86	
		0.50	0.49	98		2.5	2.12	85		25	21.1	84	
		0.50	0.47	95		2.5	2.21	88		25	21.3	85	
		0.50	0.43	86		2.5	2.19	87		25	21.9	87	
		0.50	0.46	92		2.5	2.19	88		25	22.3	89	
		0.50	0.44	87		2.5	2.06	82		25	20.9	84	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.57	115	96	2.5	1.75	70	83	25	20.9	84	85
		0.50	0.50	100		2.5	1.98	79		25	21.9	87	
		0.50	0.38	75		2.5	2.18	87		25	20.6	82	
		0.50	0.48	95		2.5	2.22	89		25	21.0	84	
		0.50	0.47	94		2.5	2.25	90		25	22.1	88	
		0.50	0.49	99		2.5	2.13	85		25	21.4	86	
		0.50	0.46	92		2.5	2.05	82		25	20.5	82	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.46	92	92	2.5	1.75	70	85	25	22.4	90	88
		0.50	0.48	96		2.5	2.00	80		25	23.0	92	
		0.50	0.41	82		2.5	2.08	83		25	21.1	84	
		0.50	0.48	97		2.5	2.23	89		25	21.6	86	
		0.50	0.49	97		2.5	2.48	99		25	22.0	88	
		0.50	0.40	81		2.5	2.26	90		25	22.5	90	
		0.50	0.48	96		2.5	2.08	83		25	21.7	87	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.56	112	99	2.5	1.73	69	85	25	20.5	82	85
		0.50	0.55	111		2.5	2.11	85		25	20.9	84	
		0.50	0.43	87		2.5	2.02	81		25	22.3	89	
		0.50	0.55	111		2.5	2.27	91		25	20.5	82	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.45	90		2.5	2.39	96		25	21.1	85	
		0.50	0.43	87		2.5	2.20	88		25	22.6	91	
		0.50	0.48	96		2.5	2.08	83		25	21.1	85	
10	O ₈ CDF	1.0	0.87	87	86	5.0	3.04	61	73	50	37.2	74	75
		1.0	0.89	89		5.0	3.61	72		50	39.7	79	
		1.0	0.78	78		5.0	3.59	72		50	36.1	72	
		1.0	0.93	93		5.0	3.99	80		50	37.7	75	
		1.0	0.84	84		5.0	4.05	81		50	39.2	78	
		1.0	0.83	83		5.0	3.89	78		50	36.6	73	
		1.0	0.85	85		5.0	3.40	68		50	37.5	75	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.09	85	88	0.50	0.31	62	77	5.0	3.7	74	79
		0.10	0.09	93		0.50	0.40	81		5.0	4.4	87	
		0.10	0.10	100		0.50	0.37	74		5.0	3.9	78	
		0.10	0.09	92		0.50	0.45	89		5.0	3.8	77	
		0.10	0.08	79		0.50	0.38	75		5.0	3.7	75	
		0.10	0.08	81		0.50	0.35	70		5.0	4.2	83	
		0.10	0.08	85		0.50	0.43	86		5.0	3.9	79	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.48	95	83	2.5	1.58	63	79	25	19.7	79	81
		0.50	0.45	91		2.5	1.89	76		25	20.0	80	
		0.50	0.38	76		2.5	2.03	81		25	20.7	83	
		0.50	0.38	76		2.5	2.12	85		25	19.8	79	
		0.50	0.40	79		2.5	2.11	84		25	19.7	79	
		0.50	0.37	75		2.5	2.00	80		25	21.7	87	
		0.50	0.45	90		2.5	2.02	81		25	19.4	78	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.45	91	84	2.5	1.78	71	81	25	20.9	84	86

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.47	94		2.5	1.94	78		25	22.5	90	
		0.50	0.45	90		2.5	1.98	79		25	21.2	85	
		0.50	0.49	97		2.5	2.03	81		25	21.0	84	
		0.50	0.36	72		2.5	2.36	94		25	21.1	84	
		0.50	0.37	74		2.5	2.01	80		25	22.2	89	
		0.50	0.37	73		2.5	2.01	81		25	21.0	84	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.44	88	86	2.5	1.58	63	79	25	19.5	78	81
		0.50	0.47	95		2.5	1.87	75		25	20.8	83	
		0.50	0.40	81		2.5	2.08	83		25	20.4	82	
		0.50	0.43	86		2.5	2.13	85		25	19.2	77	
		0.50	0.40	79		2.5	2.14	86		25	20.2	81	
		0.50	0.42	85		2.5	2.06	83		25	21.5	86	
		0.50	0.43	86		2.5	1.93	77		25	20.9	84	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.50	99	83	2.5	1.65	66	75	25	19.8	79	80
		0.50	0.44	89		2.5	1.92	77		25	20.9	84	
		0.50	0.42	83		2.5	1.84	74		25	20.4	82	
		0.50	0.38	76		2.5	1.96	78		25	20.5	82	
		0.50	0.37	74		2.5	1.97	79		25	19.1	77	
		0.50	0.41	82		2.5	2.00	80		25	19.8	79	
		0.50	0.37	74		2.5	1.86	75		25	19.8	79	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.49	99	93	2.5	1.88	75	84	25	20.8	83	87
		0.50	0.51	102		2.5	2.00	80		25	24.0	96	
		0.50	0.43	86		2.5	2.13	85		25	21.1	85	
		0.50	0.48	97		2.5	2.36	94		25	21.5	86	
		0.50	0.40	81		2.5	2.03	81		25	19.1	76	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
17	O ₈ CDD	0.50	0.47	94	93	2.5	2.27	91	80	25	23.1	92	83
		0.50	0.45	89		2.5	2.00	80		25	21.7	87	
		1.0	0.99	99		5.0	3.48	70		50	41.6	83	
		1.0	0.96	96		5.0	4.04	81		50	41.6	83	
		1.0	0.76	76		5.0	3.90	78		50	40.4	81	
		1.0	1.14	114		5.0	4.24	85		50	41.2	82	
		1.0	0.87	87		5.0	4.21	84		50	41.5	83	
		1.0	0.89	89		5.0	4.37	87		50	42.8	86	
		1.0	0.90	90		5.0	3.89	78		50	41.9	84	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	0.99	98	87	5.0	3.27	65	80	50	39.8	79	82
		1.0	0.91	91		5.0	3.96	79		50	41.9	84	
		1.0	0.84	84		5.0	4.03	80		50	41.8	83	
		1.0	0.85	85		5.0	4.34	87		50	40.9	82	
		1.0	0.83	82		5.0	4.26	85		50	40.5	81	
		1.0	0.82	82		5.0	4.08	81		50	42.9	86	
		1.0	0.87	87		5.0	3.99	80		50	40.4	81	

表 1-41 实验室 4 空白加标正确度测试数据

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.11	105	96	0.50	0.33	65	99	5.0	4.37	87	90
		0.10	0.08	78		0.50	0.50	100		5.0	4.53	91	
		0.10	0.09	91		0.50	0.46	92		5.0	4.62	92	
		0.10	0.08	84		0.50	0.55	110		5.0	3.96	79	
		0.10	0.10	97		0.50	0.56	111		5.0	4.91	98	
		0.10	0.10	99		0.50	0.64	128		5.0	4.45	89	
		0.10	0.12	118		0.50	0.43	86		5.0	4.69	94	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.57	113	100	2.5	2.06	83	104	25	20.3	81	97
		0.50	0.53	107		2.5	2.53	101		25	26.9	108	
		0.50	0.59	117		2.5	2.53	101		25	28.7	115	
		0.50	0.37	73		2.5	2.54	102		25	22.2	89	
		0.50	0.48	95		2.5	2.87	115		25	24.3	97	
		0.50	0.49	97		2.5	3.15	126		25	24.6	99	
		0.50	0.49	99		2.5	2.47	99		25	23.2	93	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.47	94	84	2.5	1.69	68	88	25	21.1	85	88
		0.50	0.43	86		2.5	2.19	88		25	22.5	90	
		0.50	0.39	79		2.5	2.09	84		25	27.1	109	
		0.50	0.43	86		2.5	2.26	90		25	20.4	82	
		0.50	0.39	78		2.5	2.27	91		25	21.6	86	
		0.50	0.43	86		2.5	2.80	112		25	20.7	83	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.39	79		2.5	2.17	87		25	20.1	80	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.41	83	86	2.5	1.68	67	87	25	22.1	88	83
		0.50	0.45	90		2.5	2.11	84		25	21.4	86	
		0.50	0.40	80		2.5	2.06	82		25	21.1	84	
		0.50	0.44	88		2.5	2.19	88		25	18.2	73	
		0.50	0.44	88		2.5	2.79	112		25	20.1	81	
		0.50	0.38	77		2.5	2.34	94		25	20.5	82	
		0.50	0.47	94		2.5	2.01	81		25	22.1	88	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.45	91	85	2.5	1.52	61	88	25	21.8	87	86
		0.50	0.49	98		2.5	2.11	84		25	20.4	81	
		0.50	0.36	72		2.5	2.04	81		25	25.8	103	
		0.50	0.44	88		2.5	2.30	92		25	18.3	73	
		0.50	0.39	78		2.5	2.75	110		25	21.6	87	
		0.50	0.39	78		2.5	2.80	112		25	21.0	84	
		0.50	0.44	87		2.5	1.93	77		25	20.8	83	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.43	85	87	2.5	1.81	72	95	25	21.1	84	86
		0.50	0.50	99		2.5	2.22	89		25	22.3	89	
		0.50	0.45	90		2.5	2.11	84		25	22.4	90	
		0.50	0.43	86		2.5	2.30	92		25	18.6	74	
		0.50	0.43	87		2.5	2.99	120		25	21.8	87	
		0.50	0.41	82		2.5	3.06	122		25	23.1	92	
		0.50	0.41	82		2.5	2.22	89		25	21.0	84	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.45	90	89	2.5	1.74	70	90	25	20.6	82	86
		0.50	0.59	118		2.5	2.07	83		25	21.8	87	
		0.50	0.46	92		2.5	2.13	85		25	26.1	104	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.47	94		2.5	2.09	84		25	17.1	69	
		0.50	0.38	76		2.5	2.74	110		25	20.5	82	
		0.50	0.38	76		2.5	2.88	115		25	21.8	87	
		0.50	0.37	74		2.5	2.15	86		25	22.7	91	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.46	92	104	2.5	1.97	79	105	25	21.1	84	94
		0.50	0.60	120		2.5	2.49	100		25	24.0	96	
		0.50	0.49	98		2.5	2.53	101		25	27.2	109	
		0.50	0.49	97		2.5	2.59	103		25	20.9	84	
		0.50	0.63	126		2.5	3.08	123		25	23.7	95	
		0.50	0.53	106		2.5	3.28	131		25	24.7	99	
		0.50	0.45	90		2.5	2.42	97		25	23.1	93	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.41	83	89	2.5	1.78	71	87	25	22.3	89	80
		0.50	0.43	86		2.5	2.13	85		25	20.2	81	
		0.50	0.45	89		2.5	2.15	86		25	18.9	76	
		0.50	0.45	90		2.5	2.47	99		25	15.0	60	
		0.50	0.51	102		2.5	2.46	98		25	19.6	79	
		0.50	0.43	85		2.5	2.35	94		25	21.5	86	
		0.50	0.44	88		2.5	1.86	74		25	22.1	89	
10	O ₈ CDF	1.0	0.90	90	92	5.0	5.10	102	109	50	36.1	72	90
		1.0	0.92	92		5.0	4.63	93		50	52.7	105	
		1.0	0.97	97		5.0	5.74	115		50	50.8	102	
		1.0	0.84	84		5.0	6.47	129		50	40.1	80	
		1.0	0.94	94		5.0	7.34	147		50	41.5	83	
		1.0	0.68	68		5.0	4.56	91		50	45.5	91	
		1.0	1.20	120		5.0	4.18	84		50	46.8	94	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.07	66	79	0.50	0.38	76	96	5.0	3.9	78	90
		0.10	0.09	85		0.50	0.46	92		5.0	5.1	101	
		0.10	0.10	101		0.50	0.49	98		5.0	5.0	99	
		0.10	0.08	79		0.50	0.51	102		5.0	3.5	69	
		0.10	0.07	72		0.50	0.54	108		5.0	4.5	90	
		0.10	0.06	63		0.50	0.60	119		5.0	5.4	108	
		0.10	0.09	87		0.50	0.37	74		5.0	4.2	84	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.41	82	92	2.5	2.04	81	100	25	20.7	83	99
		0.50	0.52	104		2.5	2.49	100		25	27.3	109	
		0.50	0.46	92		2.5	2.55	102		25	29.5	118	
		0.50	0.40	79		2.5	2.47	99		25	24.0	96	
		0.50	0.40	80		2.5	2.71	108		25	22.6	90	
		0.50	0.49	98		2.5	2.87	115		25	24.4	98	
		0.50	0.55	110		2.5	2.29	92		25	24.8	99	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.49	99	89	2.5	1.78	71	93	25	21.2	85	84
		0.50	0.41	81		2.5	2.21	88		25	20.9	83	
		0.50	0.48	96		2.5	2.35	94		25	22.1	88	
		0.50	0.36	72		2.5	2.36	94		25	18.7	75	
		0.50	0.48	97		2.5	2.54	102		25	20.1	81	
		0.50	0.43	86		2.5	2.69	108		25	21.9	88	
		0.50	0.47	93		2.5	2.34	93		25	21.9	88	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.44	89	85	2.5	1.77	71	92	25	20.4	82	86
		0.50	0.50	100		2.5	2.23	89		25	22.3	89	
		0.50	0.40	79		2.5	2.02	81		25	23.1	92	
		0.50	0.40	79		2.5	2.37	95		25	21.1	85	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.39	78		2.5	2.63	105		25	20.6	83	
		0.50	0.47	94		2.5	2.95	118		25	20.6	83	
		0.50	0.38	76		2.5	2.15	86		25	22.2	89	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.46	93	93	2.5	2.18	87	106	25	20.4	82	93
		0.50	0.58	117		2.5	2.35	94		25	25.3	101	
		0.50	0.46	92		2.5	2.44	98		25	25.0	100	
		0.50	0.37	74		2.5	2.52	101		25	21.2	85	
		0.50	0.44	88		2.5	3.18	127		25	23.2	93	
		0.50	0.51	102		2.5	3.46	139		25	24.1	96	
		0.50	0.43	85		2.5	2.42	97		25	24.4	98	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.38	76	85	2.5	1.81	72	89	25	21.1	85	86
		0.50	0.49	97		2.5	2.17	87		25	23.1	92	
		0.50	0.39	77		2.5	2.06	82		25	22.4	90	
		0.50	0.40	81		2.5	2.21	88		25	18.2	73	
		0.50	0.42	85		2.5	2.47	99		25	20.2	81	
		0.50	0.49	98		2.5	2.88	115		25	21.7	87	
		0.50	0.40	79		2.5	1.99	79		25	23.4	93	
17	O ₈ CDD	1.0	0.86	86	93	5.0	3.96	79	96	50	40.4	81	90
		1.0	0.89	89		5.0	4.56	91		50	48.7	97	
		1.0	0.84	84		5.0	4.53	91		50	49.9	100	
		1.0	0.87	87		5.0	5.52	110		50	39.6	79	
		1.0	1.14	114		5.0	5.89	118		50	45.2	90	
		1.0	0.91	91		5.0	4.46	89		50	44.9	90	
		1.0	1.03	103		5.0	4.57	91		50	46.2	92	
18	PCDD/Fs	1.0	0.87	87	87	5.0	3.69	74	94	50	41.8	83	91

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
	(pg TEQ/L)	1.0	0.96	96		5.0	4.58	91		50	48.0	96	
		1.0	0.88	88		5.0	4.57	91		50	52.5	105	
		1.0	0.83	82		5.0	4.75	95		50	41.1	82	
		1.0	0.81	81		5.0	5.29	106		50	43.8	87	
		1.0	0.87	87		5.0	5.77	115		50	45.7	91	
		1.0	0.91	91		5.0	4.36	87		50	44.6	89	

表 1-42 实验室 5 空白加标正确度测试数据

验证单位：浙江省宁波生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.10	102	101	0.50	0.39	78	90	5.0	4.41	88	95
		0.10	0.11	113		0.50	0.39	78		5.0	4.85	97	
		0.10	0.08	82		0.50	0.44	88		5.0	5.01	100	
		0.10	0.10	97		0.50	0.47	94		5.0	4.67	93	
		0.10	0.12	120		0.50	0.50	100		5.0	4.72	94	
		0.10	0.12	115		0.50	0.48	97		5.0	4.85	97	
		0.10	0.08	82		0.50	0.47	95		5.0	4.58	92	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.47	94	92	2.5	1.85	74	90	25	23.2	93	95
		0.50	0.47	94		2.5	2.18	87		25	24.9	100	
		0.50	0.44	89		2.5	2.25	90		25	23.8	95	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.49	97		2.5	2.19	88		25	23.6	94	
		0.50	0.47	94		2.5	2.60	104		25	24.1	97	
		0.50	0.45	90		2.5	2.36	95		25	23.8	95	
		0.50	0.43	87		2.5	2.30	92		25	22.9	92	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.47	93	91	2.5	1.85	74	91	25	22.8	91	96
		0.50	0.54	109		2.5	2.16	86		25	24.9	99	
		0.50	0.43	87		2.5	2.32	93		25	23.1	92	
		0.50	0.45	90		2.5	2.43	97		25	23.7	95	
		0.50	0.45	90		2.5	2.57	103		25	24.7	99	
		0.50	0.43	87		2.5	2.42	97		25	24.3	97	
		0.50	0.41	83		2.5	2.24	90		25	23.9	96	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.46	93	95	2.5	1.75	70	91	25	22.8	91	96
		0.50	0.49	97		2.5	2.14	86		25	25.4	102	
		0.50	0.44	88		2.5	2.23	89		25	24.7	99	
		0.50	0.48	96		2.5	2.42	97		25	23.2	93	
		0.50	0.45	89		2.5	2.58	103		25	22.8	91	
		0.50	0.50	100		2.5	2.40	96		25	24.7	99	
		0.50	0.50	100		2.5	2.37	95		25	24.0	96	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.48	95	96	2.5	1.81	72	92	25	21.4	86	95
		0.50	0.52	105		2.5	2.15	86		25	24.3	97	
		0.50	0.46	92		2.5	2.46	98		25	23.1	92	
		0.50	0.47	93		2.5	2.49	100		25	23.8	95	
		0.50	0.47	93		2.5	2.47	99		25	23.6	94	
		0.50	0.48	97		2.5	2.43	97		25	25.3	101	
		0.50	0.48	97		2.5	2.29	92		25	24.0	96	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.54	107	98	2.5	1.77	71	92	25	21.5	86	95
		0.50	0.54	108		2.5	2.11	84		25	23.7	95	
		0.50	0.50	101		2.5	2.24	90		25	24.5	98	
		0.50	0.47	95		2.5	2.43	97		25	24.5	98	
		0.50	0.47	94		2.5	2.65	106		25	23.9	96	
		0.50	0.46	91		2.5	2.51	100		25	24.8	99	
		0.50	0.45	91		2.5	2.32	93		25	23.9	96	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.47	95	93	2.5	1.94	78	93	25	21.9	88	95
		0.50	0.48	95		2.5	2.03	81		25	25.3	101	
		0.50	0.47	94		2.5	2.45	98		25	23.1	93	
		0.50	0.45	90		2.5	2.47	99		25	25.5	102	
		0.50	0.45	91		2.5	2.63	105		25	23.1	92	
		0.50	0.48	96		2.5	2.51	101		25	25.0	100	
		0.50	0.47	94		2.5	2.17	87		25	23.1	92	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.48	96	98	2.5	1.90	76	93	25	22.0	88	95
		0.50	0.51	103		2.5	2.25	90		25	24.5	98	
		0.50	0.49	97		2.5	2.38	95		25	23.6	94	
		0.50	0.44	88		2.5	2.57	103		25	24.1	96	
		0.50	0.50	100		2.5	2.52	101		25	24.3	97	
		0.50	0.49	99		2.5	2.44	98		25	24.5	98	
		0.50	0.53	105		2.5	2.25	90		25	22.9	92	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.52	103	98	2.5	1.88	75	91	25	22.9	92	97
		0.50	0.47	95		2.5	2.18	87		25	24.1	96	
		0.50	0.45	90		2.5	2.39	96		25	24.6	98	
		0.50	0.54	109		2.5	2.40	96		25	23.6	94	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.47	95		2.5	2.38	95		25	24.3	97	
		0.50	0.48	97		2.5	2.46	98		25	25.4	102	
		0.50	0.48	97		2.5	2.30	92		25	24.3	97	
10	O ₈ CDF	1.0	0.64	64	55	5.0	2.01	40	54	50	26.3	53	57
		1.0	0.61	61		5.0	2.59	52		50	27.4	55	
		1.0	0.59	59		5.0	2.76	55		50	29.1	58	
		1.0	0.53	53		5.0	2.97	59		50	28.1	56	
		1.0	0.50	50		5.0	2.94	59		50	29.2	58	
		1.0	0.52	52		5.0	2.95	59		50	32.2	64	
		1.0	0.48	48		5.0	2.63	53		50	27.8	56	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.10	100	87	0.50	0.37	73	94	5.0	5.1	101	96
		0.10	0.09	89		0.50	0.43	85		5.0	5.2	104	
		0.10	0.08	79		0.50	0.44	89		5.0	5.2	103	
		0.10	0.07	72		0.50	0.51	101		5.0	4.8	96	
		0.10	0.09	88		0.50	0.57	113		5.0	4.7	94	
		0.10	0.09	89		0.50	0.49	97		5.0	4.6	92	
		0.10	0.09	93		0.50	0.49	99		5.0	4.2	85	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.39	78	89	2.5	1.85	74	92	25	23.3	93	95
		0.50	0.42	84		2.5	2.23	89		25	24.1	96	
		0.50	0.48	97		2.5	2.28	91		25	23.6	94	
		0.50	0.46	91		2.5	2.50	100		25	23.3	93	
		0.50	0.46	92		2.5	2.52	101		25	23.4	94	
		0.50	0.44	87		2.5	2.44	98		25	24.2	97	
		0.50	0.46	92		2.5	2.20	88		25	24.4	97	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.48	96	94	2.5	1.80	72	97	25	23.6	94	99

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.48	96		2.5	2.48	99		25	25.6	102	
		0.50	0.44	88		2.5	2.57	103		25	25.5	102	
		0.50	0.44	89		2.5	2.51	100		25	25.3	101	
		0.50	0.49	97		2.5	2.66	106		25	24.9	100	
		0.50	0.49	99		2.5	2.58	103		25	24.5	98	
		0.50	0.47	94		2.5	2.35	94		25	24.2	97	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.53	106	99	2.5	1.70	68	93	25	24.2	97	97
		0.50	0.48	96		2.5	2.37	95		25	23.4	94	
		0.50	0.45	90		2.5	2.37	95		25	25.5	102	
		0.50	0.54	108		2.5	2.59	104		25	23.4	93	
		0.50	0.49	97		2.5	2.52	101		25	24.1	96	
		0.50	0.47	94		2.5	2.37	95		25	24.5	98	
		0.50	0.49	98		2.5	2.34	94		25	23.9	96	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.49	98	100	2.5	1.95	78	101	25	24.3	97	103
		0.50	0.54	107		2.5	2.37	95		25	26.5	106	
		0.50	0.50	101		2.5	2.55	102		25	26.7	107	
		0.50	0.54	109		2.5	2.67	107		25	25.9	104	
		0.50	0.47	94		2.5	2.79	112		25	25.2	101	
		0.50	0.52	105		2.5	2.67	107		25	26.9	108	
		0.50	0.45	89		2.5	2.67	107		25	25.1	100	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.47	94	97	2.5	1.77	71	91	25	21.6	87	93
		0.50	0.50	101		2.5	2.19	88		25	24.2	97	
		0.50	0.48	96		2.5	2.22	89		25	23.1	92	
		0.50	0.51	101		2.5	2.56	102		25	21.8	87	
		0.50	0.49	97		2.5	2.35	94		25	24.0	96	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
17	O ₈ CDD	0.50	0.48	95	94	2.5	2.39	96	91	25	25.5	102	95
		0.50	0.48	96		2.5	2.40	96		25	23.1	92	
		1.0	0.89	89		5.0	3.79	76		50	46.7	93	
		1.0	0.97	97		5.0	4.40	88		50	46.2	92	
		1.0	0.94	94		5.0	4.50	90		50	49.0	98	
		1.0	0.87	87		5.0	4.88	98		50	48.5	97	
		1.0	0.91	91		5.0	4.98	100		50	45.5	91	
		1.0	0.94	94		5.0	4.82	96		50	48.8	98	
		1.0	1.09	109		5.0	4.53	91		50	46.4	93	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	0.92	92	92	5.0	3.68	73	93	50	46.4	93	96
		1.0	0.98	97		5.0	4.41	88		50	49.6	99	
		1.0	0.91	91		5.0	4.67	93		50	48.3	96	
		1.0	0.91	91		5.0	4.97	99		50	47.9	96	
		1.0	0.92	92		5.0	5.20	104		50	48.0	96	
		1.0	0.91	91		5.0	4.91	98		50	48.9	98	
		1.0	0.91	91		5.0	4.60	92		50	47.6	95	

表 1-43 实验室 6 空白加标正确度测试数据

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.10	101	118	0.50	0.57	113	124	5.0	6.09	122	116
		0.10	0.11	113		0.50	0.69	137		5.0	5.52	110	
		0.10	0.14	142		0.50	0.57	113		5.0	6.40	128	
		0.10	0.10	100		0.50	0.68	137		5.0	5.95	119	
		0.10	0.13	127		0.50	0.65	129		5.0	5.73	115	
		0.10	0.11	111		0.50	0.59	118		5.0	5.40	108	
		0.10	0.13	131		0.50	0.59	119		5.0	5.53	111	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.49	97	102	2.5	2.45	98	103	25	22.8	91	104
		0.50	0.53	105		2.5	2.63	105		25	24.6	98	
		0.50	0.56	111		2.5	2.53	101		25	30.9	123	
		0.50	0.48	95		2.5	2.81	112		25	26.5	106	
		0.50	0.57	114		2.5	2.53	101		25	28.0	112	
		0.50	0.49	97		2.5	2.47	99		25	24.2	97	
		0.50	0.47	94		2.5	2.64	105		25	25.6	102	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.48	96	105	2.5	2.59	104	105	25	25.5	102	103
		0.50	0.55	110		2.5	2.66	107		25	25.4	102	
		0.50	0.56	113		2.5	2.44	97		25	29.7	119	
		0.50	0.52	105		2.5	2.95	118		25	27.4	110	
		0.50	0.53	106		2.5	2.62	105		25	25.3	101	
		0.50	0.51	102		2.5	2.45	98		25	23.4	94	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.50	100		2.5	2.65	106		25	24.1	96	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.51	103	105	2.5	2.42	97	104	25	21.8	87	102
		0.50	0.57	114		2.5	2.63	105		25	25.2	101	
		0.50	0.53	106		2.5	2.73	109		25	29.4	118	
		0.50	0.54	108		2.5	2.71	108		25	26.1	104	
		0.50	0.49	98		2.5	2.69	108		25	26.1	104	
		0.50	0.49	99		2.5	2.36	95		25	24.3	97	
		0.50	0.53	105		2.5	2.72	109		25	25.3	101	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.51	103	107	2.5	2.64	105	106	25	23.3	93	104
		0.50	0.52	103		2.5	2.84	113		25	23.3	93	
		0.50	0.58	116		2.5	2.61	104		25	31.9	128	
		0.50	0.56	112		2.5	2.57	103		25	28.1	112	
		0.50	0.54	109		2.5	2.64	106		25	26.3	105	
		0.50	0.52	104		2.5	2.57	103		25	23.8	95	
		0.50	0.51	102		2.5	2.69	108		25	24.6	98	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.50	100	110	2.5	2.45	98	108	25	22.4	90	106
		0.50	0.58	117		2.5	2.87	115		25	25.6	102	
		0.50	0.58	116		2.5	2.75	110		25	30.8	123	
		0.50	0.53	106		2.5	2.93	117		25	29.4	118	
		0.50	0.58	116		2.5	2.67	107		25	29.2	117	
		0.50	0.52	104		2.5	2.62	105		25	23.4	93	
		0.50	0.56	113		2.5	2.53	101		25	24.0	96	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.52	104	110	2.5	2.50	100	109	25	24.9	100	105
		0.50	0.58	116		2.5	2.83	113		25	26.3	105	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.57	113		2.5	2.75	110		25	31.1	124	
		0.50	0.54	108		2.5	2.79	112		25	26.1	104	
		0.50	0.57	114		2.5	2.76	110		25	25.9	104	
		0.50	0.51	103		2.5	2.55	102		25	24.2	97	
		0.50	0.56	111		2.5	2.91	116		25	25.3	101	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.52	103	109	2.5	2.66	106	108	25	23.4	94	102
		0.50	0.59	119		2.5	2.67	107		25	24.3	97	
		0.50	0.56	112		2.5	2.63	105		25	29.3	117	
		0.50	0.52	104		2.5	2.80	112		25	26.6	106	
		0.50	0.59	118		2.5	2.83	113		25	25.8	103	
		0.50	0.52	105		2.5	2.49	99		25	23.5	94	
		0.50	0.52	104		2.5	2.83	113		25	24.7	99	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.58	116	120	2.5	2.75	110	113	25	27.0	108	108
		0.50	0.62	125		2.5	2.98	119		25	27.2	109	
		0.50	0.62	124		2.5	2.91	117		25	31.8	127	
		0.50	0.57	115		2.5	2.94	118		25	28.3	113	
		0.50	0.57	115		2.5	2.72	109		25	27.1	108	
		0.50	0.62	123		2.5	2.70	108		25	22.0	88	
		0.50	0.62	125		2.5	2.74	109		25	25.4	102	
10	O ₈ CDF	1.0	0.98	98	97	5.0	4.08	82	85	50	47.6	95	89
		1.0	0.93	93		5.0	4.08	82		50	41.6	83	
		1.0	0.94	94		5.0	4.46	89		50	49.5	99	
		1.0	0.95	95		5.0	4.57	91		50	42.7	85	
		1.0	1.06	106		5.0	4.27	85		50	44.8	90	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	0.99	99		5.0	4.12	82		50	39.6	79	
		1.0	0.96	96		5.0	4.31	86		50	44.3	89	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.13	125	133	0.50	0.64	127	130	5.0	4.8	96	114
		0.10	0.13	129		0.50	0.69	137		5.0	5.6	113	
		0.10	0.14	142		0.50	0.63	126		5.0	6.2	125	
		0.10	0.14	137		0.50	0.62	123		5.0	6.2	123	
		0.10	0.14	135		0.50	0.67	134		5.0	5.8	116	
		0.10	0.13	134		0.50	0.62	123		5.0	5.6	111	
		0.10	0.13	131		0.50	0.71	142		5.0	5.8	116	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.51	102	108	2.5	2.63	105	110	25	24.3	97	105
		0.50	0.51	102		2.5	3.04	122		25	23.6	94	
		0.50	0.53	106		2.5	2.89	116		25	30.5	122	
		0.50	0.54	108		2.5	2.93	117		25	26.6	106	
		0.50	0.59	118		2.5	2.62	105		25	27.3	109	
		0.50	0.53	106		2.5	2.55	102		25	23.8	95	
		0.50	0.57	114		2.5	2.63	105		25	26.9	108	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.51	103	105	2.5	2.72	109	107	25	23.4	93	101
		0.50	0.52	104		2.5	2.97	119		25	23.5	94	
		0.50	0.56	113		2.5	2.56	102		25	31.3	125	
		0.50	0.52	103		2.5	2.75	110		25	26.1	104	
		0.50	0.54	108		2.5	2.79	111		25	23.8	95	
		0.50	0.51	103		2.5	2.28	91		25	23.6	94	
		0.50	0.52	104		2.5	2.64	106		25	25.1	100	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.50	99	109	2.5	2.58	103	112	25	25.3	101	110

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.53	107		2.5	2.70	108		25	26.3	105	
		0.50	0.60	120		2.5	2.86	115		25	32.5	130	
		0.50	0.56	113		2.5	3.01	120		25	29.5	118	
		0.50	0.55	110		2.5	2.77	111		25	28.2	113	
		0.50	0.58	117		2.5	2.95	118		25	25.2	101	
		0.50	0.48	97		2.5	2.78	111		25	25.5	102	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.48	96	102	2.5	2.75	110	108	25	24.0	96	101
		0.50	0.51	102		2.5	2.80	112		25	24.7	99	
		0.50	0.52	104		2.5	2.72	109		25	29.7	119	
		0.50	0.54	107		2.5	2.76	110		25	26.5	106	
		0.50	0.55	111		2.5	2.68	107		25	24.3	97	
		0.50	0.45	90		2.5	2.51	100		25	22.6	91	
		0.50	0.53	105		2.5	2.62	105		25	24.5	98	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.59	118	115	2.5	2.85	114	115	25	24.9	99	106
		0.50	0.54	107		2.5	2.82	113		25	26.1	104	
		0.50	0.57	113		2.5	2.72	109		25	31.0	124	
		0.50	0.59	118		2.5	3.10	124		25	27.2	109	
		0.50	0.61	121		2.5	2.77	111		25	25.7	103	
		0.50	0.59	118		2.5	2.80	112		25	24.3	97	
		0.50	0.55	110		2.5	3.03	121		25	25.6	102	
17	O ₈ CDD	1.0	1.10	110	112	5.0	5.22	104	108	50	50.3	101	105
		1.0	1.10	110		5.0	5.64	113		50	46.4	93	
		1.0	1.14	114		5.0	5.29	106		50	61.7	123	
		1.0	1.08	108		5.0	5.68	114		50	51.6	103	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	1.12	112		5.0	5.23	105		50	55.2	110	
		1.0	1.10	110		5.0	4.92	98		50	46.8	94	
		1.0	1.23	123		5.0	5.74	115		50	53.9	108	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	1.03	103	109	5.0	5.3	106	110	50	48.8	97	105
		1.0	1.10	110		5.0	5.8	116		50	50.3	100	
		1.0	1.15	114		5.0	5.5	109		50	61.2	122	
		1.0	1.10	110		5.0	5.8	116		50	55.2	110	
		1.0	1.14	114		5.0	5.5	109		50	53.3	106	
		1.0	1.07	107		5.0	5.2	103		50	48.5	97	
		1.0	1.09	109		5.0	5.5	110		50	51.4	103	

表 1-44 实验室 1 地表水加标正确度测试数据

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.09	92.0	101	0.50	0.46	93	97	5.0	4.19	84	93
		0.10	0.10	102		0.50	0.49	98		5.0	4.75	95	
		0.10	0.10	97.0		0.50	0.43	86		5.0	4.82	96	
		0.10	0.09	86		0.50	0.53	105		5.0	4.77	95	
		0.10	0.11	112		0.50	0.42	84		5.0	4.19	84	
		0.10	0.11	107		0.50	0.51	102		5.0	4.59	92	
		0.10	0.11	110		0.50	0.55	109		5.0	5.31	106	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.57	114	100	2.5	2.22	89	84	25	19.4	77	92

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.50	101		2.5	2.70	108		25	25.6	102	
		0.50	0.42	83.4		2.5	1.91	76		25	26.5	106	
		0.50	0.48	95		2.5	2.04	82		25	20.4	82	
		0.50	0.47	94		2.5	1.92	77		25	23.2	93	
		0.50	0.56	112		2.5	1.93	77		25	25.8	103	
		0.50	0.51	102		2.5	2.04	82		25	20.9	83	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.46	92.6	96.8	2.5	2.24	90	95	25	24.7	99	95
		0.50	0.46	91.0		2.5	2.29	92		25	23.4	94	
		0.50	0.54	107		2.5	2.64	106		25	26.9	107	
		0.50	0.58	115		2.5	2.01	80		25	19.6	78	
		0.50	0.54	108		2.5	2.04	82		25	24.6	98	
		0.50	0.40	80.4		2.5	2.85	114		25	26.8	107	
		0.50	0.41	82.8		2.5	2.63	105		25	19.6	78	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.52	104	103	2.5	2.04	82	94	25	26.6	106	98
		0.50	0.54	108		2.5	2.24	90		25	24.5	98	
		0.50	0.49	98		2.5	2.56	102		25	24.4	98	
		0.50	0.45	90		2.5	2.20	88		25	20.5	82	
		0.50	0.57	114		2.5	2.36	95		25	26.4	106	
		0.50	0.54	109		2.5	2.70	108		25	20.5	82	
		0.50	0.51	102		2.5	2.43	97		25	28.1	112	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.41	82	91	2.5	1.91	77	93	25	20.9	84	89
		0.50	0.42	84		2.5	2.59	104		25	22.8	91	
		0.50	0.56	112		2.5	2.29	92		25	20.3	81	
		0.50	0.44	88		2.5	2.46	98		25	20.5	82	
		0.50	0.50	100		2.5	2.28	91		25	26.1	104	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.41	82	96	2.5	2.20	88	95	25	24.7	99	95
		0.50	0.45	91		2.5	2.56	102		25	21.3	85	
		0.50	0.51	102		2.5	2.64	105		25	19.1	76	
		0.50	0.51	103		2.5	1.91	77		25	19.8	79	
		0.50	0.40	81		2.5	2.18	87		25	27.5	110	
		0.50	0.43	87		2.5	2.04	82		25	27.3	109	
		0.50	0.48	96		2.5	2.71	108		25	26.0	104	
		0.50	0.48	96		2.5	2.30	92		25	25.4	102	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.53	106	98	2.5	2.83	113	101	25	21.3	85	91
		0.50	0.44	88		2.5	2.75	110		25	24.5	98	
		0.50	0.55	111		2.5	2.07	83		25	19.8	79	
		0.50	0.45	91		2.5	2.71	108		25	19.1	77	
		0.50	0.40	81		2.5	2.49	99		25	28.1	113	
		0.50	0.58	116		2.5	2.59	104		25	21.3	85	
		0.50	0.55	110		2.5	2.24	89		25	27.5	110	
		0.50	0.44	87		2.5	2.82	113		25	19.7	79	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.58	116	99	2.5	2.62	105	97	25	24.6	99	95
		0.50	0.50	99		2.5	2.06	83		25	27.0	108	
		0.50	0.41	81		2.5	2.78	111		25	25.6	102	
		0.50	0.58	117		2.5	2.23	89		25	19.4	78	
		0.50	0.42	84		2.5	2.05	82		25	24.6	98	
		0.50	0.47	94		2.5	2.62	105		25	25.5	102	
		0.50	0.52	103		2.5	2.65	106		25	19.2	77	
		0.50	0.52	103		2.5	2.65	106		25	19.2	77	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.46	92	98	2.5	2.45	98	97	25	25.7	103	90
		0.50	0.51	101		2.5	2.78	111		25	24.6	98	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.53	107		2.5	2.27	91		25	19.3	77	
		0.50	0.54	109		2.5	2.10	84		25	25.5	102	
		0.50	0.53	105		2.5	2.72	109		25	23.4	94	
		0.50	0.45	89		2.5	2.54	101		25	19.3	77	
		0.50	0.42	83		2.5	2.14	86		25	19.8	79	
10	O ₈ CDF	1.0	0.70	70	67	5.0	4.14	83	81	50	34.5	69	79
		1.0	0.73	73		5.0	4.60	92		50	47.8	96	
		1.0	0.77	77		5.0	4.34	87		50	37.9	76	
		1.0	0.73	73		5.0	3.49	70		50	35.8	72	
		1.0	0.56	56		5.0	3.83	77		50	40.5	81	
		1.0	0.61	61		5.0	3.17	63		50	41.3	83	
		1.0	0.60	60		5.0	4.75	95		50	37.1	74	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.10	98	100	0.50	0.39	78	92	5.0	4.2	83	101
		0.10	0.10	102		0.50	0.53	105		5.0	4.3	85	
		0.10	0.10	95		0.50	0.46	91		5.0	5.6	111	
		0.10	0.11	112		0.50	0.51	102		5.0	5.6	111	
		0.10	0.10	101		0.50	0.38	75		5.0	5.4	107	
		0.10	0.08	80		0.50	0.45	89		5.0	5.3	105	
		0.10	0.11	112		0.50	0.54	107		5.0	5.3	105	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.51	103	106	2.5	2.74	109	99	25	20.9	83	91
		0.50	0.54	109		2.5	2.29	92		25	23.7	95	
		0.50	0.49	97		2.5	2.18	87		25	22.9	92	
		0.50	0.56	113		2.5	2.48	99		25	26.3	105	
		0.50	0.51	102		2.5	2.13	85		25	21.4	85	
		0.50	0.55	111		2.5	2.84	114		25	19.6	78	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.53	106		2.5	2.62	105		25	24.6	98	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.47	94	100	2.5	2.75	110	95	25	21.3	85	88
		0.50	0.53	106		2.5	1.96	78		25	21.4	85	
		0.50	0.51	103		2.5	2.42	97		25	23.1	92	
		0.50	0.52	104		2.5	2.15	86		25	19.3	77	
		0.50	0.53	106		2.5	2.93	117		25	25.2	101	
		0.50	0.49	97		2.5	2.03	81		25	21.2	85	
		0.50	0.47	95		2.5	2.48	99		25	22.4	90	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.54	108	103	2.5	2.20	88	102	25	26.6	106	99
		0.50	0.57	114		2.5	2.72	109		25	22.2	89	
		0.50	0.54	107		2.5	2.64	105		25	24.3	97	
		0.50	0.49	98		2.5	2.69	108		25	24.7	99	
		0.50	0.52	103		2.5	2.67	107		25	26.8	107	
		0.50	0.47	93		2.5	2.85	114		25	22.6	90	
		0.50	0.48	96		2.5	2.12	85		25	26.0	104	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.53	106	103	2.5	2.98	119	101	25	19.6	78	85
		0.50	0.51	101		2.5	2.34	93		25	23.0	92	
		0.50	0.53	106		2.5	2.87	115		25	19.2	77	
		0.50	0.48	95		2.5	2.02	81		25	23.5	94	
		0.50	0.52	105		2.5	2.85	114		25	19.2	77	
		0.50	0.48	95		2.5	2.68	107		25	20.0	80	
		0.50	0.56	112		2.5	1.99	79		25	24.9	100	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.54	108	107	2.5	2.81	112	106	25	27.0	108	97
		0.50	0.54	109		2.5	2.69	107		25	26.9	107	
		0.50	0.51	102		2.5	2.67	107		25	23.2	93	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.56	112		2.5	2.86	114		25	19.1	76	
		0.50	0.56	112		2.5	2.39	96		25	21.4	86	
		0.50	0.57	113		2.5	2.88	115		25	25.3	101	
		0.50	0.47	94		2.5	2.28	91		25	26.4	106	
17	O ₈ CDD	1.0	0.67	67	66	5.0	3.98	80	76	50	39.6	79	76
		1.0	0.76	76		5.0	3.94	79		50	34.1	68	
		1.0	0.81	81		5.0	3.75	75		50	37.9	76	
		1.0	0.75	75		5.0	4.24	85		50	44.5	89	
		1.0	0.66	66		5.0	3.60	72		50	41.7	83	
		1.0	0.51	51		5.0	3.67	73		50	35.8	72	
		1.0	0.48	48		5.0	3.35	67		50	32.0	64	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	0.98	98	100	5.0	4.85	97	96	50	45.0	89.8	93
		1.0	1.02	101		5.0	4.67	93		50	45.8	91.3	
		1.0	1.00	100		5.0	4.86	97		50	48.8	97.4	
		1.0	1.05	105		5.0	4.59	92		50	47.1	94.0	
		1.0	1.05	104		5.0	4.52	90		50	47.8	95.3	
		1.0	0.95	95		5.0	5.22	104		50	47.1	94.1	
		1.0	0.98	98		5.0	5.11	102		50	46.0	91.8	

表 1-45 实验室 2 地表水加标正确度测试数据

验证单位：浙江省台州生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.09	91	92	0.50	0.49	99	91	5.0	5.18	104	97
		0.10	0.10	104		0.50	0.41	82		5.0	5.58	112	
		0.10	0.09	86		0.50	0.50	100		5.0	4.15	83	
		0.10	0.09	88		0.50	0.44	88		5.0	4.64	93	
		0.10	0.08	82		0.50	0.39	78		5.0	5.66	113	
		0.10	0.09	93		0.50	0.56	111		5.0	4.68	94	
		0.10	0.10	99		0.50	0.39	78		5.0	3.91	78	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.52	103	96	2.5	2.69	108	102	25	21.2	85	92
		0.50	0.47	94		2.5	2.76	110		25	22.0	88	
		0.50	0.41	81		2.5	2.42	97		25	26.5	106	
		0.50	0.49	97		2.5	2.50	100		25	21.4	86	
		0.50	0.50	99		2.5	2.56	102		25	20.7	83	
		0.50	0.53	107		2.5	2.73	109		25	25.1	100	
		0.50	0.45	90		2.5	2.26	90		25	23.3	93	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.49	99	97	2.5	2.72	109	93	25	20.1	80	88
		0.50	0.57	115		2.5	1.96	78		25	20.2	81	
		0.50	0.57	113		2.5	2.41	96		25	27.5	110	
		0.50	0.41	83		2.5	2.44	98		25	26.7	107	
		0.50	0.46	93		2.5	2.48	99		25	19.8	79	
		0.50	0.40	80		2.5	2.08	83		25	20.1	81	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.50	99		2.5	2.10	84		25	19.5	78	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.47	94	101	2.5	2.64	106	106	25	20.0	80	95
		0.50	0.46	92		2.5	2.68	107		25	22.2	89	
		0.50	0.56	113		2.5	2.54	102		25	23.3	93	
		0.50	0.45	91		2.5	2.65	106		25	26.7	107	
		0.50	0.45	91		2.5	2.86	114		25	24.0	96	
		0.50	0.59	117		2.5	2.68	107		25	28.0	112	
		0.50	0.57	114		2.5	2.53	101		25	22.7	91	
		0.50	0.49	98		2.5	2.43	97		25	23.3	93	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.50	100	104	2.5	2.50	100	99	25	19.0	76	92
		0.50	0.51	102		2.5	2.57	103		25	22.7	91	
		0.50	0.57	113		2.5	2.15	86		25	25.7	103	
		0.50	0.54	108		2.5	2.29	92		25	19.3	77	
		0.50	0.51	103		2.5	2.77	111		25	25.7	103	
		0.50	0.51	102		2.5	2.63	105		25	24.7	99	
		0.50	0.44	88		2.5	2.61	104		25	28.1	113	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.55	110	100	2.5	2.35	94	96	25	27.6	110	98
		0.50	0.46	92		2.5	2.35	94		25	22.4	90	
		0.50	0.46	92		2.5	2.57	103		25	22.2	89	
		0.50	0.51	102		2.5	2.03	81		25	25.7	103	
		0.50	0.57	114		2.5	2.66	106		25	24.4	98	
		0.50	0.50	101		2.5	2.29	92		25	21.8	87	
		0.50	0.51	102		2.5	1.93	77	102	25	21.3	85	100
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.48	95	100	2.5	2.58	103		25	22.7	91	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.43	85		2.5	2.76	110		25	27.0	108	
		0.50	0.48	97		2.5	2.37	95		25	27.6	111	
		0.50	0.49	97		2.5	2.61	104		25	28.0	112	
		0.50	0.54	108		2.5	2.84	114		25	21.9	88	
		0.50	0.57	115		2.5	2.80	112		25	26.9	108	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.51	101	101	2.5	2.37	95	102	25	28.3	113	99
		0.50	0.49	98		2.5	2.55	102		25	28.1	112	
		0.50	0.51	102		2.5	2.56	102		25	19.6	78	
		0.50	0.53	106		2.5	2.63	105		25	27.8	111	
		0.50	0.47	94		2.5	2.30	92		25	19.4	78	
		0.50	0.56	111		2.5	2.78	111		25	25.1	100	
		0.50	0.48	96		2.5	2.59	103		25	25.3	101	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.48	95	106	2.5	1.92	77	87	25	19.9	80	96
		0.50	0.49	99		2.5	2.43	97		25	22.2	89	
		0.50	0.59	117		2.5	2.54	101		25	25.0	100	
		0.50	0.45	91		2.5	1.90	76		25	23.8	95	
		0.50	0.55	110		2.5	2.16	87		25	25.6	102	
		0.50	0.58	117		2.5	2.14	86		25	24.1	96	
		0.50	0.58	115		2.5	2.20	88		25	26.6	107	
10	O ₈ CDF	1.0	0.56	56	61	5.0	3.98	80	81	50	40.9	82	79
		1.0	0.73	73		5.0	4.42	88		50	48.1	96	
		1.0	0.72	72		5.0	4.47	89		50	38.0	76	
		1.0	0.75	75		5.0	3.90	78		50	30.3	61	
		1.0	0.70	70		5.0	3.73	75		50	43.0	86	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	0.43	43		5.0	3.35	67		50	35.0	70	
		1.0	0.38	38		5.0	4.48	90		50	40.3	81	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.10	102	91	0.50	0.38	75	92	5.0	5.1	102	98
		0.10	0.08	78		0.50	0.49	97		5.0	5.1	102	
		0.10	0.08	78		0.50	0.55	110		5.0	4.5	90	
		0.10	0.11	112		0.50	0.53	105		5.0	5.4	107	
		0.10	0.09	87		0.50	0.49	98		5.0	4.7	93	
		0.10	0.09	91		0.50	0.38	76		5.0	4.1	82	
		0.10	0.09	88		0.50	0.41	81		5.0	5.4	107	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.49	97	104	2.5	2.83	113	100	25	24.2	97	87
		0.50	0.54	109		2.5	2.05	82		25	19.6	78	
		0.50	0.57	114		2.5	2.11	84		25	23.3	93	
		0.50	0.51	103		2.5	2.75	110		25	19.4	77	
		0.50	0.48	97		2.5	2.93	117		25	25.6	102	
		0.50	0.56	113		2.5	2.22	89		25	21.6	86	
		0.50	0.49	98		2.5	2.61	104		25	19.4	78	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.56	112	108	2.5	2.39	96	93	25	20.7	83	93
		0.50	0.56	113		2.5	2.24	90		25	26.9	107	
		0.50	0.56	112		2.5	1.97	79		25	20.4	82	
		0.50	0.50	100		2.5	2.36	94		25	21.5	86	
		0.50	0.49	98		2.5	2.51	100		25	25.1	100	
		0.50	0.55	111		2.5	1.99	79		25	23.1	92	
		0.50	0.54	109		2.5	2.85	114		25	26.1	104	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.48	95	100	2.5	2.66	106	105	25	25.0	100	91

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.53	107		2.5	2.88	115		25	24.7	99	
		0.50	0.50	99		2.5	2.72	109		25	19.1	76	
		0.50	0.57	113		2.5	2.82	113		25	19.3	77	
		0.50	0.48	95		2.5	2.58	103		25	20.2	81	
		0.50	0.48	96		2.5	2.70	108		25	26.3	105	
		0.50	0.49	97		2.5	2.02	81		25	24.7	99	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.57	114	106	2.5	1.96	78	95	25	26.6	106	100
		0.50	0.52	104		2.5	2.13	85		25	26.5	106	
		0.50	0.55	109		2.5	2.77	111		25	20.8	83	
		0.50	0.53	106		2.5	2.92	117		25	26.2	105	
		0.50	0.55	111		2.5	1.99	80		25	22.9	91	
		0.50	0.47	93		2.5	2.37	95		25	26.2	105	
		0.50	0.52	103		2.5	2.54	101		25	26.5	106	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.53	107	103	2.5	2.63	105	102	25	24.9	99	88
		0.50	0.55	110		2.5	2.49	99		25	23.2	93	
		0.50	0.48	95		2.5	1.95	78		25	20.7	83	
		0.50	0.51	102		2.5	2.15	86		25	21.1	84	
		0.50	0.51	101		2.5	2.88	115		25	19.7	79	
		0.50	0.55	110		2.5	2.79	111		25	21.6	86	
		0.50	0.47	94		2.5	2.97	119		25	23.2	93	
17	O ₈ CDD	1.0	0.60	60	69	5.0	4.46	89	80	50	39.6	79	78
		1.0	0.75	75		5.0	3.99	80		50	33.9	68	
		1.0	0.81	81		5.0	3.98	80		50	38.7	77	
		1.0	0.73	73		5.0	4.12	82		50	38.3	77	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	0.71	71		5.0	4.03	81		50	42.8	86	
		1.0	0.64	64		5.0	3.86	77		50	39.4	79	
		1.0	0.59	59		5.0	3.49	70		50	39.6	79	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	0.99	99	100	5.0	5.07	101	97	50	46.1	92	92
		1.0	1.05	104		5.0	4.49	90		50	44.4	89	
		1.0	1.05	104		5.0	4.83	96		50	47.9	96	
		1.0	0.98	98		5.0	5.15	103		50	47.6	95	
		1.0	0.96	96		5.0	5.13	102		50	46.2	92	
		1.0	1.00	100		5.0	4.60	92		50	45.0	90	
		1.0	1.00	100		5.0	4.76	95		50	44.5	89	

表 1-46 实验室 3 地表水加标准确度测试数据

验证单位：湖北省生态环境监测中心站

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.11	112	92	0.50	0.55	111	103	5.0	5.41	108	93
		0.10	0.09	94		0.50	0.50	100		5.0	4.46	89	
		0.10	0.08	82		0.50	0.45	90		5.0	4.39	88	
		0.10	0.11	112		0.50	0.56	111		5.0	4.74	95	
		0.10	0.08	77		0.50	0.52	103		5.0	4.22	84	
		0.10	0.08	84		0.50	0.51	101		5.0	4.76	95	
		0.10	0.08	84		0.50	0.53	106		5.0	4.59	92	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.52	105	109	2.5	1.94	78	90	25	28.0	112	96
		0.50	0.59	119		2.5	2.30	92		25	19.1	77	
		0.50	0.53	106		2.5	2.42	97		25	28.1	112	
		0.50	0.58	116		2.5	2.10	84		25	20.7	83	
		0.50	0.54	107		2.5	2.55	102		25	23.2	93	
		0.50	0.51	102		2.5	2.03	81		25	22.2	89	
		0.50	0.53	106		2.5	2.36	94		25	26.4	106	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.58	117	111	2.5	2.09	84	89	25	22.7	91	94
		0.50	0.57	114		2.5	2.49	99		25	19.7	79	
		0.50	0.54	107		2.5	2.06	82		25	19.4	78	
		0.50	0.52	105		2.5	2.18	87		25	25.1	100	
		0.50	0.58	115		2.5	2.23	89		25	27.9	112	
		0.50	0.51	101		2.5	2.18	87		25	26.0	104	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.58	116		2.5	2.38	95		25	23.5	94	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.56	112	105	2.5	2.23	89	90	25	22.1	89	93
		0.50	0.46	92		2.5	2.56	103		25	24.7	99	
		0.50	0.58	116		2.5	2.25	90		25	20.4	82	
		0.50	0.56	112		2.5	2.06	82		25	26.6	106	
		0.50	0.53	107		2.5	1.95	78		25	20.3	81	
		0.50	0.47	93		2.5	2.73	109		25	27.7	111	
		0.50	0.50	101		2.5	2.02	81		25	21.7	87	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.54	108	109	2.5	2.83	113	101	25	19.3	77	90
		0.50	0.51	101		2.5	2.65	106		25	23.2	93	
		0.50	0.50	100		2.5	2.22	89		25	19.6	78	
		0.50	0.59	118		2.5	2.70	108		25	25.7	103	
		0.50	0.54	109		2.5	2.67	107		25	24.3	97	
		0.50	0.56	111		2.5	2.22	89		25	21.2	85	
		0.50	0.58	116		2.5	2.32	93		25	23.4	94	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.51	102	108	2.5	2.70	108	90	25	26.1	104	96
		0.50	0.48	96		2.5	2.63	105		25	20.9	83	
		0.50	0.54	107		2.5	1.98	79		25	21.7	87	
		0.50	0.59	119		2.5	2.16	86		25	26.9	108	
		0.50	0.54	108		2.5	1.97	79		25	24.5	98	
		0.50	0.52	104		2.5	1.97	79		25	21.0	84	
		0.50	0.58	116		2.5	2.31	93		25	27.3	109	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.47	94	101	2.5	2.63	105	95	25	26.4	106	95
		0.50	0.47	94		2.5	1.92	77		25	23.6	94	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.54	107		2.5	2.26	91		25	21.4	86	
		0.50	0.47	94		2.5	2.06	82		25	22.1	88	
		0.50	0.54	109		2.5	2.73	109		25	24.7	99	
		0.50	0.53	106		2.5	2.82	113		25	26.8	107	
		0.50	0.52	104		2.5	2.28	91		25	20.4	82	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.46	91	101	2.5	1.95	78	90	25	25.4	101	96
		0.50	0.56	112		2.5	2.29	92		25	25.8	103	
		0.50	0.58	116		2.5	1.97	79		25	21.9	88	
		0.50	0.46	92		2.5	2.48	99		25	23.0	92	
		0.50	0.46	92		2.5	2.70	108		25	21.4	86	
		0.50	0.48	95		2.5	1.99	80		25	27.3	109	
		0.50	0.53	107		2.5	2.30	92		25	22.8	91	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.56	112	104	2.5	2.57	103	102	25	27.8	111	102
		0.50	0.46	92		2.5	2.69	108		25	24.3	97	
		0.50	0.49	98		2.5	2.24	90		25	26.9	108	
		0.50	0.53	105		2.5	2.44	98		25	22.8	91	
		0.50	0.54	108		2.5	2.70	108		25	21.2	85	
		0.50	0.55	110		2.5	2.44	97		25	28.2	113	
		0.50	0.52	103		2.5	2.82	113		25	27.7	111	
10	O ₈ CDF	1.0	0.58	58	63	5.0	4.25	85	83	50	35.1	70	79
		1.0	0.75	75		5.0	4.82	96		50	46.0	92	
		1.0	0.67	67		5.0	4.40	88		50	44.8	90	
		1.0	0.75	75		5.0	3.61	72		50	33.5	67	
		1.0	0.69	69		5.0	3.85	77		50	37.6	75	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	0.54	54		5.0	3.35	67		50	44.0	88	
		1.0	0.45	45		5.0	4.73	95		50	35.8	72	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.09	93	92	0.50	0.56	111	88	5	4.7	93	95
		0.10	0.11	105		0.50	0.41	81		5	5.3	105	
		0.10	0.09	87		0.50	0.45	89		5	4.2	84	
		0.10	0.11	111		0.50	0.39	77		5	4.6	91	
		0.10	0.08	75		0.50	0.52	104		5	5.1	102	
		0.10	0.09	93		0.50	0.39	77		5	4.2	84	
		0.10	0.08	79		0.50	0.40	79		5	5.2	103	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.60	120	107	2.5	1.96	78	86	25	20.4	82	92
		0.50	0.59	118		2.5	2.23	89		25	26.4	105	
		0.50	0.60	119		2.5	2.20	88		25	19.7	79	
		0.50	0.58	116		2.5	2.04	81		25	20.1	80	
		0.50	0.43	85		2.5	2.48	99		25	24.1	96	
		0.50	0.49	97		2.5	1.95	78		25	25.9	104	
		0.50	0.46	92		2.5	2.24	90		25	24.6	98	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.52	104	102	2.5	2.28	91	99	25	23.6	94	89
		0.50	0.45	90		2.5	2.87	115		25	24.8	99	
		0.50	0.54	108		2.5	2.57	103		25	19.2	77	
		0.50	0.48	96		2.5	2.46	98		25	20.3	81	
		0.50	0.43	86		2.5	2.22	89		25	22.0	88	
		0.50	0.60	119		2.5	2.30	92		25	22.4	90	
		0.50	0.57	114		2.5	2.59	104		25	24.1	96	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.58	117	109	2.5	2.31	92	96	25	22.2	89	90

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.58	116		2.5	2.88	115		25	20.0	80	
		0.50	0.59	119		2.5	2.79	111		25	21.9	88	
		0.50	0.52	104		2.5	2.44	98		25	24.0	96	
		0.50	0.52	104		2.5	2.01	80		25	19.9	79	
		0.50	0.45	90		2.5	2.10	84		25	23.3	93	
		0.50	0.55	109		2.5	2.24	90		25	26.9	107	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.58	115	107	2.5	2.85	114	99	25	24.5	98	93
		0.50	0.59	118		2.5	2.36	94		25	19.2	77	
		0.50	0.49	98		2.5	2.55	102		25	26.8	107	
		0.50	0.55	110		2.5	2.66	106		25	26.4	105	
		0.50	0.47	95		2.5	2.36	94		25	19.5	78	
		0.50	0.51	101		2.5	2.27	91		25	24.0	96	
		0.50	0.56	112		2.5	2.23	89		25	23.0	92	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.45	90	98	2.5	2.38	95	96	25	22.9	91	88
		0.50	0.43	86		2.5	2.52	101		25	19.5	78	
		0.50	0.45	90		2.5	2.94	117		25	25.2	101	
		0.50	0.54	107		2.5	2.62	105		25	19.6	78	
		0.50	0.52	104		2.5	2.19	88		25	20.3	81	
		0.50	0.52	103		2.5	2.15	86		25	24.4	98	
		0.50	0.51	102		2.5	2.07	83		25	21.7	87	
17	O ₈ CDD	1.0	0.59	59	64	5.0	3.87	77	77	50	41.5	83	77
		1.0	0.74	74		5.0	4.11	82		50	43.7	87	
		1.0	0.84	84		5.0	3.93	79		50	33.6	67	
		1.0	0.75	75		5.0	4.18	84		50	35.6	71	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	0.63	63		5.0	3.87	77		50	38.8	78	
		1.0	0.55	55		5.0	3.72	74		50	41.6	83	
		1.0	0.39	39		5.0	3.34	67		50	34.0	68	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	1.11	111	106	5.0	4.59	92	91	50	45.4	91	93
		1.0	1.09	109		5.0	4.80	96		50	46.1	92	
		1.0	1.08	108		5.0	4.48	89		50	41.5	83	
		1.0	1.10	109		5.0	4.39	88		50	46.6	93	
		1.0	0.98	98		5.0	4.73	94		50	48.9	98	
		1.0	1.00	100		5.0	4.32	86		50	49.3	98	
		1.0	1.04	103		5.0	4.55	91		50	48.4	97	

表 1-47 实验室 4 地表水加标正确度测试数据

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.09	88	80	0.50	0.33	66	80	5.0	3.98	80	89
		0.10	0.07	69		0.50	0.33	67		5.0	3.77	75	
		0.10	0.09	90		0.50	0.39	78		5.0	4.99	100	
		0.10	0.08	83		0.50	0.44	88		5.0	4.80	96	
		0.10	0.07	68		0.50	0.40	79		5.0	4.23	85	
		0.10	0.08	84		0.50	0.47	94		5.0	4.77	95	
		0.10	0.08	75		0.50	0.46	91		5.0	4.72	94	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.36	72	83	2.5	2.25	90	84	25	23.4	94	92
		0.50	0.36	72		2.5	1.87	75		25	23.3	93	
		0.50	0.47	94		2.5	1.67	67		25	20.1	80	
		0.50	0.41	82		2.5	2.40	96		25	24.1	96	
		0.50	0.44	88		2.5	2.39	95		25	24.1	96	
		0.50	0.48	96		2.5	2.27	91		25	22.3	89	
		0.50	0.37	74		2.5	1.78	71		25	23.6	94	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.48	95	90	2.5	2.44	98	82	25	18.3	73	85
		0.50	0.39	78		2.5	1.83	73		25	25.6	102	
		0.50	0.42	85		2.5	2.22	89		25	17.9	72	
		0.50	0.48	96		2.5	1.94	78		25	22.3	89	
		0.50	0.46	92		2.5	1.88	75		25	20.5	82	
		0.50	0.45	91		2.5	1.88	75		25	18.7	75	
		0.50	0.48	96		2.5	2.17	87		25	25.4	102	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.42	84	89	2.5	2.33	93	85	25	22.0	88	86

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.49	98		2.5	2.09	84		25	25.3	101	
		0.50	0.46	91		2.5	2.17	87		25	17.9	72	
		0.50	0.42	84		2.5	1.67	67		25	23.9	96	
		0.50	0.45	91		2.5	2.19	88		25	17.8	71	
		0.50	0.38	76		2.5	2.25	90		25	20.5	82	
		0.50	0.48	96		2.5	2.11	84		25	23.9	96	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.49	98	87	2.5	1.88	75	83	25	23.4	93	88
		0.50	0.51	102		2.5	1.79	72		25	20.3	81	
		0.50	0.40	81		2.5	1.84	74		25	17.8	71	
		0.50	0.46	92		2.5	2.45	98		25	24.8	99	
		0.50	0.42	84		2.5	2.12	85		25	25.7	103	
		0.50	0.36	71		2.5	2.26	90		25	24.8	99	
		0.50	0.41	81		2.5	2.17	87		25	17.5	70	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.42	83	83	2.5	1.79	72	79	25	24.3	97	80
		0.50	0.40	80		2.5	2.00	80		25	17.5	70	
		0.50	0.46	93		2.5	2.21	88		25	19.9	80	
		0.50	0.39	77		2.5	1.65	66		25	19.4	78	
		0.50	0.46	91		2.5	2.34	94		25	23.7	95	
		0.50	0.41	83		2.5	2.01	81		25	17.7	71	
		0.50	0.37	74		2.5	1.88	75		25	17.7	71	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.48	96	88	2.5	2.08	83	80	25	21.8	87	88
		0.50	0.40	80		2.5	1.70	68		25	25.8	103	
		0.50	0.43	86		2.5	2.15	86		25	24.4	97	
		0.50	0.51	103		2.5	1.63	65		25	19.5	78	
		0.50	0.37	74		2.5	2.25	90		25	24.6	98	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.37	74		2.5	1.94	77		25	18.5	74	
		0.50	0.50	101		2.5	2.31	93		25	19.4	78	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.43	86	88	2.5	2.00	80	85	25	22.2	89	90
		0.50	0.40	79		2.5	2.24	89		25	24.2	97	
		0.50	0.44	88		2.5	2.26	90		25	17.5	70	
		0.50	0.42	84		2.5	2.06	82		25	25.9	104	
		0.50	0.51	101		2.5	1.72	69		25	22.2	89	
		0.50	0.49	98		2.5	2.29	92		25	19.9	80	
		0.50	0.39	78		2.5	2.35	94		25	24.8	99	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.37	75	81	2.5	1.92	77	76	25	22.5	90	85
		0.50	0.40	81		2.5	1.72	69		25	26.0	104	
		0.50	0.41	81		2.5	1.89	75		25	17.9	71	
		0.50	0.36	71		2.5	2.12	85		25	22.2	89	
		0.50	0.38	75		2.5	2.20	88		25	17.8	71	
		0.50	0.52	103		2.5	1.81	72		25	18.1	72	
		0.50	0.41	83		2.5	1.71	68		25	23.8	95	
10	O ₈ CDF	1.0	0.56	56	61	5.0	2.86	57	65	50	40.6	81	74
		1.0	0.66	66		5.0	3.03	61		50	39.7	79	
		1.0	0.61	61		5.0	3.59	72		50	35.1	70	
		1.0	0.68	68		5.0	3.37	67		50	33.3	67	
		1.0	0.62	62		5.0	3.65	73		50	37.1	74	
		1.0	0.58	58		5.0	3.18	64		50	32.2	64	
		1.0	0.59	59		5.0	3.24	65		50	39.9	80	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.08	80	83	0.50	0.35	69	77	5	4.6	92	89
		0.10	0.08	85		0.50	0.33	66		5	4.9	98	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.10	0.09	87		0.50	0.44	88		5	4.6	92	
		0.10	0.08	78		0.50	0.44	88		5	4.0	81	
		0.10	0.08	80		0.50	0.32	64		5	3.9	78	
		0.10	0.09	89		0.50	0.44	88		5	4.8	96	
		0.10	0.08	85		0.50	0.38	76		5	4.3	85	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.49	98	93	2.5	2.26	90	87	25	23.7	95	84
		0.50	0.47	94		2.5	2.53	101		25	18.3	73	
		0.50	0.48	97		2.5	2.47	99		25	24.6	98	
		0.50	0.42	84		2.5	1.98	79		25	21.3	85	
		0.50	0.47	95		2.5	2.55	102		25	17.8	71	
		0.50	0.49	97		2.5	1.69	68		25	23.0	92	
		0.50	0.45	90		2.5	1.67	67		25	18.1	72	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.43	87	89	2.5	2.57	103	90	25	18.0	72	81
		0.50	0.47	95		2.5	1.87	75		25	17.6	70	
		0.50	0.43	85		2.5	2.25	90		25	22.0	88	
		0.50	0.44	88		2.5	2.25	90		25	17.7	71	
		0.50	0.41	82		2.5	2.54	101		25	22.6	91	
		0.50	0.46	93		2.5	2.09	84		25	19.6	79	
		0.50	0.45	91		2.5	2.10	84		25	24.3	97	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.42	84	91	2.5	2.53	101	80	25	18.3	73	85
		0.50	0.44	88		2.5	1.67	67		25	18.6	74	
		0.50	0.44	87		2.5	1.72	69		25	24.0	96	
		0.50	0.47	95		2.5	1.69	68		25	18.2	73	
		0.50	0.48	97		2.5	2.52	101		25	23.7	95	
		0.50	0.47	95		2.5	2.02	81		25	21.3	85	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.46	92		2.5	1.82	73		25	23.8	95	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.50	100	91	2.5	2.18	87	81	25	23.8	95	81
		0.50	0.46	92		2.5	1.76	70		25	24.3	97	
		0.50	0.41	82		2.5	2.15	86		25	20.2	81	
		0.50	0.48	95		2.5	2.01	80		25	17.8	71	
		0.50	0.41	83		2.5	1.88	75		25	18.9	76	
		0.50	0.48	95		2.5	2.36	94		25	19.6	79	
		0.50	0.44	89		2.5	1.85	74		25	17.3	69	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.45	90	92	2.5	2.14	85	85	25	19.9	79	80
		0.50	0.49	98		2.5	1.79	72		25	19.0	76	
		0.50	0.48	97		2.5	2.34	94		25	24.6	98	
		0.50	0.47	94		2.5	2.53	101		25	17.5	70	
		0.50	0.46	91		2.5	2.24	89		25	17.8	71	
		0.50	0.43	86		2.5	1.94	78		25	18.8	75	
		0.50	0.44	89		2.5	1.86	74		25	22.8	91	
17	O ₈ CDD	1.0	0.78	78	69	5.0	2.71	54	60	50	30.0	60	66
		1.0	0.80	80		5.0	3.56	71		50	35.9	72	
		1.0	0.71	71		5.0	2.92	58		50	28.5	57	
		1.0	0.65	65		5.0	3.13	63		50	35.7	71	
		1.0	0.51	51		5.0	3.18	64		50	33.6	67	
		1.0	0.79	79		5.0	2.45	49		50	30.9	62	
		1.0	0.59	59		5.0	2.88	58		50	37.8	76	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	0.92	92	89	5.0	4.45	89	83	50	43.0	86	85
		1.0	0.87	87		5.0	3.99	80		50	44.1	88	
		1.0	0.89	89		5.0	4.43	88		50	42.6	85	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	0.89	88		5.0	3.97	79		50	42.4	85	
		1.0	0.89	89		5.0	4.35	87		50	41.0	82	
		1.0	0.90	90		5.0	3.95	79		50	42.1	84	
		1.0	0.90	90		5.0	3.93	78		50	42.9	86	

表 1-48 实验室 5 地表水加标正确度测试数据

验证单位：浙江省宁波生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.08	75	88	0.50	0.41	81	94	5.0	4.21	84	92
		0.10	0.09	88		0.50	0.54	107		5.0	4.06	81	
		0.10	0.10	102		0.50	0.56	111		5.0	5.29	106	
		0.10	0.10	103		0.50	0.42	84		5.0	5.21	104	
		0.10	0.08	76		0.50	0.41	82		5.0	4.81	96	
		0.10	0.08	80		0.50	0.49	97		5.0	4.26	85	
		0.10	0.09	91		0.50	0.47	93		5.0	4.45	89	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.45	90	101	2.5	2.09	83	88	25	23.7	95	95
		0.50	0.56	112		2.5	1.92	77		25	24.7	99	
		0.50	0.55	110		2.5	2.22	89		25	23.2	93	
		0.50	0.46	92		2.5	2.28	91		25	23.8	95	
		0.50	0.54	108		2.5	2.21	88		25	23.9	95	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.45	90		2.5	2.51	100		25	23.5	94	
		0.50	0.52	104		2.5	2.10	84		25	23.9	95	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.56	111	107	2.5	2.11	84	97	25	23.4	94	98
		0.50	0.50	99		2.5	2.44	97		25	27.0	108	
		0.50	0.54	107		2.5	2.77	111		25	24.7	99	
		0.50	0.59	118		2.5	2.73	109		25	24.2	97	
		0.50	0.53	106		2.5	1.94	78		25	24.1	96	
		0.50	0.57	113		2.5	2.59	103		25	20.4	82	
		0.50	0.46	92		2.5	2.40	96		25	28.2	113	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.45	90	95	2.5	2.54	102	91	25	28.1	112	93
		0.50	0.46	92		2.5	2.29	92		25	24.7	99	
		0.50	0.48	95		2.5	2.32	93		25	21.3	85	
		0.50	0.54	108		2.5	1.95	78		25	26.8	107	
		0.50	0.45	90		2.5	2.11	84		25	21.6	87	
		0.50	0.49	99		2.5	2.47	99		25	20.7	83	
		0.50	0.47	94		2.5	2.19	88		25	19.8	79	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.48	96	105	2.5	2.03	81	95	25	19.8	79	91
		0.50	0.54	107		2.5	2.08	83		25	23.0	92	
		0.50	0.52	104		2.5	2.34	94		25	26.8	107	
		0.50	0.53	105		2.5	2.52	101		25	21.8	87	
		0.50	0.55	111		2.5	2.84	114		25	21.9	88	
		0.50	0.50	100		2.5	2.03	81		25	19.4	77	
		0.50	0.56	112		2.5	2.84	114		25	26.3	105	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.55	111	101	2.5	1.92	77	93	25	27.2	109	101
		0.50	0.54	109		2.5	2.53	101		25	28.2	113	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.54	109		2.5	2.55	102		25	23.3	93	
		0.50	0.45	90		2.5	2.61	104		25	27.5	110	
		0.50	0.45	91		2.5	2.26	91		25	24.8	99	
		0.50	0.51	101		2.5	2.10	84		25	21.0	84	
		0.50	0.48	95		2.5	2.33	93		25	25.7	103	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.48	95	104	2.5	2.16	86	95	25	22.1	89	91
		0.50	0.50	100		2.5	2.65	106		25	19.1	77	
		0.50	0.49	97		2.5	1.91	76		25	22.0	88	
		0.50	0.56	112		2.5	2.53	101		25	24.0	96	
		0.50	0.58	115		2.5	2.12	85		25	23.1	93	
		0.50	0.45	90		2.5	2.66	106		25	27.1	108	
		0.50	0.58	116		2.5	2.68	107		25	21.5	86	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.59	118	105	2.5	2.76	110	92	25	21.0	84	95
		0.50	0.52	104		2.5	2.41	96		25	22.2	89	
		0.50	0.55	111		2.5	2.70	108		25	19.8	79	
		0.50	0.54	107		2.5	2.04	82		25	23.3	93	
		0.50	0.48	96		2.5	2.01	80		25	26.7	107	
		0.50	0.46	92		2.5	2.24	90		25	26.3	105	
		0.50	0.53	105		2.5	1.97	79		25	27.6	110	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.59	117	109	2.5	2.79	112	97	25	19.3	77	85
		0.50	0.57	114		2.5	2.05	82		25	23.7	95	
		0.50	0.59	119		2.5	2.44	98		25	19.5	78	
		0.50	0.49	98		2.5	2.57	103		25	20.7	83	
		0.50	0.50	100		2.5	2.40	96		25	20.4	82	
		0.50	0.59	119		2.5	2.29	92		25	26.2	105	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.50	100		2.5	2.45	98		25	19.6	78	
10	O ₈ CDF	1.0	0.66	66	60	5.0	3.99	80	82	50	44.7	89	84
		1.0	0.73	73		5.0	4.29	86		50	46.2	92	
		1.0	0.70	70		5.0	4.38	88		50	43.5	87	
		1.0	0.74	74		5.0	3.96	79		50	39.0	78	
		1.0	0.53	53		5.0	4.14	83		50	43.1	86	
		1.0	0.48	48		5.0	3.26	65		50	36.9	74	
		1.0	0.38	38		5.0	4.60	92		50	39.3	79	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.10	104	101	0.50	0.38	75	83	5.0	5.6	111	101
		0.10	0.11	111		0.50	0.39	77		5.0	5.6	112	
		0.10	0.10	96		0.50	0.53	105		5.0	4.9	97	
		0.10	0.10	99		0.50	0.40	79		5.0	4.5	90	
		0.10	0.10	103		0.50	0.38	75		5.0	5.6	112	
		0.10	0.11	110		0.50	0.45	90		5.0	4.6	91	
		0.10	0.08	83		0.50	0.40	79		5.0	4.7	93	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.52	104	95	2.5	2.59	103	95	25	22.0	88	92
		0.50	0.43	85		2.5	2.66	106		25	21.4	86	
		0.50	0.44	88		2.5	2.51	100		25	26.5	106	
		0.50	0.49	98		2.5	2.05	82		25	19.6	78	
		0.50	0.45	90		2.5	2.56	102		25	21.1	84	
		0.50	0.47	94		2.5	2.14	85		25	24.9	99	
		0.50	0.53	106		2.5	2.14	85		25	25.3	101	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.56	112	106	2.5	2.38	95	93	25	21.2	85	87
		0.50	0.57	114		2.5	1.99	79		25	21.7	87	
		0.50	0.56	111		2.5	2.29	91		25	22.7	91	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.57	113		2.5	2.24	89		25	19.7	79	
		0.50	0.50	99		2.5	2.49	100		25	25.1	100	
		0.50	0.48	96		2.5	2.10	84		25	21.4	86	
		0.50	0.50	100		2.5	2.80	112		25	21.4	86	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.47	94	103	2.5	2.27	91	94	25	25.2	101	96
		0.50	0.59	118		2.5	2.67	107		25	26.0	104	
		0.50	0.50	99		2.5	2.41	96		25	21.0	84	
		0.50	0.52	104		2.5	2.20	88		25	21.8	87	
		0.50	0.46	92		2.5	1.97	79		25	26.2	105	
		0.50	0.48	96		2.5	2.18	87		25	26.8	107	
		0.50	0.59	117		2.5	2.80	112		25	21.6	86	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.47	95	97	2.5	2.27	91	96	25	20.0	80	90
		0.50	0.54	109		2.5	2.24	89		25	22.7	91	
		0.50	0.43	86		2.5	2.08	83		25	23.0	92	
		0.50	0.43	87		2.5	2.62	105		25	19.6	78	
		0.50	0.52	104		2.5	2.76	110		25	25.2	101	
		0.50	0.46	92		2.5	2.74	110		25	22.2	89	
		0.50	0.52	104		2.5	2.18	87		25	25.5	102	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.48	96	98	2.5	2.31	92	97	25	23.4	94	91
		0.50	0.48	95		2.5	2.02	81		25	19.2	77	
		0.50	0.55	110		2.5	2.53	101		25	23.9	96	
		0.50	0.50	101		2.5	2.67	107		25	26.0	104	
		0.50	0.43	87		2.5	2.97	119		25	22.0	88	
		0.50	0.48	96		2.5	2.38	95		25	23.5	94	
		0.50	0.51	103		2.5	2.06	82		25	21.8	87	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
17	O ₈ CDD	1.0	0.71	71	69	5.0	4.10	82	77	50	42.4	85	79
		1.0	0.75	75		5.0	3.84	77		50	42.5	85	
		1.0	0.81	81		5.0	3.67	73		50	43.0	86	
		1.0	0.74	74		5.0	4.43	89		50	39.1	78	
		1.0	0.50	50		5.0	3.56	71		50	34.7	69	
		1.0	0.64	64		5.0	3.80	76		50	37.6	75	
		1.0	0.65	65		5.0	3.70	74		50	38.4	77	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	1.04	104	101	5.0	4.51	90	94	50	46.9	94	95
		1.0	1.00	100		5.0	4.80	96		50	48.7	97	
		1.0	0.99	99		5.0	5.00	100		50	48.9	98	
		1.0	1.05	105		5.0	4.68	94		50	45.0	90	
		1.0	0.99	99		5.0	4.51	90		50	47.4	95	
		1.0	1.01	101		5.0	4.69	94		50	45.5	91	
		1.0	1.00	100		5.0	4.67	93		50	50.0	100	

表 1-49 实验室 6 地表水加标正确度测试数据

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.12	123	111	0.50	0.45	90	96	5.0	4.95	99	108
		0.10	0.12	115		0.50	0.49	97		5.0	4.47	89	
		0.10	0.11	110		0.50	0.47	94		5.0	6.00	120	
		0.10	0.12	115		0.50	0.58	117		5.0	4.34	87	
		0.10	0.09	92		0.50	0.48	96		5.0	5.93	119	
		0.10	0.12	122		0.50	0.42	85		5.0	6.33	127	
		0.10	0.10	98		0.50	0.48	96		5.0	5.78	116	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.60	120	120	2.5	3.05	122	111	25	23.0	92	109
		0.50	0.58	117		2.5	2.39	96		25	28.2	113	
		0.50	0.60	121		2.5	3.10	124		25	32.3	129	
		0.50	0.54	108		2.5	2.98	119		25	28.1	113	
		0.50	0.58	115		2.5	2.79	111		25	27.5	110	
		0.50	0.64	128		2.5	2.58	103		25	23.7	95	
		0.50	0.66	132		2.5	2.46	98		25	27.6	110	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.56	111	114	2.5	2.39	95	108	25	22.6	91	100
		0.50	0.63	127		2.5	2.62	105		25	21.6	87	
		0.50	0.63	126		2.5	3.03	121		25	24.7	99	
		0.50	0.54	108		2.5	2.70	108		25	28.7	115	
		0.50	0.54	107		2.5	2.65	106		25	22.9	91	
		0.50	0.53	106		2.5	2.60	104		25	31.0	124	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.56	113		2.5	2.86	114		25	24.0	96	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.58	117	115	2.5	2.57	103	96	25	23.8	95	100
		0.50	0.52	104		2.5	2.70	108		25	27.7	111	
		0.50	0.65	130		2.5	2.15	86		25	25.9	104	
		0.50	0.58	116		2.5	2.08	83		25	27.6	110	
		0.50	0.59	119		2.5	2.27	91		25	25.8	103	
		0.50	0.54	109		2.5	2.72	109		25	22.7	91	
		0.50	0.56	111		2.5	2.22	89		25	21.8	87	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.61	123	115	2.5	2.08	83	100	25	28.4	114	114
		0.50	0.64	128		2.5	2.78	111		25	23.5	94	
		0.50	0.53	106		2.5	2.96	118		25	28.0	112	
		0.50	0.55	109		2.5	2.65	106		25	32.1	128	
		0.50	0.56	111		2.5	2.63	105		25	30.2	121	
		0.50	0.56	111		2.5	2.31	92		25	30.8	123	
		0.50	0.60	120		2.5	2.13	85		25	26.8	107	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.52	103	115	2.5	2.72	109	107	25	25.0	100	104
		0.50	0.54	108		2.5	2.66	106		25	22.3	89	
		0.50	0.61	122		2.5	2.17	87		25	23.4	94	
		0.50	0.52	104		2.5	2.21	89		25	27.7	111	
		0.50	0.65	130		2.5	2.95	118		25	26.3	105	
		0.50	0.61	122		2.5	2.97	119		25	26.4	105	
		0.50	0.59	118		2.5	3.09	123		25	31.2	125	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.64	128	123	2.5	2.29	92	102	25	27.6	110	113
		0.50	0.51	102		2.5	2.24	90		25	31.2	125	
		0.50	0.58	117		2.5	2.28	91		25	31.9	128	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.66	132		2.5	2.75	110		25	30.3	121	
		0.50	0.63	127		2.5	2.86	114		25	24.8	99	
		0.50	0.65	131		2.5	2.72	109		25	25.4	101	
		0.50	0.64	127		2.5	2.73	109		25	27.0	108	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.55	110	113	2.5	2.24	90	102	25	27.2	109	112
		0.50	0.55	111		2.5	2.95	118		25	26.3	105	
		0.50	0.60	120		2.5	2.19	88		25	24.8	99	
		0.50	0.59	118		2.5	2.26	91		25	30.0	120	
		0.50	0.53	107		2.5	2.14	85		25	30.4	121	
		0.50	0.52	104		2.5	2.94	118		25	30.6	122	
		0.50	0.60	120		2.5	3.07	123		25	26.7	107	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.65	130	124	2.5	2.93	117	106	25	24.7	99	108
		0.50	0.63	126		2.5	2.56	103		25	27.8	111	
		0.50	0.52	104		2.5	2.61	104		25	30.3	121	
		0.50	0.65	129		2.5	2.34	94		25	29.3	117	
		0.50	0.63	126		2.5	2.66	106		25	22.5	90	
		0.50	0.64	127		2.5	2.96	118		25	29.2	117	
		0.50	0.64	128		2.5	2.55	102		25	24.5	98	
10	O ₈ CDF	1.0	1.23	123	115	5.0	5.01	100	108	50	52.5	105	110
		1.0	1.06	106		5.0	6.28	126		50	53.1	106	
		1.0	1.28	128		5.0	5.05	101		50	54.8	110	
		1.0	1.09	109		5.0	6.01	120		50	52.7	105	
		1.0	1.18	118		5.0	4.92	98		50	56.9	114	
		1.0	1.09	109		5.0	4.96	99		50	50.2	100	
		1.0	1.15	115		5.0	5.62	112		50	63.5	127	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.08	83	102	0.50	0.55	110	98	5.0	6.3	127	121
		0.10	0.11	107		0.50	0.52	105		5.0	6.3	127	
		0.10	0.12	121		0.50	0.44	87		5.0	6.0	121	
		0.10	0.10	101		0.50	0.41	83		5.0	6.3	127	
		0.10	0.10	98		0.50	0.60	121		5.0	6.0	121	
		0.10	0.12	118		0.50	0.42	84		5.0	6.1	122	
		0.10	0.08	84		0.50	0.47	95		5.0	5.4	107	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.51	103	106	2.5	2.57	103	107	25	26.4	106	105
		0.50	0.48	96		2.5	2.48	99		25	24.5	98	
		0.50	0.64	127		2.5	2.96	118		25	25.5	102	
		0.50	0.48	95		2.5	2.17	87		25	27.0	108	
		0.50	0.59	118		2.5	2.56	102		25	26.5	106	
		0.50	0.49	98		2.5	3.01	121		25	24.2	97	
		0.50	0.53	107		2.5	2.93	117		25	29.9	119	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.60	121	116	2.5	2.64	106	108	25	28.4	114	102
		0.50	0.59	118		2.5	2.26	90		25	24.6	98	
		0.50	0.51	101		2.5	2.69	107		25	22.7	91	
		0.50	0.63	125		2.5	2.51	100		25	26.3	105	
		0.50	0.60	120		2.5	2.43	97		25	23.7	95	
		0.50	0.48	96		2.5	3.07	123		25	27.9	111	
		0.50	0.65	130		2.5	3.24	130		25	25.7	103	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.61	122	112	2.5	3.13	125	101	25	27.7	111	105
		0.50	0.47	95		2.5	2.28	91		25	26.1	104	
		0.50	0.62	123		2.5	2.31	92		25	27.4	109	
		0.50	0.49	97		2.5	2.35	94		25	24.6	98	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.53	106		2.5	2.34	94		25	25.5	102	
		0.50	0.60	121		2.5	2.85	114		25	24.1	96	
		0.50	0.60	121		2.5	2.37	95		25	28.6	114	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.56	113	115	2.5	2.56	102	110	25	22.6	91	106
		0.50	0.61	122		2.5	2.47	99		25	26.4	106	
		0.50	0.53	106		2.5	2.63	105		25	30.0	120	
		0.50	0.54	107		2.5	2.59	104		25	24.7	99	
		0.50	0.57	113		2.5	2.93	117		25	26.4	106	
		0.50	0.63	127		2.5	3.08	123		25	26.8	107	
		0.50	0.59	117		2.5	2.93	117		25	29.2	117	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.61	122	113	2.5	2.87	115	108	25	27.5	110	107
		0.50	0.54	107		2.5	2.23	89		25	28.2	113	
		0.50	0.60	120		2.5	3.23	129		25	23.4	93	
		0.50	0.51	102		2.5	2.93	117		25	29.9	119	
		0.50	0.54	108		2.5	2.33	93		25	25.8	103	
		0.50	0.62	125		2.5	3.09	124		25	29.4	117	
		0.50	0.54	108		2.5	2.25	90		25	23.5	94	
17	O ₈ CDD	1.0	0.57	57	76	5.0	4.29	86	73	50	38.5	77	80
		1.0	0.72	72		5.0	3.88	78		50	46.4	93	
		1.0	0.86	86		5.0	4.24	85		50	39.4	79	
		1.0	0.78	78		5.0	3.18	64		50	41.2	82	
		1.0	0.83	83		5.0	3.49	70		50	36.7	73	
		1.0	0.79	79		5.0	3.51	70		50	37.7	75	
		1.0	0.78	78		5.0	2.95	59		50	41.0	82	
18	PCDD/Fs	1.0	1.09	109	112	5.0	5.1	102	105	50	51.8	103	106

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
	(pg TEQ/L)	1.0	1.11	111		5.0	5.1	101		50	50.3	100	
		1.0	1.22	121		5.0	5.4	109		50	53.2	106	
		1.0	1.06	106		5.0	4.9	97		50	56.3	112	
		1.0	1.13	113		5.0	5.3	106		50	51.8	103	
		1.0	1.10	110		5.0	5.5	109		50	54.9	110	
		1.0	1.12	112		5.0	5.5	110		50	54.1	108	

表 1-50 实验室 1 工业废水加标正确度测试数据

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.10	97	94	0.50	0.35	70	91	5.0	4.67	93	101
		0.10	0.07	72		0.50	0.44	88		5.0	4.89	98	
		0.10	0.09	89		0.50	0.48	97		5.0	5.21	104	
		0.10	0.10	100		0.50	0.47	94		5.0	5.64	113	
		0.10	0.10	97		0.50	0.45	90		5.0	5.10	102	
		0.10	0.09	94		0.50	0.54	108		5.0	4.23	85	
		0.10	0.11	107		0.50	0.44	87		5.0	5.54	111	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.58	117	106	2.5	2.10	84	95	25	22.5	90	96
		0.50	0.49	98		2.5	2.73	109		25	19.6	78	
		0.50	0.49	98		2.5	2.75	110		25	29.2	117	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.50	100		2.5	2.61	104		25	18.5	74	
		0.50	0.58	116		2.5	2.08	83		25	27.2	109	
		0.50	0.48	96		2.5	2.08	83		25	27.0	108	
		0.50	0.58	115		2.5	2.24	90		25	23.3	93	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.51	101	107	2.5	2.28	91	87	25	27.3	109	91
		0.50	0.54	107		2.5	2.17	87		25	25.6	102	
		0.50	0.59	118		2.5	1.90	76		25	27.9	112	
		0.50	0.49	99		2.5	2.35	94		25	23.6	94	
		0.50	0.54	108		2.5	1.92	77		25	17.1	69	
		0.50	0.55	110		2.5	1.99	79		25	17.1	69	
		0.50	0.53	106		2.5	2.57	103		25	21.3	85	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.47	93	102	2.5	2.85	114	93	25	19.6	78	80
		0.50	0.56	111		2.5	2.17	87		25	19.0	76	
		0.50	0.54	108		2.5	1.98	79		25	20.6	82	
		0.50	0.46	92		2.5	2.02	81		25	18.6	74	
		0.50	0.48	95		2.5	2.03	81		25	20.1	80	
		0.50	0.50	100		2.5	2.51	100		25	23.9	96	
		0.50	0.57	113		2.5	2.80	112		25	18.5	74	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.52	105	104	2.5	2.88	115	99	25	26.9	107	101
		0.50	0.57	114		2.5	2.15	86		25	26.8	107	
		0.50	0.45	90		2.5	2.12	85		25	25.8	103	
		0.50	0.52	104		2.5	2.20	88		25	22.6	90	
		0.50	0.57	115		2.5	2.74	110		25	25.2	101	
		0.50	0.55	109		2.5	2.92	117		25	27.2	109	
		0.50	0.45	91		2.5	2.27	91		25	22.6	90	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.54	108	107	2.5	2.47	99	97	25	22.0	88	95
		0.50	0.54	109		2.5	2.55	102		25	28.1	112	
		0.50	0.59	118		2.5	2.33	93		25	24.8	99	
		0.50	0.52	104		2.5	2.53	101		25	25.7	103	
		0.50	0.49	97		2.5	2.32	93		25	22.4	90	
		0.50	0.55	111		2.5	2.07	83		25	21.6	86	
		0.50	0.51	102		2.5	2.75	110		25	22.1	88	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.58	116	108	2.5	2.01	80	87	25	20.1	80	98
		0.50	0.50	100		2.5	2.02	81		25	27.7	111	
		0.50	0.54	108		2.5	2.04	82		25	23.4	94	
		0.50	0.53	106		2.5	2.21	88		25	23.8	95	
		0.50	0.49	97		2.5	2.20	88		25	25.5	102	
		0.50	0.57	114		2.5	2.26	90		25	23.8	95	
		0.50	0.58	116		2.5	2.41	96		25	26.8	107	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.49	98	103	2.5	2.25	90	103	25	20.3	81	94
		0.50	0.52	103		2.5	2.68	107		25	19.5	78	
		0.50	0.48	95		2.5	2.79	111		25	28.0	112	
		0.50	0.52	105		2.5	2.63	105		25	26.3	105	
		0.50	0.45	91		2.5	2.74	110		25	21.6	86	
		0.50	0.55	110		2.5	2.64	105		25	27.5	110	
		0.50	0.59	119		2.5	2.27	91		25	21.6	87	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.50	99	107	2.5	2.73	109	101	25	26.5	106	98
		0.50	0.53	106		2.5	1.99	79		25	19.1	76	
		0.50	0.50	99		2.5	2.80	112		25	27.6	110	
		0.50	0.59	117		2.5	2.76	111		25	24.0	96	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.56	112		2.5	2.32	93		25	26.3	105	
		0.50	0.59	118		2.5	2.72	109		25	21.4	85	
		0.50	0.50	101		2.5	2.41	97		25	26.6	106	
10	O ₈ CDF	1.0	0.60	60	54	5.0	3.28	66	68	50	38.6	77	78
		1.0	0.57	57		5.0	3.89	78		50	35.2	70	
		1.0	0.50	50		5.0	3.33	67		50	36.3	73	
		1.0	0.57	57		5.0	3.12	62		50	39.3	79	
		1.0	0.50	50		5.0	3.08	62		50	41.9	84	
		1.0	0.53	53		5.0	3.30	66		50	36.8	74	
		1.0	0.49	49		5.0	3.90	78		50	44.1	88	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.11	108	97	0.50	0.47	94	90	5.0	4.4	87	95
		0.10	0.11	109		0.50	0.45	90		5.0	5.1	101	
		0.10	0.10	98		0.50	0.42	84		5.0	5.0	99	
		0.10	0.08	76		0.50	0.43	86		5.0	4.3	85	
		0.10	0.09	90		0.50	0.45	90		5.0	5.4	107	
		0.10	0.11	111		0.50	0.43	86		5.0	5.0	99	
		0.10	0.09	89		0.50	0.50	99		5.0	4.2	84	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.58	115	107	2.5	2.15	86	101	25	21.5	86	86
		0.50	0.54	108		2.5	2.76	110		25	20.0	80	
		0.50	0.50	101		2.5	2.48	99		25	22.6	90	
		0.50	0.45	91		2.5	2.72	109		25	23.8	95	
		0.50	0.52	103		2.5	2.77	111		25	23.0	92	
		0.50	0.60	119		2.5	2.36	94		25	19.8	79	
		0.50	0.55	109		2.5	2.49	100		25	19.3	77	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.52	104	99	2.5	2.03	81	98	25	24.0	96	92

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.53	106		2.5	2.83	113		25	26.1	104	
		0.50	0.46	92		2.5	2.23	89		25	19.2	77	
		0.50	0.49	98		2.5	2.73	109		25	25.0	100	
		0.50	0.49	98		2.5	2.25	90		25	22.3	89	
		0.50	0.45	89		2.5	2.66	106		25	25.5	102	
		0.50	0.54	108		2.5	2.37	95		25	19.9	80	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.50	101	101	2.5	2.12	85	91	25	22.0	88	87
		0.50	0.55	109		2.5	2.15	86		25	23.6	94	
		0.50	0.51	101		2.5	2.60	104		25	21.7	87	
		0.50	0.58	116		2.5	2.70	108		25	18.9	76	
		0.50	0.47	93		2.5	2.02	81		25	21.4	85	
		0.50	0.46	92		2.5	2.30	92		25	26.2	105	
		0.50	0.47	94		2.5	1.97	79		25	19.1	76	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.46	92	102	2.5	2.05	82	93	25	22.0	88	87
		0.50	0.51	102		2.5	2.86	114		25	26.2	105	
		0.50	0.50	100		2.5	1.88	75		25	19.3	77	
		0.50	0.50	100		2.5	2.49	99		25	25.0	100	
		0.50	0.50	100		2.5	2.02	81		25	20.4	81	
		0.50	0.56	113		2.5	2.25	90		25	19.7	79	
		0.50	0.54	108		2.5	2.78	111		25	19.6	78	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.59	117	105	2.5	2.18	87	95	25	26.7	107	94
		0.50	0.54	108		2.5	1.96	78		25	23.8	95	
		0.50	0.53	105		2.5	2.09	83		25	22.9	92	
		0.50	0.55	110		2.5	2.62	105		25	22.6	90	
		0.50	0.56	113		2.5	2.35	94		25	22.6	90	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.44	89		2.5	2.68	107		25	19.0	76	
		0.50	0.45	91		2.5	2.78	111		25	26.9	108	
17	O ₈ CDD	1.0	0.64	64	56	5.0	3.69	74	63	50	43.9	88	80
		1.0	0.63	63		5.0	3.05	61		50	37.4	75	
		1.0	0.70	70		5.0	3.10	62		50	42.7	85	
		1.0	0.50	50		5.0	2.93	59		50	44.0	88	
		1.0	0.44	44		5.0	2.79	56		50	32.5	65	
		1.0	0.41	41		5.0	3.65	73		50	37.1	74	
		1.0	0.63	63		5.0	2.88	58		50	43.5	87	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	1.07	106	104	5.0	4.5	91	94	50	46.8	93	91
		1.0	1.07	107		5.0	4.8	97		50	47.7	95	
		1.0	1.05	105		5.0	4.4	88		50	48.5	97	
		1.0	0.96	96		5.0	4.9	98		50	46.2	92	
		1.0	1.02	102		5.0	4.6	91		50	43.7	87	
		1.0	1.10	110		5.0	4.5	91		50	42.7	85	
		1.0	1.05	105		5.0	5.0	100		50	41.9	84	

表 1-51 实验室 2 工业废水加标正确度测试数据

验证单位：浙江省台州生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.11	105	101	0.50	0.41	83	99	5.0	4.44	89	92
		0.10	0.12	118		0.50	0.49	99		5.0	5.55	111	
		0.10	0.11	114		0.50	0.53	105		5.0	4.69	94	
		0.10	0.10	95		0.50	0.54	108		5.0	4.51	90	
		0.10	0.08	81		0.50	0.55	110		5.0	4.02	80	
		0.10	0.09	90		0.50	0.56	112		5.0	3.81	76	
		0.10	0.11	106		0.50	0.39	78		5.0	5.02	100	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.56	111	107	2.5	2.46	98	102	25	28.6	114	101
		0.50	0.51	102		2.5	2.47	99		25	27.4	110	
		0.50	0.51	101		2.5	2.63	105		25	26.7	107	
		0.50	0.58	115		2.5	2.27	91		25	27.5	110	
		0.50	0.58	115		2.5	2.67	107		25	20.6	82	
		0.50	0.48	95		2.5	2.74	110		25	26.2	105	
		0.50	0.53	106		2.5	2.64	106		25	19.0	76	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.55	110	109	2.5	2.61	104	96	25	28.3	113	91
		0.50	0.57	113		2.5	2.79	112		25	21.3	85	
		0.50	0.55	109		2.5	2.11	84		25	21.0	84	
		0.50	0.53	105		2.5	2.31	92		25	21.8	87	
		0.50	0.59	118		2.5	2.61	104		25	27.6	110	
		0.50	0.46	92		2.5	2.16	86		25	16.9	68	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.57	114		2.5	2.14	86		25	22.3	89	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.59	117	109	2.5	2.42	97	96	25	28.6	114	97
		0.50	0.58	115		2.5	2.52	101		25	22.4	89	
		0.50	0.59	118		2.5	2.06	83		25	20.5	82	
		0.50	0.52	105		2.5	2.74	110		25	22.8	91	
		0.50	0.45	90		2.5	2.10	84		25	18.4	73	
		0.50	0.58	117		2.5	2.40	96		25	28.2	113	
		0.50	0.51	101		2.5	2.61	105		25	29.3	117	
		0.50	0.47	93		2.5	2.56	103		25	23.8	95	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.53	107	104	2.5	2.56	102	104	25	28.3	113	101
		0.50	0.49	98		2.5	2.75	110		25	24.2	97	
		0.50	0.54	108		2.5	2.29	92		25	21.5	86	
		0.50	0.50	101		2.5	2.60	104		25	23.8	95	
		0.50	0.59	118		2.5	2.53	101		25	27.6	110	
		0.50	0.52	104		2.5	2.89	115		25	28.3	113	
		0.50	0.52	105		2.5	2.48	99		25	21.3	85	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.45	90	104	2.5	2.82	113	94	25	20.1	81	86
		0.50	0.51	103		2.5	1.97	79		25	23.9	95	
		0.50	0.59	118		2.5	2.12	85		25	23.8	95	
		0.50	0.56	112		2.5	2.58	103		25	19.8	79	
		0.50	0.50	100		2.5	2.13	85		25	19.4	78	
		0.50	0.52	104		2.5	2.42	97		25	22.6	90	
		0.50	0.49	97	105	2.5	2.52	101	97	25	26.1	104	94
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.48	96		2.5	1.98	79		25	19.1	76	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.59	117		2.5	2.22	89		25	24.2	97	
		0.50	0.50	99		2.5	2.20	88		25	23.3	93	
		0.50	0.50	99		2.5	2.37	95		25	27.8	111	
		0.50	0.58	116		2.5	2.77	111		25	24.1	96	
		0.50	0.54	109		2.5	2.94	118		25	20.7	83	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.48	96	101	2.5	2.16	86	94	25	25.6	102	101
		0.50	0.52	104		2.5	2.60	104		25	27.4	109	
		0.50	0.54	107		2.5	2.44	98		25	20.7	83	
		0.50	0.54	109		2.5	2.69	108		25	26.9	108	
		0.50	0.49	98		2.5	2.05	82		25	24.9	100	
		0.50	0.51	102		2.5	2.10	84		25	25.0	100	
		0.50	0.47	93		2.5	2.45	98		25	27.0	108	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.56	112	101	2.5	2.75	110	99	25	24.5	98	92
		0.50	0.46	92		2.5	2.51	100		25	24.4	98	
		0.50	0.55	109		2.5	2.37	95		25	19.4	78	
		0.50	0.50	99		2.5	2.79	111		25	22.4	90	
		0.50	0.49	99		2.5	2.08	83		25	25.0	100	
		0.50	0.51	102		2.5	2.74	110		25	23.6	95	
		0.50	0.45	91		2.5	2.02	81		25	21.2	85	
10	O ₈ CDF	1.0	0.61	61	56	5.0	3.61	72	62	50	34.6	69	79
		1.0	0.43	43		5.0	2.46	49		50	45.9	92	
		1.0	0.42	42		5.0	3.67	73		50	45.2	90	
		1.0	0.54	54		5.0	2.61	52		50	44.6	89	
		1.0	0.68	68		5.0	3.88	78		50	36.8	74	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	0.67	67		5.0	2.58	52		50	36.3	73	
		1.0	0.57	57		5.0	2.74	55		50	33.5	67	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.08	83	91	0.50	0.47	93	97	5.0	4.3	85	94
		0.10	0.10	97		0.50	0.56	111		5.0	4.3	86	
		0.10	0.08	77		0.50	0.42	84		5.0	4.7	94	
		0.10	0.08	76		0.50	0.56	111		5.0	4.3	85	
		0.10	0.11	112		0.50	0.44	88		5.0	4.8	96	
		0.10	0.09	87		0.50	0.48	95		5.0	5.5	109	
		0.10	0.11	108		0.50	0.50	99		5.0	5.1	101	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.56	112	106	2.5	2.06	82	95	25	25.8	103	88
		0.50	0.53	106		2.5	2.13	85		25	20.8	83	
		0.50	0.59	119		2.5	2.61	104		25	20.3	81	
		0.50	0.48	95		2.5	2.79	112		25	24.5	98	
		0.50	0.53	106		2.5	2.04	82		25	22.8	91	
		0.50	0.59	117		2.5	2.82	113		25	19.2	77	
		0.50	0.43	85		2.5	2.21	88		25	20.3	81	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.51	103	99	2.5	2.78	111	100	25	20.5	82	89
		0.50	0.47	95		2.5	2.62	105		25	22.4	89	
		0.50	0.45	90		2.5	2.19	87		25	23.3	93	
		0.50	0.52	104		2.5	2.73	109		25	22.7	91	
		0.50	0.50	100		2.5	2.02	81		25	21.4	85	
		0.50	0.55	109		2.5	2.14	85		25	20.2	81	
		0.50	0.47	93		2.5	2.97	119		25	25.6	102	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.45	89	98	2.5	2.92	117	105	25	23.3	93	91

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.47	94		2.5	2.12	85		25	22.5	90	
		0.50	0.45	89		2.5	2.79	111		25	22.6	90	
		0.50	0.42	84		2.5	2.93	117		25	19.3	77	
		0.50	0.59	118		2.5	2.50	100		25	22.4	90	
		0.50	0.51	101		2.5	2.53	101		25	24.8	99	
		0.50	0.54	108		2.5	2.68	107		25	24.7	99	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.53	107	106	2.5	1.99	80	92	25	24.4	97	94
		0.50	0.52	103		2.5	2.80	112		25	24.3	97	
		0.50	0.53	106		2.5	2.16	86		25	21.0	84	
		0.50	0.53	107		2.5	2.17	87		25	20.3	81	
		0.50	0.59	117		2.5	2.59	103		25	24.3	97	
		0.50	0.50	99		2.5	2.43	97		25	26.5	106	
		0.50	0.51	101		2.5	2.04	81		25	23.9	95	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.59	117	105	2.5	2.30	92	93	25	25.8	103	95
		0.50	0.56	111		2.5	2.16	86		25	23.1	92	
		0.50	0.56	111		2.5	2.54	102		25	22.2	89	
		0.50	0.45	90		2.5	2.10	84		25	24.5	98	
		0.50	0.43	86		2.5	2.19	87		25	21.4	85	
		0.50	0.59	118		2.5	2.49	100		25	23.3	93	
		0.50	0.49	98		2.5	2.57	103		25	25.6	102	
17	O ₈ CDD	1.0	0.46	46	55	5.0	4.02	80	69	50	38.0	76	82
		1.0	0.55	55		5.0	3.47	69		50	44.5	89	
		1.0	0.67	67		5.0	3.04	61		50	39.1	78	
		1.0	0.52	52		5.0	3.79	76		50	37.1	74	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	0.51	51		5.0	3.24	65		50	41.0	82	
		1.0	0.51	51		5.0	3.38	68		50	42.7	85	
		1.0	0.61	61		5.0	3.18	64		50	43.6	87	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	1.05	105	104	5.0	4.81	96	97	50	50.8	101	92
		1.0	1.05	105		5.0	5.01	100		50	44.0	88	
		1.0	1.06	106		5.0	4.66	93		50	43.8	87	
		1.0	0.99	99		5.0	5.07	101		50	45.4	91	
		1.0	1.09	109		5.0	4.70	94		50	48.0	96	
		1.0	1.04	104		5.0	4.93	98		50	43.1	86	
		1.0	1.02	102		5.0	4.77	95		50	46.1	92	

表 1-52 实验室 3 工业废水加标正确度测试数据

验证单位：湖北省生态环境监测中心站

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.08	84	96	0.50	0.53	107	98	5.0	5.45	109	94
		0.10	0.12	117		0.50	0.45	90		5.0	5.00	100	
		0.10	0.07	71		0.50	0.49	98		5.0	3.96	79	
		0.10	0.11	112		0.50	0.48	96		5.0	4.54	91	
		0.10	0.08	81		0.50	0.54	107		5.0	5.26	105	
		0.10	0.11	108		0.50	0.44	87		5.0	3.82	76	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.10	0.10	97		0.50	0.50	100		5.0	4.82	96	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.59	118	105	2.5	2.24	90	95	25	18.5	74	81
		0.50	0.53	107		2.5	2.33	93		25	16.9	67	
		0.50	0.50	100		2.5	2.85	114		25	20.7	83	
		0.50	0.46	91		2.5	2.83	113		25	21.2	85	
		0.50	0.58	116		2.5	2.45	98		25	23.8	95	
		0.50	0.52	104		2.5	1.94	78		25	20.0	80	
		0.50	0.50	99		2.5	1.96	78		25	20.6	82	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.46	92	103	2.5	2.19	88	96	25	23.1	92	97
		0.50	0.54	108		2.5	2.25	90		25	23.7	95	
		0.50	0.46	92		2.5	2.74	109		25	19.6	78	
		0.50	0.56	111		2.5	2.05	82		25	23.5	94	
		0.50	0.54	107		2.5	2.46	98		25	29.1	116	
		0.50	0.49	97		2.5	2.62	105		25	23.2	93	
		0.50	0.58	116		2.5	2.48	99		25	27.1	108	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.56	112	114	2.5	2.37	95	94	25	21.0	84	81
		0.50	0.55	109		2.5	2.00	80		25	18.0	72	
		0.50	0.56	113		2.5	2.70	108		25	16.7	67	
		0.50	0.58	116		2.5	2.06	82		25	25.6	102	
		0.50	0.59	118		2.5	2.69	108		25	21.5	86	
		0.50	0.57	113		2.5	2.23	89		25	22.2	89	
		0.50	0.59	118		2.5	2.35	94		25	17.4	69	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.51	101	104	2.5	2.83	113	106	25	20.3	81	91
		0.50	0.46	93		2.5	2.19	88		25	20.2	81	
		0.50	0.56	113		2.5	2.48	99		25	21.5	86	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.49	97		2.5	2.36	94		25	22.9	92	
		0.50	0.58	116		2.5	2.96	118		25	24.0	96	
		0.50	0.55	110		2.5	2.81	113		25	23.8	95	
		0.50	0.48	96		2.5	2.94	118		25	26.5	106	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.53	106	103	2.5	1.97	79	99	25	25.8	103	93
		0.50	0.52	104		2.5	2.65	106		25	25.3	101	
		0.50	0.50	100		2.5	2.88	115		25	22.5	90	
		0.50	0.60	119		2.5	2.11	84		25	21.6	86	
		0.50	0.48	96		2.5	2.14	86		25	24.8	99	
		0.50	0.46	91		2.5	2.94	118		25	24.6	98	
		0.50	0.53	106		2.5	2.64	106		25	19.1	76	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.48	96	107	2.5	2.26	91	93	25	25.4	101	92
		0.50	0.55	110		2.5	2.25	90		25	25.8	103	
		0.50	0.53	107		2.5	1.99	79		25	26.9	107	
		0.50	0.50	100		2.5	2.92	117		25	22.9	92	
		0.50	0.53	105		2.5	1.99	79		25	20.8	83	
		0.50	0.58	115		2.5	2.20	88		25	19.2	77	
		0.50	0.57	114		2.5	2.75	110		25	19.6	78	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.49	98	104	2.5	2.25	90	96	25	27.4	110	103
		0.50	0.57	114		2.5	2.93	117		25	26.0	104	
		0.50	0.57	114		2.5	2.07	83		25	27.4	110	
		0.50	0.50	99		2.5	2.02	81		25	28.3	113	
		0.50	0.50	99		2.5	1.95	78		25	23.7	95	
		0.50	0.45	90		2.5	2.71	108		25	19.0	76	
		0.50	0.57	114		2.5	2.81	112		25	28.2	113	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.50	100	100	2.5	2.15	86	93	25	23.7	95	95
		0.50	0.47	94		2.5	2.84	114		25	22.7	91	
		0.50	0.49	98		2.5	2.76	110		25	26.6	106	
		0.50	0.54	109		2.5	2.22	89		25	22.4	90	
		0.50	0.57	114		2.5	2.14	86		25	23.3	93	
		0.50	0.46	92		2.5	2.03	81		25	20.9	84	
		0.50	0.48	96		2.5	2.14	86		25	26.8	107	
10	O ₈ CDF	1.0	0.69	69	56	5.0	3.88	78	68	50	40.8	82	80
		1.0	0.53	53		5.0	3.78	76		50	39.4	79	
		1.0	0.62	62		5.0	2.57	51		50	37.9	76	
		1.0	0.47	47		5.0	3.54	71		50	42.4	85	
		1.0	0.55	55		5.0	3.58	72		50	43.9	88	
		1.0	0.63	63		5.0	3.98	80		50	33.7	67	
		1.0	0.44	44		5.0	2.62	52		50	41.1	82	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.08	79	95	0.50	0.45	90	94	5.0	4.6	91	86
		0.10	0.10	95		0.50	0.41	81		5.0	4.1	82	
		0.10	0.11	106		0.50	0.42	83		5.0	4.3	86	
		0.10	0.09	93		0.50	0.52	104		5.0	4.3	86	
		0.10	0.11	107		0.50	0.45	89		5.0	4.3	86	
		0.10	0.10	95		0.50	0.49	97		5.0	4.2	84	
		0.10	0.09	88		0.50	0.56	111		5.0	4.4	87	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.57	113	105	2.5	2.18	87	100	25	21.7	87	95
		0.50	0.59	118		2.5	2.30	92		25	22.7	91	
		0.50	0.52	104		2.5	2.85	114		25	26.8	107	
		0.50	0.50	99		2.5	2.35	94		25	27.0	108	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.55	110		2.5	2.32	93		25	23.2	93	
		0.50	0.51	103		2.5	2.65	106		25	21.2	85	
		0.50	0.46	91		2.5	2.81	112		25	23.9	96	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.50	99	99	2.5	2.37	95	98	25	24.3	97	90
		0.50	0.51	102		2.5	2.08	83		25	23.6	94	
		0.50	0.56	112		2.5	2.53	101		25	25.5	102	
		0.50	0.45	89		2.5	2.66	106		25	22.3	89	
		0.50	0.49	97		2.5	2.79	111		25	22.5	90	
		0.50	0.45	91		2.5	2.50	100		25	19.8	79	
		0.50	0.50	99		2.5	2.29	92		25	19.6	78	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.54	107	99	2.5	2.38	95	95	25	23.0	92	94
		0.50	0.41	82		2.5	2.31	92		25	20.2	81	
		0.50	0.41	83		2.5	2.66	106		25	26.2	105	
		0.50	0.44	89		2.5	2.46	98		25	23.8	95	
		0.50	0.52	103		2.5	2.04	81		25	20.5	82	
		0.50	0.55	111		2.5	2.62	105		25	24.1	96	
		0.50	0.60	119		2.5	2.09	84		25	26.3	105	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.51	102	101	2.5	1.90	76	93	25	19.3	77	89
		0.50	0.45	90		2.5	2.45	98		25	21.4	86	
		0.50	0.52	104		2.5	2.51	100		25	24.1	96	
		0.50	0.58	115		2.5	2.77	111		25	25.4	102	
		0.50	0.46	91		2.5	2.22	89		25	22.0	88	
		0.50	0.57	114		2.5	1.89	75		25	20.5	82	
		0.50	0.46	92		2.5	2.60	104		25	23.1	92	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.50	100	103	2.5	2.26	90	97	25	24.9	99	93

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.46	91		2.5	2.64	106		25	24.3	97	
		0.50	0.52	105		2.5	1.88	75		25	19.4	77	
		0.50	0.56	111		2.5	2.31	92		25	25.9	103	
		0.50	0.55	111		2.5	2.97	119		25	24.0	96	
		0.50	0.53	106		2.5	2.64	105		25	25.3	101	
		0.50	0.48	96		2.5	2.29	91		25	19.5	78	
17	O ₈ CDD	1.0	0.72	72	58	5.0	3.60	72	70	50	40.2	80	81
		1.0	0.62	62		5.0	3.44	69		50	40.8	82	
		1.0	0.49	49		5.0	3.97	79		50	36.1	72	
		1.0	0.46	46		5.0	3.34	67		50	43.6	87	
		1.0	0.69	69		5.0	3.37	67		50	37.1	74	
		1.0	0.56	56		5.0	3.62	72		50	40.4	81	
		1.0	0.51	51		5.0	3.34	67		50	44.8	90	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	1.01	101	103	5.0	4.48	89	97	50	45.1	90	92
		1.0	1.06	106		5.0	4.53	90		50	44.9	90	
		1.0	1.01	101		5.0	5.24	105		50	46.0	92	
		1.0	1.03	103		5.0	4.71	94		50	48.4	97	
		1.0	1.07	106		5.0	4.77	95		50	48.5	97	
		1.0	1.02	102		5.0	5.06	101		50	43.9	88	
		1.0	1.03	103		5.0	5.19	104		50	47.3	94	

表 1-53 实验室 4 工业废水加标正确度测试数据

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.07	74	85	0.50	0.45	90	82	5.0	3.35	67	85
		0.10	0.10	96		0.50	0.40	79		5.0	4.78	96	
		0.10	0.10	104		0.50	0.35	70		5.0	3.97	79	
		0.10	0.08	80		0.50	0.47	94		5.0	4.00	80	
		0.10	0.07	73		0.50	0.44	89		5.0	4.40	88	
		0.10	0.09	94		0.50	0.32	63		5.0	4.70	94	
		0.10	0.08	76		0.50	0.44	88		5.0	4.68	94	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.39	77	87	2.5	1.73	69	76	25	23.5	94	87
		0.50	0.46	92		2.5	1.74	70		25	19.7	79	
		0.50	0.41	83		2.5	1.75	70		25	23.3	93	
		0.50	0.48	96		2.5	1.80	72		25	21.5	86	
		0.50	0.42	85		2.5	2.00	80		25	23.4	94	
		0.50	0.45	90		2.5	2.06	82		25	16.0	64	
		0.50	0.44	89		2.5	2.19	88		25	24.6	98	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.39	78	86	2.5	2.15	86	84	25	15.2	61	73
		0.50	0.46	93		2.5	1.75	70		25	15.4	62	
		0.50	0.39	79		2.5	2.27	91		25	23.9	96	
		0.50	0.41	82		2.5	1.93	77		25	19.8	79	
		0.50	0.50	101		2.5	2.29	92		25	14.4	58	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.42	84		2.5	2.21	88		25	20.6	82	
		0.50	0.43	87		2.5	2.19	88		25	17.7	71	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.39	78	87	2.5	1.92	77	80	25	17.8	71	73
		0.50	0.42	83		2.5	2.02	81		25	18.3	73	
		0.50	0.47	95		2.5	2.12	85		25	20.1	80	
		0.50	0.46	93		2.5	1.72	69		25	20.1	80	
		0.50	0.40	80		2.5	2.08	83		25	15.4	62	
		0.50	0.50	100		2.5	1.84	74		25	19.0	76	
		0.50	0.40	80		2.5	2.30	92		25	17.2	69	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.48	95	92	2.5	1.96	79	85	25	17.6	71	77
		0.50	0.41	83		2.5	2.48	99		25	18.9	76	
		0.50	0.50	100		2.5	1.82	73		25	16.9	68	
		0.50	0.50	100		2.5	1.70	68		25	21.1	85	
		0.50	0.40	80		2.5	2.13	85		25	17.3	69	
		0.50	0.48	95		2.5	2.47	99		25	21.8	87	
		0.50	0.45	89		2.5	2.36	94		25	21.6	86	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.44	89	94	2.5	2.07	83	80	25	17.9	72	79
		0.50	0.49	99		2.5	1.67	67		25	18.8	75	
		0.50	0.47	95		2.5	2.20	88		25	17.9	71	
		0.50	0.49	99		2.5	2.38	95		25	23.2	93	
		0.50	0.46	93		2.5	1.77	71		25	19.3	77	
		0.50	0.44	87		2.5	2.01	80		25	18.9	75	
		0.50	0.49	97		2.5	1.86	74		25	22.6	90	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.49	99	95	2.5	2.36	94	88	25	17.2	69	84

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.48	96		2.5	1.72	69		25	22.6	90	
		0.50	0.49	98		2.5	2.40	96		25	20.6	83	
		0.50	0.47	94		2.5	1.88	75		25	21.3	85	
		0.50	0.47	94		2.5	2.47	99		25	24.1	96	
		0.50	0.45	89		2.5	2.17	87		25	16.5	66	
		0.50	0.49	98		2.5	2.36	94		25	24.0	96	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.45	90	90	2.5	2.38	95	82	25	20.9	84	75
		0.50	0.47	93		2.5	2.37	95		25	16.8	67	
		0.50	0.46	92		2.5	1.74	70		25	19.7	79	
		0.50	0.42	84		2.5	1.64	66		25	16.7	67	
		0.50	0.41	81		2.5	2.18	87		25	17.6	70	
		0.50	0.48	97		2.5	2.07	83		25	16.2	65	
		0.50	0.47	94		2.5	2.02	81		25	23.1	92	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.44	89	89	2.5	1.95	78	81	25	19.8	79	83
		0.50	0.50	99		2.5	2.17	87		25	21.7	87	
		0.50	0.49	98		2.5	2.15	86		25	22.4	90	
		0.50	0.43	86		2.5	2.16	87		25	22.8	91	
		0.50	0.39	78		2.5	2.39	96		25	20.3	81	
		0.50	0.45	89		2.5	1.62	65		25	16.6	67	
		0.50	0.42	84		2.5	1.74	69		25	20.9	83	
10	O ₈ CDF	1.0	0.62	62	52	5.0	2.76	55	54.5	50	28.3	57	55.8
		1.0	0.51	51		5.0	2.33	47		50	28.4	57	
		1.0	0.49	49		5.0	2.87	57		50	29.2	58	
		1.0	0.44	44		5.0	2.93	59		50	29.9	60	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	0.54	54		5.0	2.47	49		50	25.9	52	
		1.0	0.46	46		5.0	2.84	57		50	27.8	56	
		1.0	0.57	57		5.0	2.87	57		50	25.8	52	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.07	71	82	0.50	0.40	80	76	5.0	4.4	88	80
		0.10	0.08	84		0.50	0.45	90		5.0	3.8	76	
		0.10	0.07	71		0.50	0.33	66		5.0	3.8	76	
		0.10	0.09	88		0.50	0.35	70		5.0	4.5	90	
		0.10	0.09	88		0.50	0.38	77		5.0	3.7	75	
		0.10	0.10	95		0.50	0.39	78		5.0	4.3	86	
		0.10	0.08	77		0.50	0.34	68		5.0	3.5	70	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.50	100	89	2.5	1.72	69	86	25	19.3	77	84
		0.50	0.37	73		2.5	2.21	89		25	22.7	91	
		0.50	0.48	96		2.5	2.29	92		25	22.9	91	
		0.50	0.42	83		2.5	2.40	96		25	21.4	86	
		0.50	0.40	81		2.5	2.28	91		25	22.4	89	
		0.50	0.49	97		2.5	2.44	98		25	19.5	78	
		0.50	0.47	95		2.5	1.67	67		25	19.2	77	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.49	97	88	2.5	1.76	71	80	25	21.0	84	82
		0.50	0.46	92		2.5	1.96	78		25	20.4	82	
		0.50	0.43	86		2.5	2.10	84		25	20.8	83	
		0.50	0.49	97		2.5	1.77	71		25	18.6	74	
		0.50	0.41	82		2.5	2.39	96		25	19.8	79	
		0.50	0.39	78		2.5	1.94	78		25	21.0	84	
		0.50	0.43	86		2.5	2.01	81		25	22.1	89	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.46	91	87	2.5	1.84	74	84	25	22.2	89	79
		0.50	0.37	74		2.5	2.11	84		25	20.3	81	
		0.50	0.35	70		2.5	1.80	72		25	22.1	88	
		0.50	0.45	91		2.5	2.16	86		25	16.6	66	
		0.50	0.42	84		2.5	1.89	76		25	19.2	77	
		0.50	0.51	101		2.5	2.54	102		25	18.4	74	
		0.50	0.47	95		2.5	2.44	97		25	19.2	77	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.42	85	81	2.5	2.16	86	84	25	22.1	89	80
		0.50	0.47	94		2.5	1.73	69		25	17.6	70	
		0.50	0.38	76		2.5	2.45	98		25	21.3	85	
		0.50	0.43	86		2.5	1.87	75		25	17.0	68	
		0.50	0.37	75		2.5	2.46	98		25	19.8	79	
		0.50	0.40	81		2.5	2.23	89		25	22.2	89	
		0.50	0.37	74		2.5	1.73	69		25	19.8	79	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.46	93	86	2.5	1.96	78	87	25	22.5	90	79
		0.50	0.38	75		2.5	2.17	87		25	16.6	66	
		0.50	0.41	82		2.5	2.37	95		25	22.9	91	
		0.50	0.36	73		2.5	2.16	86		25	17.0	68	
		0.50	0.48	96		2.5	1.97	79		25	18.3	73	
		0.50	0.45	89		2.5	2.17	87		25	19.8	79	
		0.50	0.47	93		2.5	2.49	100		25	20.7	83	
17	O ₈ CDD	1.0	0.69	69	58	5.0	2.14	43	52	50	23.5	47	56
		1.0	0.49	49		5.0	2.67	53		50	26.7	53	
		1.0	0.54	54		5.0	3.23	65		50	25.2	50	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	0.59	59		5.0	2.79	56		50	32.4	65	
		1.0	0.47	47		5.0	2.13	43		50	27.8	56	
		1.0	0.68	68		5.0	2.81	56		50	28.9	58	
		1.0	0.57	57		5.0	2.40	48		50	29.9	60	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	0.87	87	88	5.0	3.94	79	83	50	37.4	75	79
		1.0	0.86	86		5.0	4.00	80		50	38.6	77	
		1.0	0.86	86		5.0	4.29	86		50	43.4	87	
		1.0	0.87	87		5.0	4.06	81		50	41.0	82	
		1.0	0.88	88		5.0	4.40	88		50	37.8	75	
		1.0	0.91	91		5.0	4.43	89		50	40.0	80	
		1.0	0.89	88		5.0	4.00	80		50	39.0	78	

表 1-54 实验室 5 工业废水加标正确度测试数据

验证单位：浙江省宁波生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.10	102	85	0.50	0.47	95	91	5.0	5.06	101	100
		0.10	0.11	107		0.50	0.53	107		5.0	5.13	103	
		0.10	0.09	88		0.50	0.48	96		5.0	3.90	78	
		0.10	0.08	76		0.50	0.35	70		5.0	5.67	113	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.10	0.07	68		0.50	0.44	89		5.0	5.12	102	
		0.10	0.08	76		0.50	0.43	87		5.0	4.56	91	
		0.10	0.08	78		0.50	0.48	95		5.0	5.60	112	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.5	0.56	112	110	2.5	2.67	107	92	25	29.4	117	97
		0.50	0.56	111		2.5	2.13	85		25	23.1	92	
		0.50	0.57	114		2.5	2.49	100		25	23.6	94	
		0.50	0.58	117		2.5	1.92	77		25	21.7	87	
		0.50	0.53	106		2.5	2.36	94		25	27.0	108	
		0.50	0.51	102		2.5	2.54	102		25	16.7	67	
		0.50	0.53	106		2.5	1.91	76		25	28.3	113	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.46	92	101	2.5	2.15	86	93	25	24.3	97	99
		0.50	0.50	100		2.5	2.18	87		25	26.2	105	
		0.50	0.57	114		2.5	2.37	95		25	27.2	109	
		0.50	0.47	93		2.5	2.15	86		25	21.7	87	
		0.50	0.53	105		2.5	2.69	108		25	28.6	115	
		0.50	0.49	99		2.5	2.18	87		25	26.1	104	
		0.50	0.52	103		2.5	2.48	99		25	19.9	80	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.52	103	102	2.5	2.71	108	99	25	24.7	99	96
		0.50	0.51	102		2.5	2.35	94		25	20.6	83	
		0.50	0.59	117		2.5	2.68	107		25	21.7	87	
		0.50	0.46	93		2.5	2.05	82		25	27.4	110	
		0.50	0.57	115		2.5	2.18	87		25	29.2	117	
		0.50	0.46	92		2.5	2.60	104		25	26.5	106	
		0.50	0.47	93		2.5	2.70	108		25	17.6	70	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.45	90	105	2.5	2.48	99	94	25	27.9	112	99
		0.50	0.48	96		2.5	1.94	78		25	23.4	94	
		0.50	0.51	102		2.5	2.75	110		25	26.2	105	
		0.50	0.59	118		2.5	2.59	104		25	22.7	91	
		0.50	0.55	110		2.5	2.27	91		25	21.8	87	
		0.50	0.56	112		2.5	2.02	81		25	24.9	100	
		0.50	0.54	107		2.5	2.38	95		25	25.9	104	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.49	98	103	2.5	2.48	99	106	25	25.7	103	93
		0.50	0.58	117		2.5	2.86	114		25	23.8	95	
		0.50	0.50	100		2.5	2.09	84		25	19.8	79	
		0.50	0.47	94		2.5	2.88	115		25	22.7	91	
		0.50	0.49	98		2.5	2.79	111		25	26.6	106	
		0.50	0.56	113		2.5	2.74	109		25	24.1	96	
		0.50	0.50	99		2.5	2.75	110		25	20.6	83	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.48	95	103	2.5	2.35	94	93	25	23.8	95	93
		0.50	0.52	103		2.5	2.14	85		25	19.5	78	
		0.50	0.52	104		2.5	2.70	108		25	27.6	111	
		0.50	0.56	112		2.5	1.94	78		25	25.8	103	
		0.50	0.56	112		2.5	2.03	81		25	19.1	77	
		0.50	0.48	96		2.5	2.36	94		25	22.7	91	
		0.50	0.51	102		2.5	2.74	109		25	24.4	98	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.57	113	103	2.5	2.34	94	90	25	22.0	88	87
		0.50	0.58	117		2.5	2.08	83		25	20.0	80	
		0.50	0.51	101		2.5	1.95	78		25	19.6	78	
		0.50	0.50	101		2.5	2.52	101		25	20.2	81	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.51	102		2.5	2.03	81		25	24.3	97	
		0.50	0.46	91		2.5	2.53	101		25	25.0	100	
		0.50	0.50	99		2.5	2.31	93		25	20.5	82	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.45	90	98	2.5	2.31	92	87	25	20.9	84	89
		0.50	0.49	98		2.5	2.10	84		25	19.7	79	
		0.50	0.55	111		2.5	1.92	77		25	23.7	95	
		0.50	0.46	92		2.5	2.36	95		25	20.2	81	
		0.50	0.55	109		2.5	2.11	85		25	26.4	106	
		0.50	0.45	91		2.5	2.46	98		25	21.2	85	
		0.50	0.50	99		2.5	1.95	78		25	23.0	92	
10	O ₈ CDF	1.0	0.47	47	54	5.0	2.77	55	69	50	33.2	66	83
		1.0	0.57	57		5.0	3.89	78		50	44.2	88	
		1.0	0.53	53		5.0	3.61	72		50	45.8	92	
		1.0	0.61	61		5.0	3.97	79		50	44.6	89	
		1.0	0.49	49		5.0	3.10	62		50	31.9	64	
		1.0	0.54	54		5.0	2.80	56		50	45.8	92	
		1.0	0.61	61		5.0	3.84	77		50	45.8	92	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.08	81	96	0.50	0.49	98	95	5.0	5.1	101	92
		0.10	0.10	95		0.50	0.42	83		5.0	4.6	91	
		0.10	0.08	83		0.50	0.48	96		5.0	4.7	94	
		0.10	0.10	100		0.50	0.54	107		5.0	4.2	83	
		0.10	0.11	112		0.50	0.38	75		5.0	4.5	90	
		0.10	0.09	91		0.50	0.51	102		5.0	4.5	89	
		0.10	0.11	111		0.50	0.53	106		5.0	4.9	98	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.53	106	108	2.5	1.96	78	102	25	21.5	86	91

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.57	114		2.5	2.81	112		25	23.2	93	
		0.50	0.59	118		2.5	2.75	110		25	21.6	86	
		0.50	0.57	115		2.5	2.00	80		25	21.2	85	
		0.50	0.47	94		2.5	2.50	100		25	21.9	87	
		0.50	0.60	120		2.5	2.81	112		25	24.7	99	
		0.50	0.45	91		2.5	2.97	119		25	25.8	103	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.55	109	99	2.5	2.13	85	97	25	21.3	85	84
		0.50	0.49	99		2.5	2.46	98		25	20.1	80	
		0.50	0.54	107		2.5	2.65	106		25	20.0	80	
		0.50	0.43	86		2.5	2.29	92		25	21.3	85	
		0.50	0.53	106		2.5	2.26	90		25	21.9	87	
		0.50	0.53	105		2.5	2.62	105		25	22.6	90	
		0.50	0.41	83		2.5	2.65	106		25	19.4	78	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.42	84	96	2.5	2.85	114	96	25	23.8	95	96
		0.50	0.46	92		2.5	2.23	89		25	20.0	80	
		0.50	0.53	107		2.5	2.69	107		25	25.8	103	
		0.50	0.52	105		2.5	2.11	84		25	27.0	108	
		0.50	0.48	95		2.5	2.12	85		25	22.8	91	
		0.50	0.44	87		2.5	2.26	90		25	25.4	102	
		0.50	0.53	105		2.5	2.50	100		25	23.6	94	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.49	97	100	2.5	2.88	115	98	25	19.4	78	90
		0.50	0.49	98		2.5	1.92	77		25	20.0	80	
		0.50	0.51	101		2.5	2.48	99		25	26.8	107	
		0.50	0.43	86		2.5	2.84	113		25	24.3	97	
		0.50	0.54	107		2.5	1.90	76		25	22.6	90	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.49	98	98	2.5	2.87	115	102	25	22.1	88	88
		0.50	0.56	112		2.5	2.34	94		25	22.6	90	
		0.50	0.53	106		2.5	2.11	84		25	26.8	107	
		0.50	0.45	90		2.5	2.80	112		25	25.3	101	
		0.50	0.48	95		2.5	2.56	102		25	21.3	85	
		0.50	0.46	92		2.5	2.30	92		25	21.3	85	
		0.50	0.48	96		2.5	2.85	114		25	19.1	76	
		0.50	0.57	113		2.5	2.91	116		25	19.4	78	
		0.50	0.47	94		2.5	2.31	92		25	20.3	81	
17	O ₈ CDD	1.0	0.70	70	63	5.0	2.93	59	67	50	41.3	83	82
		1.0	0.68	68		5.0	3.79	76		50	35.0	70	
		1.0	0.56	56		5.0	3.00	60		50	44.0	88	
		1.0	0.45	45		5.0	3.55	71		50	39.8	80	
		1.0	0.72	72		5.0	3.09	62		50	44.4	89	
		1.0	0.58	58		5.0	3.26	65		50	41.4	83	
		1.0	0.72	72		5.0	3.69	74		50	41.7	83	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	0.97	97	102	5.0	4.58	91	97	50	47.4	95	94
		1.0	1.04	104		5.0	4.73	94		50	46.4	93	
		1.0	1.09	108		5.0	5.08	101		50	48.2	96	
		1.0	1.02	102		5.0	4.49	90		50	45.0	90	
		1.0	1.03	103		5.0	4.76	95		50	48.8	97	
		1.0	1.04	104		5.0	5.00	100		50	48.7	97	
		1.0	1.00	100		5.0	5.27	105		50	45.9	92	

表 1-55 实验室 6 工业废水加标正确度测试数据

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.10	97	109	0.50	0.58	117	111	5.0	4.54	91	110
		0.10	0.12	115		0.50	0.53	107		5.0	4.80	96	
		0.10	0.11	108		0.50	0.51	101		5.0	5.63	113	
		0.10	0.13	125		0.50	0.57	113		5.0	5.12	102	
		0.10	0.11	106		0.50	0.57	113		5.0	6.37	127	
		0.10	0.12	115		0.50	0.56	113		5.0	6.04	121	
		0.10	0.09	94		0.50	0.58	116		5.0	5.87	117	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.68	137	117	2.5	2.66	106	105	25	33.5	134	111
		0.50	0.55	110		2.5	2.44	98		25	34.2	137	
		0.50	0.60	121		2.5	2.65	106		25	28.8	115	
		0.50	0.54	109		2.5	2.24	89		25	19.4	78	
		0.50	0.54	109		2.5	3.13	125		25	23.1	92	
		0.50	0.61	121		2.5	2.39	96		25	20.4	82	
		0.50	0.57	113		2.5	2.90	116		25	34.0	136	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.54	109	117	2.5	2.83	113	115	25	20.8	83	111
		0.50	0.63	126		2.5	3.13	125		25	30.0	120	
		0.50	0.62	124		2.5	2.97	119		25	27.6	110	
		0.50	0.59	119		2.5	2.77	111		25	23.9	96	
		0.50	0.53	107		2.5	2.90	116		25	34.6	139	
		0.50	0.55	110		2.5	2.41	96		25	25.8	103	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.62	124		2.5	3.05	122		25	32.4	130	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.58	117	120	2.5	2.49	100	114	25	27.8	111	109
		0.50	0.66	133		2.5	2.78	111		25	24.4	97	
		0.50	0.68	136		2.5	2.90	116		25	29.1	117	
		0.50	0.56	113		2.5	3.04	122		25	23.7	95	
		0.50	0.62	123		2.5	3.11	124		25	21.2	85	
		0.50	0.56	112		2.5	3.03	121		25	31.2	125	
		0.50	0.55	110		2.5	2.66	106		25	33.2	133	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.61	121	119	2.5	2.50	100	108	25	25.9	104	112
		0.50	0.53	105		2.5	2.26	90		25	22.4	90	
		0.50	0.64	128		2.5	2.61	104		25	24.4	98	
		0.50	0.56	112		2.5	3.33	133		25	28.1	113	
		0.50	0.60	121		2.5	2.71	108		25	30.4	122	
		0.50	0.68	135		2.5	2.31	92		25	33.0	132	
		0.50	0.55	109		2.5	3.25	130		25	31.1	124	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.65	131	122	2.5	3.14	126	115	25	23.0	92	117
		0.50	0.63	125		2.5	2.36	94		25	32.9	131	
		0.50	0.68	135		2.5	2.83	113		25	27.8	111	
		0.50	0.58	116		2.5	2.76	111		25	33.0	132	
		0.50	0.62	124		2.5	3.34	134		25	26.2	105	
		0.50	0.53	107		2.5	2.83	113		25	29.6	119	
		0.50	0.58	116		2.5	2.78	111		25	31.6	126	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.64	129	124	2.5	3.29	132	117	25	27.5	110	112
		0.50	0.55	110		2.5	2.28	91		25	26.2	105	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.64	128		2.5	3.33	133		25	29.4	118	
		0.50	0.59	117		2.5	3.04	121		25	27.4	110	
		0.50	0.64	128		2.5	2.49	100		25	28.0	112	
		0.50	0.62	125		2.5	2.66	106		25	29.1	116	
		0.50	0.66	132		2.5	3.30	132		25	28.0	112	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.59	119	118	2.5	2.76	111	110	25	31.7	127	125
		0.50	0.58	115		2.5	3.11	124		25	33.5	134	
		0.50	0.56	112		2.5	2.87	115		25	30.7	123	
		0.50	0.61	121		2.5	2.73	109		25	29.4	117	
		0.50	0.59	118		2.5	3.17	127		25	30.6	122	
		0.50	0.66	133		2.5	2.22	89		25	32.6	130	
		0.50	0.52	104		2.5	2.44	98		25	30.4	122	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.52	104	124	2.5	2.39	96	99	25	33.4	133	109
		0.50	0.67	133		2.5	2.28	91		25	29.5	118	
		0.50	0.67	135		2.5	2.28	91		25	24.9	100	
		0.50	0.58	116		2.5	2.73	109		25	26.3	105	
		0.50	0.59	119		2.5	2.35	94		25	22.7	91	
		0.50	0.65	130		2.5	3.11	125		25	27.6	111	
		0.50	0.65	131		2.5	2.17	87		25	27.1	108	
10	O ₈ CDF	1.0	0.77	77	68	5.0	3.73	75	68	50	33.5	67	64
		1.0	0.61	61		5.0	3.37	67		50	31.7	63	
		1.0	0.71	71		5.0	3.66	73		50	33.6	67	
		1.0	0.76	76		5.0	3.49	70		50	30.4	61	
		1.0	0.74	74		5.0	3.34	67		50	32.6	65	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	0.56	56		5.0	3.04	61		50	32.7	65	
		1.0	0.61	61		5.0	3.10	62		50	27.9	56	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.11	110	107	0.50	0.53	106	104	5.0	5.7	114	114
		0.10	0.12	120		0.50	0.54	108		5.0	5.1	101	
		0.10	0.12	117		0.50	0.44	88		5.0	6.6	132	
		0.10	0.09	87		0.50	0.50	101		5.0	6.0	120	
		0.10	0.11	112		0.50	0.50	101		5.0	5.7	114	
		0.10	0.09	86		0.50	0.47	95		5.0	5.0	99	
		0.10	0.12	120		0.50	0.63	127		5.0	6.0	119	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.62	125	115	2.5	2.63	105	107	25	22.8	91	111
		0.50	0.63	126		2.5	3.07	123		25	29.7	119	
		0.50	0.49	98		2.5	2.36	94		25	30.4	122	
		0.50	0.58	116		2.5	2.90	116		25	31.4	126	
		0.50	0.57	114		2.5	2.98	119		25	22.4	89	
		0.50	0.57	114		2.5	2.40	96		25	26.3	105	
		0.50	0.58	115		2.5	2.36	94		25	31.3	125	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.49	98	120	2.5	2.25	90	111	25	24.4	98	105
		0.50	0.63	125		2.5	3.16	127		25	23.1	92	
		0.50	0.58	117		2.5	2.80	112		25	22.6	90	
		0.50	0.66	132		2.5	2.80	112		25	26.3	105	
		0.50	0.59	118		2.5	3.06	122		25	26.3	105	
		0.50	0.66	131		2.5	2.33	93		25	30.5	122	
		0.50	0.61	122		2.5	3.08	123		25	31.4	126	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.52	105	107	2.5	2.95	118	108	25	23.2	93	112

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.58	116		2.5	2.31	92		25	29.9	120	
		0.50	0.57	114		2.5	3.03	121		25	23.5	94	
		0.50	0.57	113		2.5	2.33	93		25	29.7	119	
		0.50	0.49	99		2.5	2.85	114		25	31.4	126	
		0.50	0.52	104		2.5	2.34	94		25	27.7	111	
		0.50	0.49	99		2.5	3.01	120		25	31.3	125	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.64	127	119	2.5	2.83	113	107	25	28.4	114	107
		0.50	0.51	102		2.5	2.79	112		25	30.4	122	
		0.50	0.62	124		2.5	2.46	98		25	22.3	89	
		0.50	0.64	128		2.5	2.57	103		25	24.2	97	
		0.50	0.62	123		2.5	2.97	119		25	28.6	114	
		0.50	0.56	112		2.5	2.81	112		25	27.6	110	
		0.50	0.58	115		2.5	2.24	89		25	26.3	105	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.49	98	107	2.5	2.49	99	109	25	23.4	94	100
		0.50	0.50	100		2.5	2.92	117		25	28.3	113	
		0.50	0.56	113		2.5	2.17	87		25	28.5	114	
		0.50	0.50	100		2.5	2.70	108		25	22.4	89	
		0.50	0.62	124		2.5	2.47	99		25	27.1	109	
		0.50	0.56	112		2.5	3.29	132		25	22.5	90	
		0.50	0.53	106		2.5	2.95	118		25	22.5	90	
17	O ₈ CDD	1.0	0.55	55	65	5.0	3.77	75	68	50	37.0	74	63
		1.0	0.78	78		5.0	2.99	60		50	26.8	54	
		1.0	0.50	50		5.0	3.23	65		50	37.1	74	
		1.0	0.63	63		5.0	3.51	70		50	28.6	57	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	0.63	63		5.0	3.39	68		50	26.7	53	
		1.0	0.77	77		5.0	3.62	72		50	30.3	61	
		1.0	0.70	70		5.0	3.36	67		50	34.1	68	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	1.17	117	116	5.0	5.5	109	110	50	48.6	97	111
		1.0	1.22	121		5.0	5.7	114		50	57.0	114	
		1.0	1.17	117		5.0	5.4	107		50	56.4	113	
		1.0	1.15	114		5.0	5.6	111		50	55.2	110	
		1.0	1.14	114		5.0	5.8	116		50	56.1	112	
		1.0	1.12	112		5.0	5.0	99		50	54.4	109	
		1.0	1.18	117		5.0	5.7	113		50	62.2	124	

表 1-56 实验室 1 海水加标正确度测试数据

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.10	101	93	0.50	0.38	76	89	5.0	4.36	87	86
		0.10	0.09	92		0.50	0.44	87		5.0	4.48	90	
		0.10	0.08	83		0.50	0.49	98		5.0	4.39	88	
		0.10	0.10	103		0.50	0.48	96		5.0	4.37	87	
		0.10	0.09	87		0.50	0.43	86		5.0	4.34	87	
		0.10	0.09	90		0.50	0.49	99		5.0	4.17	83	
		0.10	0.10	96		0.50	0.42	84		5.0	4.01	80	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.50	99	91	2.5	2.04	81	81	25	22.1	88	88

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.48	96		2.5	1.90	76		25	22.9	91	
		0.50	0.45	91		2.5	2.01	80		25	25.1	100	
		0.50	0.49	98		2.5	1.90	76		25	25.3	101	
		0.50	0.41	81		2.5	2.22	89		25	16.7	67	
		0.50	0.42	83		2.5	2.01	80		25	23.9	96	
		0.50	0.45	90		2.5	2.03	81		25	17.6	70	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.49	97	101.9	2.5	1.93	77	89	25	18.1	73	94
		0.50	0.52	104		2.5	2.17	87		25	21.6	87	
		0.50	0.53	107		2.5	2.46	98		25	27.7	111	
		0.50	0.59	118		2.5	2.61	104		25	21.3	85	
		0.50	0.48	95		2.5	2.14	86		25	29.2	117	
		0.50	0.50	100		2.5	1.98	79		25	21.3	85	
		0.50	0.46	92		2.5	2.20	88		25	25.2	101	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.45	91	100	2.5	2.55	102	87	25	26.9	108	88
		0.50	0.46	92		2.5	2.09	84		25	28.2	113	
		0.50	0.47	95		2.5	2.00	80		25	24.0	96	
		0.50	0.49	99		2.5	2.16	86		25	16.7	67	
		0.50	0.59	119		2.5	2.15	86		25	17.6	71	
		0.50	0.50	101		2.5	2.11	84		25	19.4	78	
		0.50	0.53	106		2.5	2.25	90		25	21.4	86	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.54	108	105	2.5	2.55	102	92	25	28.4	114	91
		0.50	0.56	112		2.5	2.04	82		25	23.0	92	
		0.50	0.51	102		2.5	2.50	100		25	19.1	76	
		0.50	0.46	93		2.5	2.02	81		25	26.8	107	
		0.50	0.58	117		2.5	2.14	86		25	19.4	78	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.49	98		2.5	2.05	82		25	20.0	80	
		0.50	0.51	102		2.5	2.76	110		25	22.4	89	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.50	100	103	2.5	2.77	111	94	25	25.7	103	93
		0.50	0.47	93		2.5	2.33	93		25	23.4	93	
		0.50	0.52	104		2.5	2.51	100		25	20.6	82	
		0.50	0.54	108		2.5	2.45	98		25	20.0	80	
		0.50	0.58	116		2.5	1.97	79		25	28.3	113	
		0.50	0.50	101		2.5	2.44	97		25	26.3	105	
		0.50	0.50	100		2.5	2.01	80		25	18.7	75	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.55	109	102	2.5	1.94	77	93	25	21.9	87	92
		0.50	0.58	117		2.5	2.09	84		25	25.0	100	
		0.50	0.47	94		2.5	2.02	81		25	22.1	89	
		0.50	0.50	99		2.5	2.54	101		25	25.2	101	
		0.50	0.46	92		2.5	2.55	102		25	20.4	82	
		0.50	0.48	95		2.5	2.57	103		25	21.7	87	
		0.50	0.53	105		2.5	2.54	101		25	24.4	98	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.50	100	105	2.5	2.72	109	94	25	27.9	112	97
		0.50	0.55	109		2.5	2.29	92		25	26.4	106	
		0.50	0.57	114		2.5	2.81	112		25	21.3	85	
		0.50	0.58	115		2.5	2.46	98		25	19.9	79	
		0.50	0.55	110		2.5	2.12	85		25	23.0	92	
		0.50	0.48	95		2.5	1.97	79		25	25.8	103	
		0.50	0.45	91		2.5	2.04	81		25	25.2	101	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.54	108	98	2.5	1.94	78	93	25	26.8	107	99
		0.50	0.53	106		2.5	2.41	97		25	23.0	92	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.49	97		2.5	2.21	88		25	22.0	88	
		0.50	0.46	92		2.5	2.29	92		25	23.7	95	
		0.50	0.45	91		2.5	2.17	87		25	23.1	92	
		0.50	0.49	97		2.5	2.63	105		25	28.2	113	
		0.50	0.46	91		2.5	2.61	105		25	26.1	104	
10	O ₈ CDF	1.0	0.78	78	73	5.0	3.49	70	68	50	39.4	79	85
		1.0	0.75	75		5.0	3.20	64		50	41.1	82	
		1.0	0.65	65		5.0	4.06	81		50	39.1	78	
		1.0	0.75	75		5.0	3.34	67		50	45.4	91	
		1.0	0.70	70		5.0	3.25	65		50	46.6	93	
		1.0	0.67	67		5.0	3.09	62		50	44.7	89	
		1.0	0.81	81		5.0	3.48	70		50	42.3	85	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.09	93	94	0.50	0.39	78	96	5.0	4.7	95	98
		0.10	0.08	75		0.50	0.54	108		5.0	4.9	99	
		0.10	0.11	108		0.50	0.52	103		5.0	5.0	100	
		0.10	0.10	99		0.50	0.56	112		5.0	4.9	97	
		0.10	0.10	99		0.50	0.53	105		5.0	4.5	89	
		0.10	0.10	100		0.50	0.44	87		5.0	5.3	106	
		0.10	0.08	82		0.50	0.39	77		5.0	5.2	103	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.45	90	93	2.5	2.00	80	89	25	19.0	76	90
		0.50	0.43	87		2.5	1.91	77		25	23.1	92	
		0.50	0.48	96		2.5	2.79	111		25	26.0	104	
		0.50	0.47	94		2.5	2.01	80		25	22.3	89	
		0.50	0.48	96		2.5	2.19	88		25	26.9	107	
		0.50	0.48	95		2.5	2.54	101		25	19.5	78	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.45	90		2.5	2.20	88		25	20.9	84	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.59	118	103	2.5	2.86	114	100	25	19.8	79	90
		0.50	0.59	118		2.5	2.95	118		25	23.9	96	
		0.50	0.50	99		2.5	2.81	112		25	19.1	76	
		0.50	0.52	103		2.5	2.04	82		25	25.6	102	
		0.50	0.48	96		2.5	2.73	109		25	22.1	88	
		0.50	0.42	84		2.5	2.01	80		25	22.4	89	
		0.50	0.52	103		2.5	2.04	81		25	23.9	95	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.42	85	98	2.5	2.53	101	102	25	19.4	78	86
		0.50	0.47	95		2.5	2.70	108		25	19.7	79	
		0.50	0.55	109		2.5	2.49	99		25	20.4	81	
		0.50	0.57	113		2.5	2.07	83		25	26.6	106	
		0.50	0.49	98		2.5	2.49	99		25	20.5	82	
		0.50	0.49	98		2.5	2.89	116		25	21.7	87	
		0.50	0.43	85		2.5	2.63	105		25	22.3	89	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.60	119	100	2.5	2.19	87	94	25	23.0	92	88
		0.50	0.48	95		2.5	2.89	116		25	19.6	78	
		0.50	0.47	95		2.5	2.24	89		25	23.4	93	
		0.50	0.45	91		2.5	2.11	84		25	22.7	91	
		0.50	0.45	91		2.5	2.50	100		25	23.2	93	
		0.50	0.55	110		2.5	2.12	85		25	22.4	90	
		0.50	0.50	101		2.5	2.46	98		25	19.9	80	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.47	93	100	2.5	2.85	114	98	25	23.8	95	93
		0.50	0.47	95		2.5	2.56	102		25	22.3	89	
		0.50	0.48	95		2.5	2.79	111		25	19.2	77	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.45	90		2.5	2.21	88		25	26.3	105	
		0.50	0.52	105		2.5	2.22	89		25	24.7	99	
		0.50	0.56	112		2.5	2.34	94		25	21.2	85	
		0.50	0.56	111		2.5	2.28	91		25	24.7	99	
17	O ₈ CDD	1.0	0.59	59	70	5.0	4.22	84	71	50	43.1	86	86
		1.0	0.73	73		5.0	3.38	68		50	42.1	84	
		1.0	0.69	69		5.0	3.37	67		50	39.2	78	
		1.0	0.71	71		5.0	3.57	71		50	46.4	93	
		1.0	0.73	73		5.0	3.14	63		50	44.0	88	
		1.0	0.67	67		5.0	3.84	77		50	44.3	89	
		1.0	0.79	79		5.0	3.38	68		50	42.7	85	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	0.98	98	98	5.0	4.3	86	91	50.1	42.2	84	92
		1.0	0.96	96		5.0	4.5	90		50.1	46.0	92	
		1.0	1.01	101		5.0	5.0	100		50.1	49.1	98	
		1.0	1.03	103		5.0	4.6	92		50.1	45.5	91	
		1.0	0.99	99		5.0	4.6	91		50.1	49.7	99	
		1.0	0.98	98		5.0	4.5	91		50.1	43.5	87	
		1.0	0.94	93		5.0	4.5	89		50.1	45.6	91	

表 1-57 实验室 2 海水加标正确度测试数据

验证单位：浙江省台州生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.108	108	102	0.50	0.47	95	93	5.0	5.38	108	88
		0.10	0.103	103		0.50	0.49	99		5.0	4.70	94	
		0.10	0.088	88		0.50	0.47	94		5.0	4.42	88	
		0.10	0.108	108		0.50	0.45	90		5.0	4.07	81	
		0.10	0.100	100		0.50	0.45	89		5.0	3.96	79	
		0.10	0.108	108		0.50	0.49	97		5.0	4.30	86	
		0.10	0.099	99		0.50	0.42	83		5.0	4.13	83	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.51	102	92	2.5	1.94	78	80	25	17.4	70	93
		0.50	0.46	92		2.5	2.04	82		25	24.6	98	
		0.50	0.45	90		2.5	1.94	77		25	29.2	117	
		0.50	0.42	83		2.5	1.91	77		25	28.7	115	
		0.50	0.51	103		2.5	2.21	88		25	17.4	70	
		0.50	0.48	96		2.5	1.96	78		25	27.5	110	
		0.50	0.40	80		2.5	1.99	80		25	18.8	75	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.51	101	102	2.5	2.73	109	103	25	27.0	108	95
		0.50	0.55	111		2.5	2.73	109		25	20.6	83	
		0.50	0.53	105		2.5	2.82	113		25	25.4	101	
		0.50	0.47	94		2.5	2.54	102		25	27.6	110	
		0.50	0.48	96		2.5	2.77	111		25	22.3	89	
		0.50	0.57	114		2.5	2.16	86		25	19.2	77	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.45	91		2.5	2.22	89		25	24.9	100	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.52	103	105	2.5	2.83	113	96	25	28.5	114	96
		0.50	0.58	116		2.5	2.15	86		25	24.9	100	
		0.50	0.49	99		2.5	2.64	106		25	27.1	108	
		0.50	0.60	119		2.5	2.76	110		25	23.7	95	
		0.50	0.53	107		2.5	1.93	77		25	23.2	93	
		0.50	0.49	98		2.5	2.29	91		25	22.4	90	
		0.50	0.45	91		2.5	2.15	86		25	17.6	70	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.56	113	107	2.5	2.19	88	93	25	25.1	100	91
		0.50	0.50	100		2.5	2.91	116		25	21.3	85	
		0.50	0.56	112		2.5	2.54	102		25	23.7	95	
		0.50	0.47	93		2.5	2.47	99		25	19.8	79	
		0.50	0.46	93		2.5	2.25	90		25	17.1	68	
		0.50	0.59	117		2.5	1.99	79		25	27.8	111	
		0.50	0.60	119		2.5	1.92	77		25	23.6	94	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.55	109	105	2.5	2.76	110	93	25	23.0	92	86
		0.50	0.52	105		2.5	2.06	83		25	20.3	81	
		0.50	0.53	107		2.5	2.19	88		25	21.5	86	
		0.50	0.46	92		2.5	2.08	83		25	28.3	113	
		0.50	0.58	117		2.5	2.17	87		25	19.9	80	
		0.50	0.53	107		2.5	2.42	97		25	20.8	83	
		0.50	0.50	100		2.5	2.58	103		25	16.6	66	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.49	98	105	2.5	1.92	77	88	25	26.7	107	97
		0.50	0.56	112		2.5	2.16	86		25	21.1	84	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.56	112		2.5	1.91	76		25	24.0	96	
		0.50	0.50	101		2.5	2.42	97		25	24.4	97	
		0.50	0.56	111		2.5	2.05	82		25	23.3	93	
		0.50	0.49	99		2.5	2.18	87		25	23.4	94	
		0.50	0.51	101		2.5	2.71	108		25	26.6	106	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.52	104	104	2.5	2.05	82	89	25	21.3	85	96
		0.50	0.52	104		2.5	2.28	91		25	25.3	101	
		0.50	0.51	102		2.5	2.13	85		25	21.5	86	
		0.50	0.55	109		2.5	1.97	79		25	20.8	83	
		0.50	0.53	106		2.5	2.54	102		25	26.4	105	
		0.50	0.57	115		2.5	2.40	96		25	27.1	108	
		0.50	0.44	87		2.5	2.24	90		25	26.6	106	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.55	110	104	2.5	1.94	78	96	25	19.6	78	92
		0.50	0.58	115		2.5	2.82	113		25	19.9	80	
		0.50	0.47	94		2.5	2.16	86		25	25.1	101	
		0.50	0.50	100		2.5	2.81	112		25	23.8	95	
		0.50	0.51	102		2.5	2.72	109		25	21.8	87	
		0.50	0.51	102		2.5	2.10	84		25	23.2	93	
		0.50	0.51	101		2.5	2.34	93		25	27.9	111	
10	O ₈ CDF	1.0	0.69	69	70	5.0	4.05	81	79	50	38.4	77	89
		1.0	0.62	62		5.0	3.75	75		50	42.8	86	
		1.0	0.80	80		5.0	3.71	74		50	44.3	89	
		1.0	0.78	78		5.0	4.01	80		50	47.3	95	
		1.0	0.60	60		5.0	3.79	76		50	47.3	95	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	0.64	64		5.0	4.24	85		50	47.3	95	
		1.0	0.77	77		5.0	4.14	83		50	43.1	86	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.10	98	94	0.50	0.46	91	96	5.0	4.8	95	96
		0.10	0.11	111		0.50	0.52	103		5.0	4.5	89	
		0.10	0.08	82		0.50	0.41	82		5.0	5.5	110	
		0.10	0.08	78		0.50	0.49	97		5.0	5.0	99	
		0.10	0.11	105		0.50	0.51	102		5.0	4.6	91	
		0.10	0.09	85		0.50	0.46	92		5.0	4.9	97	
		0.10	0.10	96		0.50	0.54	107		5.0	4.6	91	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.47	94	107	2.5	2.32	93	92	25	24.1	96	95
		0.50	0.58	115		2.5	1.93	77		25	24.6	98	
		0.50	0.59	118		2.5	2.69	108		25	24.7	99	
		0.50	0.52	105		2.5	1.96	78		25	26.8	107	
		0.50	0.47	93		2.5	2.17	87		25	19.0	76	
		0.50	0.56	113		2.5	2.44	98		25	25.6	102	
		0.50	0.56	113		2.5	2.62	105		25	22.4	89	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.48	95	99	2.5	2.16	86	93	25	19.2	77	86
		0.50	0.49	97		2.5	2.30	92		25	21.0	84	
		0.50	0.53	105		2.5	2.50	100		25	20.2	81	
		0.50	0.49	98		2.5	2.38	95		25	24.4	98	
		0.50	0.50	100		2.5	2.45	98		25	24.3	97	
		0.50	0.48	96		2.5	2.13	85		25	21.2	85	
		0.50	0.52	103		2.5	2.33	93		25	21.2	85	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.41	81	97	2.5	2.67	107	105	25	17.7	71	85

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.51	102		2.5	2.86	114		25	21.2	85	
		0.50	0.43	86		2.5	1.98	79		25	19.0	76	
		0.50	0.55	109		2.5	2.36	94		25	24.2	97	
		0.50	0.59	117		2.5	2.95	118		25	24.0	96	
		0.50	0.47	94		2.5	2.65	106		25	17.6	70	
		0.50	0.45	90		2.5	2.91	116		25	25.3	101	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.49	97	99	2.5	2.24	90	98	25	22.2	89	89
		0.50	0.44	89		2.5	2.01	80		25	23.9	95	
		0.50	0.47	95		2.5	2.85	114		25	24.4	97	
		0.50	0.48	97		2.5	2.20	88		25	23.4	93	
		0.50	0.47	94		2.5	2.54	101		25	20.9	84	
		0.50	0.58	117		2.5	2.54	101		25	19.3	77	
		0.50	0.51	102		2.5	2.85	114		25	21.6	86	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.48	95	99	2.5	1.87	75	88	25	19.4	78	84
		0.50	0.50	100		2.5	1.88	75		25	19.3	77	
		0.50	0.48	95		2.5	2.04	82		25	23.2	93	
		0.50	0.46	92		2.5	2.41	96		25	24.2	97	
		0.50	0.43	85		2.5	2.14	86		25	17.0	68	
		0.50	0.58	117		2.5	2.94	118		25	24.5	98	
		0.50	0.56	112		2.5	2.19	88		25	19.1	76	
17	O ₈ CDD	1.0	0.66	66	72	5.0	4.07	81	79	50	40.4	81	87
		1.0	0.66	66		5.0	3.78	76		50	43.5	87	
		1.0	0.70	70		5.0	3.80	76		50	40.8	82	
		1.0	0.76	76		5.0	4.07	81		50	46.9	94	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		1.0	0.71	71		5.0	3.72	74		50	44.2	88	
		1.0	0.74	74		5.0	3.86	77		50	44.2	88	
		1.0	0.79	79		5.0	4.50	90		50	43.2	86	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	0.99	99	102	5.0	4.87	97	96	50	48.6	97	93
		1.0	1.09	108		5.0	4.72	94		50	44.9	90	
		1.0	1.05	104		5.0	5.04	101		50	49.2	98	
		1.0	0.98	98		5.0	4.62	92		50	51.6	103	
		1.0	1.00	100		5.0	4.84	97		50	42.4	85	
		1.0	1.07	107		5.0	4.61	92		50	45.2	90	
		1.0	1.00	100		5.0	4.91	98		50	45.6	91	

表 1-58 实验室 3 海水加标正确度测试数据

验证单位：湖北省生态环境监测中心站

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.079	79	89	0.50	0.48	96	88	5.0	4.60	92	91
		0.10	0.091	91		0.50	0.45	90		5.0	5.14	103	
		0.10	0.110	110		0.50	0.46	93		5.0	4.58	92	
		0.10	0.080	80		0.50	0.41	83		5.0	5.00	100	
		0.10	0.081	81		0.50	0.41	82		5.0	4.21	84	
		0.10	0.081	81		0.50	0.47	95		5.0	4.59	92	
		0.10	0.102	102		0.50	0.40	80		5.0	3.87	77	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.48	96	92	2.5	2.06	82	81	25	26.1	104	95
		0.50	0.39	78		2.5	2.05	82		25	20.0	80	
		0.50	0.48	97		2.5	1.97	79		25	19.8	79	
		0.50	0.45	90		2.5	1.92	77		25	27.4	110	
		0.50	0.45	90		2.5	2.30	92		25	28.8	115	
		0.50	0.47	95		2.5	1.94	77		25	21.5	86	
		0.50	0.49	98		2.5	1.90	76		25	22.9	92	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.45	90	99	2.5	2.47	99	94	25	27.6	110	99
		0.50	0.45	91		2.5	2.24	89		25	21.7	87	
		0.50	0.53	105		2.5	2.45	98		25	19.7	79	
		0.50	0.46	93		2.5	2.00	80		25	27.6	110	
		0.50	0.48	95		2.5	2.74	109		25	25.7	103	
		0.50	0.52	104		2.5	2.07	83		25	21.6	86	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.58	116		2.5	2.52	101		25	29.2	117	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.50	101	109	2.5	2.10	84	91	25	26.8	107	92
		0.50	0.59	117		2.5	2.15	86		25	18.5	74	
		0.50	0.59	118		2.5	2.00	80		25	26.6	106	
		0.50	0.52	103		2.5	2.83	113		25	28.6	114	
		0.50	0.54	107		2.5	2.04	82		25	17.3	69	
		0.50	0.58	115		2.5	2.09	84		25	16.7	67	
		0.50	0.51	102		2.5	2.64	105		25	25.8	103	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.46	92	103	2.5	2.09	83	84	25	22.6	90	93
		0.50	0.57	113		2.5	2.12	85		25	24.2	97	
		0.50	0.48	97		2.5	2.20	88		25	22.2	89	
		0.50	0.53	106		2.5	1.93	77		25	28.4	113	
		0.50	0.58	115		2.5	1.94	78		25	20.0	80	
		0.50	0.51	102		2.5	1.95	78		25	20.5	82	
		0.50	0.46	92		2.5	2.42	97		25	24.7	99	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.45	91	108	2.5	2.63	105	109	25	20.3	81	95
		0.50	0.58	116		2.5	2.64	106		25	25.9	103	
		0.50	0.58	117		2.5	2.82	113		25	21.6	87	
		0.50	0.51	103		2.5	2.60	104		25	27.4	110	
		0.50	0.55	110		2.5	2.71	108		25	24.9	100	
		0.50	0.60	119		2.5	2.79	111		25	25.6	102	
		0.50	0.49	98		2.5	2.95	118		25	21.0	84	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.55	109	107	2.5	2.06	82	90	25	26.0	104	93
		0.50	0.52	104		2.5	2.11	84		25	23.5	94	
		0.50	0.58	117		2.5	1.93	77		25	25.6	102	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.56	112		2.5	2.69	108		25	25.8	103	
		0.50	0.50	99		2.5	2.02	81		25	23.8	95	
		0.50	0.55	109		2.5	2.26	91		25	19.5	78	
		0.50	0.49	98		2.5	2.72	109		25	19.2	77	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.52	105	103	2.5	2.10	84	96	25	27.7	111	100
		0.50	0.49	97		2.5	2.59	104		25	22.8	91	
		0.50	0.54	109		2.5	2.52	101		25	24.2	97	
		0.50	0.53	105		2.5	2.51	100		25	20.0	80	
		0.50	0.45	91		2.5	2.84	114		25	26.1	105	
		0.50	0.56	113		2.5	2.29	92		25	27.2	109	
		0.50	0.51	101		2.5	2.00	80		25	27.5	110	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.58	115	109	2.5	2.04	82	98	25	27.4	110	95
		0.50	0.45	90		2.5	2.18	87		25	23.3	93	
		0.50	0.57	115		2.5	2.40	96		25	26.3	105	
		0.50	0.54	107		2.5	2.69	108		25	26.4	106	
		0.50	0.55	110		2.5	2.68	107		25	20.7	83	
		0.50	0.52	104		2.5	2.56	102		25	19.1	76	
		0.50	0.59	119		2.5	2.61	104		25	23.4	93	
10	O ₈ CDF	1.0	0.71	71	67	5.0	3.89	78	74	50	39.0	78	86
		1.0	0.63	63		5.0	3.24	65		50	40.7	81	
		1.0	0.75	75		5.0	3.65	73		50	39.7	79	
		1.0	0.58	58		5.0	3.89	78		50	46.9	94	
		1.0	0.63	63		5.0	3.61	72		50	46.8	94	
		1.0	0.75	75		5.0	3.28	66		50	44.3	89	
		1.0	0.66	66		5.0	4.19	84		50	43.2	86	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.09	89	99	0.50	0.52	103	100	5.0	4.3	85	94
		0.10	0.11	107		0.50	0.42	84		5.0	4.9	97	
		0.10	0.08	78		0.50	0.56	111		5.0	4.9	98	
		0.10	0.09	91		0.50	0.46	91		5.0	4.6	91	
		0.10	0.11	109		0.50	0.55	109		5.0	4.9	98	
		0.10	0.11	109		0.50	0.48	96		5.0	5.0	99	
		0.10	0.11	108		0.50	0.52	103		5.0	4.5	90	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.59	118	100	2.5	2.31	92	91	25	22.4	89	92
		0.50	0.58	115		2.5	1.99	80		25	23.9	96	
		0.50	0.45	89		2.5	2.11	84		25	24.8	99	
		0.50	0.44	88		2.5	2.07	83		25	25.7	103	
		0.50	0.45	90		2.5	2.44	97		25	21.4	86	
		0.50	0.51	102		2.5	2.31	92		25	23.6	94	
		0.50	0.49	99		2.5	2.74	110		25	19.8	79	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.54	107	98	2.5	2.21	88	94	25	21.6	86	89
		0.50	0.48	97		2.5	2.37	95		25	25.0	100	
		0.50	0.53	107		2.5	2.14	86		25	20.3	81	
		0.50	0.47	94		2.5	2.27	91		25	25.8	103	
		0.50	0.51	101		2.5	2.44	98		25	19.3	77	
		0.50	0.44	87		2.5	2.16	86		25	24.4	98	
		0.50	0.47	95		2.5	2.96	118		25	19.1	76	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.43	86	102	2.5	2.02	81	102	25	27.1	109	104
		0.50	0.50	99		2.5	2.64	105		25	26.7	107	
		0.50	0.52	105		2.5	2.87	115		25	24.3	97	
		0.50	0.47	93		2.5	2.64	105		25	26.0	104	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.59	119		2.5	2.49	99		25	26.6	106	
		0.50	0.58	116		2.5	2.20	88		25	26.6	106	
		0.50	0.49	97		2.5	2.93	117		25	23.9	96	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.46	91	105	2.5	2.85	114	100	25	19.0	76	89
		0.50	0.56	112		2.5	2.77	111		25	20.9	84	
		0.50	0.50	100		2.5	2.04	81		25	26.1	104	
		0.50	0.55	110		2.5	2.41	96		25	23.2	93	
		0.50	0.56	112		2.5	2.78	111		25	19.0	76	
		0.50	0.56	113		2.5	2.55	102		25	25.4	102	
		0.50	0.47	94		2.5	2.10	84		25	22.9	92	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.49	97	96	2.5	2.04	82	96	25	26.9	108	100
		0.50	0.47	94		2.5	2.83	113		25	22.0	88	
		0.50	0.46	92		2.5	2.48	99		25	21.2	85	
		0.50	0.43	86		2.5	2.20	88		25	25.7	103	
		0.50	0.50	101		2.5	2.29	91		25	28.1	112	
		0.50	0.49	99		2.5	2.89	116		25	24.5	98	
		0.50	0.53	106		2.5	2.10	84		25	26.1	104	
17	O ₈ CDD	1.0	0.59	59	72	5.0	4.26	85	82	50	39.1	78	86
		1.0	0.80	80		5.0	3.85	77		50	43.9	88	
		1.0	0.63	63		5.0	3.70	74		50	42.2	84	
		1.0	0.80	80		5.0	4.20	84		50	44.3	89	
		1.0	0.80	80		5.0	3.80	76		50	45.4	91	
		1.0	0.80	80		5.0	4.25	85		50	44.8	90	
		1.0	0.63	63		5.0	4.47	89		50	41.8	84	
18	PCDD/Fs	1.00	1.00	99	101	5.0	4.72	94	94	50	48.2	96	95

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
	(pg TEQ/L)	1.00	1.05	104		5.0	4.44	89		50	46.4	93	
		1.00	1.00	99		5.0	4.66	93		50	46.1	92	
		1.00	0.95	95		5.0	4.45	89		50	52.4	105	
		1.00	1.00	100		5.0	5.01	100		50	46.2	92	
		1.00	1.06	105		5.0	4.49	90		50	45.7	91	
		1.00	1.03	103		5.0	5.23	104		50	47.0	94	

表 1-59 实验室 4 海水加标正确度测试数据

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.07	66	70	0.50	0.37	75	69	5.0	2.98	60	64
		0.10	0.06	63		0.50	0.38	77		5.0	2.98	60	
		0.10	0.07	66		0.50	0.31	61		5.0	3.27	65	
		0.10	0.08	76		0.50	0.36	71		5.0	3.07	61	
		0.10	0.07	71		0.50	0.35	70		5.0	3.66	73	
		0.10	0.07	66		0.50	0.30	61		5.0	3.18	64	
		0.10	0.08	82		0.50	0.34	67		5.0	3.38	68	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.38	76	74	2.5	1.42	57	61	25	21.2	85	74
		0.50	0.39	78		2.5	1.54	62		25	19.7	79	
		0.50	0.37	73		2.5	1.60	64		25	20.6	82	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.38	76		2.5	1.61	64		25	16.1	64	
		0.50	0.39	79		2.5	1.56	62		25	20.7	83	
		0.50	0.31	61		2.5	1.53	61		25	14.2	57	
		0.50	0.35	70		2.5	1.49	60		25	17.5	70	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.45	90	81	2.5	1.91	76	70	25	21.6	86	79
		0.50	0.42	83		2.5	1.78	71		25	18.0	72	
		0.50	0.36	72		2.5	1.83	73		25	20.4	81	
		0.50	0.37	75		2.5	1.60	64		25	18.0	72	
		0.50	0.36	71		2.5	2.09	84		25	18.7	75	
		0.50	0.46	93		2.5	1.54	62		25	20.6	82	
		0.50	0.40	80		2.5	1.49	59		25	20.8	83	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.43	86	85	2.5	2.15	86	72	25	14.6	58	72
		0.50	0.46	92		2.5	1.69	68		25	16.5	66	
		0.50	0.45	90		2.5	1.86	74		25	15.0	60	
		0.50	0.43	86		2.5	1.55	62		25	15.1	60	
		0.50	0.43	86		2.5	1.51	60		25	21.7	87	
		0.50	0.36	73		2.5	2.13	85		25	21.8	87	
		0.50	0.41	82		2.5	1.80	72		25	20.7	83	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.45	90	85	2.5	1.53	61	77	25	19.6	78	72
		0.50	0.40	79		2.5	1.94	77		25	17.9	72	
		0.50	0.42	84		2.5	1.63	65		25	18.9	76	
		0.50	0.42	84		2.5	1.90	76		25	16.8	67	
		0.50	0.46	92		2.5	2.19	88		25	20.2	81	
		0.50	0.41	83		2.5	1.94	78		25	16.4	66	
		0.50	0.41	83		2.5	2.29	92		25	16.0	64	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.42	84	81	2.5	1.60	64	75	25	19.7	79	78
		0.50	0.46	91		2.5	1.94	78		25	21.5	86	
		0.50	0.36	72		2.5	2.06	83		25	22.0	88	
		0.50	0.36	72		2.5	1.68	67		25	19.6	78	
		0.50	0.40	80		2.5	1.68	67		25	18.9	76	
		0.50	0.46	91		2.5	1.95	78		25	16.8	67	
		0.50	0.39	77		2.5	2.29	92		25	17.9	71	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.40	79	81	2.5	2.17	87	78	25	15.2	61	74
		0.50	0.40	79		2.5	2.03	81		25	18.7	75	
		0.50	0.43	85		2.5	1.66	66		25	18.5	74	
		0.50	0.40	79		2.5	1.77	71		25	19.6	78	
		0.50	0.40	81		2.5	2.10	84		25	17.7	71	
		0.50	0.45	90		2.5	1.73	69		25	20.8	83	
		0.50	0.38	75		2.5	2.23	89		25	19.5	78	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.43	86	82	2.5	1.98	79	85	25	18.7	75	74
		0.50	0.40	80		2.5	2.19	88		25	18.7	75	
		0.50	0.44	89		2.5	2.18	87		25	22.0	88	
		0.50	0.41	81		2.5	2.17	87		25	18.7	75	
		0.50	0.46	91		2.5	2.05	82		25	18.2	73	
		0.50	0.39	77		2.5	2.12	85		25	15.5	62	
		0.50	0.35	71		2.5	2.13	85		25	18.4	74	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.40	79	84	2.5	1.90	76	76	25	21.4	86	72
		0.50	0.35	71		2.5	1.79	72		25	19.6	78	
		0.50	0.45	91		2.5	2.06	82		25	15.2	61	
		0.50	0.43	86		2.5	1.69	67		25	21.4	86	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.43	86		2.5	1.95	78		25	15.7	63	
		0.50	0.43	87		2.5	1.86	74		25	17.3	69	
		0.50	0.45	90		2.5	2.12	85		25	15.3	61	
10	O ₈ CDF	1.0	0.59	59	51	5.0	2.61	52	58	50	33.1	66	58
		1.0	0.50	50		5.0	3.51	70		50	28.7	57	
		1.0	0.48	48		5.0	3.18	64		50	27.1	54	
		1.0	0.56	56		5.0	3.02	60		50	27.0	54	
		1.0	0.48	48		5.0	2.58	52		50	29.0	58	
		1.0	0.49	49		5.0	2.71	54		50	29.7	59	
		1.0	0.48	48		5.0	2.74	55		50	28.4	57	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.07	67	73	0.50	0.32	65	69	5.0	3.9	77	77
		0.10	0.08	84		0.50	0.33	66		5.0	4.3	86	
		0.10	0.07	70		0.50	0.33	66		5.0	4.3	87	
		0.10	0.07	69		0.50	0.38	76		5.0	3.4	68	
		0.10	0.07	74		0.50	0.42	84		5.0	4.1	81	
		0.10	0.08	77		0.50	0.30	60		5.0	3.8	76	
		0.10	0.07	70		0.50	0.35	70		5.0	3.3	66	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.34	67	75	2.5	1.97	79	74	25	19.0	76	74
		0.50	0.43	87		2.5	1.60	64		25	15.1	60	
		0.50	0.33	67		2.5	2.09	84		25	15.0	60	
		0.50	0.34	69		2.5	1.56	62		25	20.9	84	
		0.50	0.39	79		2.5	2.29	91		25	18.2	73	
		0.50	0.38	75		2.5	1.63	65		25	20.3	81	
		0.50	0.41	83		2.5	1.81	72		25	20.5	82	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.42	84	83	2.5	2.30	92	75	25	15.1	61	66

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.42	84		2.5	1.97	79		25	19.4	78	
		0.50	0.42	83		2.5	1.92	77		25	15.1	60	
		0.50	0.33	66		2.5	1.58	63		25	14.8	59	
		0.50	0.45	90		2.5	2.27	91		25	18.7	75	
		0.50	0.44	88		2.5	1.53	61		25	15.2	61	
		0.50	0.43	86		2.5	1.54	61		25	17.2	69	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.40	80	78	2.5	2.01	80	78	25	14.8	59	69
		0.50	0.41	81		2.5	1.91	77		25	15.6	62	
		0.50	0.40	79		2.5	2.33	93		25	17.2	69	
		0.50	0.41	82		2.5	1.72	69		25	14.9	59	
		0.50	0.38	77		2.5	2.29	91		25	21.0	84	
		0.50	0.33	67		2.5	1.69	68		25	18.9	76	
		0.50	0.40	80		2.5	1.67	67		25	19.0	76	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.41	83	75	2.5	2.10	84	70	25	19.3	77	71
		0.50	0.34	68		2.5	1.89	76		25	19.1	76	
		0.50	0.35	70		2.5	1.54	62		25	18.3	73	
		0.50	0.34	68		2.5	1.63	65		25	18.0	72	
		0.50	0.36	73		2.5	1.99	80		25	16.0	64	
		0.50	0.39	78		2.5	1.46	58		25	17.2	69	
		0.50	0.42	84		2.5	1.68	67		25	16.1	65	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.37	73	74	2.5	1.91	76	76	25	19.5	78	72
		0.50	0.36	71		2.5	1.56	62		25	18.1	73	
		0.50	0.37	74		2.5	1.73	69		25	18.1	73	
		0.50	0.35	71		2.5	2.22	89		25	15.1	60	
		0.50	0.37	75		2.5	1.95	78		25	17.5	70	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
17	O ₈ CDD	0.50	0.33	66	51	2.5	1.91	77	54	25	18.5	74	61
		0.50	0.43	86		2.5	2.02	81		25	19.0	76	
		1.0	0.48	48		5.0	3.28	66		50	32.7	65	
		1.0	0.54	54		5.0	2.43	49		50	27.6	55	
		1.0	0.59	59		5.0	2.81	56		50	33.5	67	
		1.0	0.43	43		5.0	2.38	48		50	25.1	50	
		1.0	0.52	52		5.0	2.63	53		50	34.3	69	
		1.0	0.50	50		5.0	2.69	54		50	25.4	51	
		1.0	0.51	51		5.0	2.82	56		50	33.2	66	
		1.0	0.79	79		5.0	3.82	76		50	38.0	76	
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	0.84	83	78	5.0	3.53	70	73	50	35.6	71	75
		1.0	0.74	74		5.0	3.76	75		50	36.5	73	
		1.0	0.74	74		5.0	3.32	66		50	36.4	73	
		1.0	0.78	78		5.0	4.19	84		50	37.9	76	
		1.0	0.82	81		5.0	3.30	66		50	38.6	77	
		1.0	0.80	80		5.0	3.52	70		50	38.3	77	

表 1-60 实验室 5 海水加标正确度测试数据

验证单位：浙江省宁波生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.11	110	98	0.50	0.49	99	94	5.0	4.56	91	96
		0.10	0.11	105		0.50	0.50	100		5.0	4.99	100	
		0.10	0.09	89		0.50	0.43	85		5.0	4.75	95	
		0.10	0.09	88		0.50	0.47	94		5.0	4.64	93	
		0.10	0.09	91		0.50	0.50	100		5.0	5.09	102	
		0.10	0.11	110		0.50	0.46	92		5.0	4.44	89	
		0.10	0.09	94		0.50	0.43	87		5.0	5.15	103	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.48	96	97	2.5	1.90	76	79	25	19.4	77	91
		0.50	0.48	97		2.5	1.93	77		25	21.8	87	
		0.50	0.51	101		2.5	1.95	78		25	19.2	77	
		0.50	0.48	95		2.5	2.02	81		25	17.1	68	
		0.50	0.44	89		2.5	2.00	80		25	27.9	112	
		0.50	0.52	104		2.5	2.02	81		25	25.2	101	
		0.50	0.48	95		2.5	2.01	81		25	29.3	117	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.52	104	109	2.5	2.78	111	94	25	25.6	102	94
		0.50	0.52	105		2.5	2.24	90		25	24.6	98	
		0.50	0.57	115		2.5	2.34	94		25	20.6	82	
		0.50	0.52	105		2.5	2.35	94		25	21.7	87	
		0.50	0.57	115		2.5	2.16	86		25	20.7	83	
		0.50	0.57	115		2.5	2.43	97		25	24.3	97	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.52	104		2.5	2.15	86		25	26.4	105	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.48	96	101	2.5	2.11	84	94	25	21.5	86	88
		0.50	0.47	93		2.5	2.15	86		25	18.1	72	
		0.50	0.48	97		2.5	2.40	96		25	28.5	114	
		0.50	0.57	115		2.5	2.84	113		25	25.4	102	
		0.50	0.54	107		2.5	2.53	101		25	19.7	79	
		0.50	0.46	91		2.5	2.27	91		25	21.3	85	
		0.50	0.55	109		2.5	2.19	88		25	19.3	77	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.53	105	105	2.5	2.70	108	99	25	23.0	92	94
		0.50	0.47	94		2.5	2.04	82		25	21.9	87	
		0.50	0.59	118		2.5	2.86	114		25	19.2	77	
		0.50	0.54	108		2.5	2.76	110		25	26.6	106	
		0.50	0.56	111		2.5	1.93	77		25	26.2	105	
		0.50	0.48	96		2.5	2.51	101		25	24.6	98	
		0.50	0.53	106		2.5	2.46	98		25	23.3	93	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.46	91	99	2.5	2.24	89	91	25	23.6	94	98
		0.50	0.51	103		2.5	2.09	83		25	25.9	103	
		0.50	0.47	95		2.5	2.70	108		25	22.2	89	
		0.50	0.51	101		2.5	1.95	78		25	27.4	109	
		0.50	0.47	94		2.5	2.72	109		25	23.6	94	
		0.50	0.47	93		2.5	2.25	90		25	19.7	79	
		0.50	0.56	112		2.5	2.04	82		25	28.4	114	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.56	112	105	2.5	2.91	116	108	25	22.9	92	99
		0.50	0.55	109		2.5	2.82	113		25	27.1	109	
		0.50	0.51	101		2.5	2.77	111		25	21.7	87	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.48	95		2.5	2.94	118		25	28.1	113	
		0.50	0.46	92		2.5	2.83	113		25	23.3	93	
		0.50	0.58	115		2.5	2.10	84		25	24.3	97	
		0.50	0.56	113		2.5	2.44	98		25	26.5	106	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.54	108	105	2.5	2.90	116	96	25	28.3	113	96
		0.50	0.53	106		2.5	2.12	85		25	19.1	76	
		0.50	0.50	99		2.5	2.85	114		25	26.5	106	
		0.50	0.56	113		2.5	2.52	101		25	19.8	79	
		0.50	0.47	94		2.5	2.08	83		25	22.1	88	
		0.50	0.52	104		2.5	1.97	79		25	28.0	112	
		0.50	0.56	113		2.5	2.32	93		25	24.7	99	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.47	93	102	2.5	2.39	95	100	25	23.9	96	91
		0.50	0.50	99		2.5	2.60	104		25	20.5	82	
		0.50	0.50	100		2.5	2.54	102		25	21.9	88	
		0.50	0.50	100		2.5	2.79	112		25	26.8	107	
		0.50	0.48	97		2.5	2.35	94		25	21.2	85	
		0.50	0.56	112		2.5	2.50	100		25	19.5	78	
		0.50	0.55	110		2.5	2.29	92		25	24.9	100	
10	O ₈ CDF	1.0	0.81	81	74	5.0	3.38	68	73	50	39.6	79	86
		1.0	0.76	76		5.0	3.87	77		50	42.2	84	
		1.0	0.59	59		5.0	3.78	76		50	38.5	77	
		1.0	0.74	74		5.0	3.88	78		50	46.8	94	
		1.0	0.66	66		5.0	3.19	64		50	43.8	88	
		1.0	0.80	80		5.0	3.81	76		50	47.1	94	
		1.0	0.80	80		5.0	3.56	71		50	42.5	85	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.08	76	89	0.50	0.45	89	92	5.0	4.4	88	94
		0.10	0.10	97		0.50	0.49	97		5.0	4.5	90	
		0.10	0.09	90		0.50	0.48	95		5.0	4.6	93	
		0.10	0.09	88		0.50	0.41	81		5.0	5.1	101	
		0.10	0.09	90		0.50	0.52	104		5.0	4.7	94	
		0.10	0.10	99		0.50	0.46	91		5.0	4.8	95	
		0.10	0.08	81		0.50	0.45	90		5.0	4.7	94	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.51	102	98	2.5	2.36	94	100	25	23.8	95	91
		0.50	0.51	101		2.5	2.43	97		25	24.9	100	
		0.50	0.46	91		2.5	2.82	113		25	26.4	106	
		0.50	0.46	91		2.5	2.65	106		25	25.9	104	
		0.50	0.45	90		2.5	2.59	103		25	20.8	83	
		0.50	0.49	98		2.5	2.46	98		25	19.4	77	
		0.50	0.56	111		2.5	2.28	91		25	19.0	76	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.45	91	94	2.5	2.20	88	97	25	22.2	89	88
		0.50	0.43	86		2.5	2.45	98		25	26.5	106	
		0.50	0.42	85		2.5	2.15	86		25	21.7	87	
		0.50	0.48	96		2.5	2.19	88		25	19.4	77	
		0.50	0.52	104		2.5	2.90	116		25	23.4	93	
		0.50	0.46	91		2.5	2.34	93		25	19.4	78	
		0.50	0.53	107		2.5	2.78	111		25	22.3	89	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.55	109	104	2.5	2.71	108	92	25	23.9	96	92
		0.50	0.54	109		2.5	2.83	113		25	23.3	93	
		0.50	0.52	103		2.5	2.18	87		25	25.4	101	
		0.50	0.51	101		2.5	2.00	80		25	24.3	97	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.49	98		2.5	2.27	91		25	21.4	85	
		0.50	0.57	114		2.5	2.13	85		25	22.5	90	
		0.50	0.48	97		2.5	2.06	82		25	19.6	78	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.45	91	97	2.5	2.25	90	95	25	24.4	98	90
		0.50	0.48	96		2.5	2.21	88		25	24.4	98	
		0.50	0.50	101		2.5	2.21	88		25	20.2	81	
		0.50	0.48	97		2.5	2.18	87		25	22.0	88	
		0.50	0.46	92		2.5	2.79	112		25	21.5	86	
		0.50	0.47	94		2.5	2.23	89		25	22.5	90	
		0.50	0.53	105		2.5	2.77	111		25	22.9	92	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.49	98	98	2.5	2.39	95	98	25	22.4	90	90
		0.50	0.47	94		2.5	2.43	97		25	25.9	104	
		0.50	0.46	91		2.5	2.25	90		25	20.6	82	
		0.50	0.47	94		2.5	2.82	113		25	21.0	84	
		0.50	0.56	112		2.5	2.51	100		25	17.1	68	
		0.50	0.43	86		2.5	2.53	101		25	23.8	95	
		0.50	0.56	111		2.5	2.31	92		25	26.0	104	
17	O ₈ CDD	1.0	0.60	60	67	5.0	3.84	77	79	50	39.1	78	86
		1.0	0.79	79		5.0	3.68	74		50	43.7	87	
		1.0	0.74	74		5.0	3.86	77		50	43.2	86	
		1.0	0.62	62		5.0	4.23	85		50	43.8	88	
		1.0	0.64	64		5.0	3.75	75		50	45.1	90	
		1.0	0.73	73		5.0	4.07	81		50	45.3	91	
		1.0	0.60	60		5.0	4.19	84		50	41.6	83	
18	PCDD/Fs	1.0	0.99	99	101	5.0	4.95	99	96	50	47.5	95	93

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
	(pg TEQ/L)	1.0	1.01	101		5.0	4.71	94		50	48.3	96	
		1.0	1.00	100		5.0	5.00	100		50	46.2	92	
		1.0	0.98	98		5.0	4.83	96		50	48.2	96	
		1.0	1.00	100		5.0	4.91	98		50	43.9	88	
		1.0	1.03	103		5.0	4.71	94		50	44.5	89	
		1.0	1.04	104		5.0	4.56	91		50	46.4	93	

表 1-61 实验室 6 海水加标正确度测试数据

验证单位：_____浙江大学_____

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	0.11	113	105	0.50	0.52	103	101	5.0	5.56	111	105
		0.10	0.10	102		0.50	0.47	94		5.0	4.84	97	
		0.10	0.10	102		0.50	0.50	100		5.0	5.45	109	
		0.10	0.10	100		0.50	0.49	99		5.0	5.66	113	
		0.10	0.12	118		0.50	0.55	111		5.0	4.44	89	
		0.10	0.09	92		0.50	0.50	99		5.0	5.00	100	
		0.10	0.11	109		0.50	0.52	103		5.0	5.62	112	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.52	104	101	2.5	2.23	89	90	25	23.3	93	106
		0.50	0.51	101		2.5	2.18	87		25	30.5	122	
		0.50	0.55	110		2.5	2.23	89		25	21.3	85	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.51	103		2.5	2.25	90		25	30.2	121	
		0.50	0.54	109		2.5	2.29	91		25	28.9	116	
		0.50	0.45	90		2.5	2.30	92		25	21.9	87	
		0.50	0.44	88		2.5	2.30	92		25	29.1	116	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	0.66	131	124	2.5	2.96	118	103	25	18.6	74	96
		0.50	0.57	113		2.5	2.87	115		25	23.3	93	
		0.50	0.64	128		2.5	2.23	89		25	27.2	109	
		0.50	0.53	105		2.5	2.85	114		25	23.0	92	
		0.50	0.63	127		2.5	2.33	93		25	24.2	97	
		0.50	0.67	133		2.5	2.50	100		25	27.4	110	
		0.50	0.66	131		2.5	2.27	91		25	25.1	100	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.51	101	110	2.5	2.46	98	104	25	29.7	119	110
		0.50	0.55	110		2.5	2.62	105		25	20.1	81	
		0.50	0.52	105		2.5	2.30	92		25	26.7	107	
		0.50	0.56	112		2.5	2.67	107		25	29.5	118	
		0.50	0.58	117		2.5	2.66	106		25	25.1	101	
		0.50	0.60	121		2.5	2.68	107		25	28.4	114	
		0.50	0.54	107		2.5	2.85	114		25	32.8	131	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.51	101	118	2.5	3.03	121	116	25	26.9	107	100
		0.50	0.51	101		2.5	3.22	129		25	22.3	89	
		0.50	0.62	125		2.5	2.37	95		25	24.9	100	
		0.50	0.66	132		2.5	2.89	115		25	26.8	107	
		0.50	0.66	131		2.5	2.79	112		25	26.4	105	
		0.50	0.55	110		2.5	3.26	131		25	25.6	102	
		0.50	0.63	127		2.5	2.72	109		25	21.8	87	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	0.53	105	112	2.5	2.78	111	117	25	26.0	104	106
		0.50	0.61	121		2.5	2.81	112		25	21.3	85	
		0.50	0.57	113		2.5	2.60	104		25	28.3	113	
		0.50	0.57	113		2.5	3.17	127		25	31.6	127	
		0.50	0.51	101		2.5	3.25	130		25	29.3	117	
		0.50	0.62	123		2.5	2.78	111		25	24.7	99	
		0.50	0.55	110		2.5	3.01	121		25	24.6	98	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	0.59	118	112	2.5	2.95	118	109	25	24.5	98	103
		0.50	0.55	110		2.5	3.01	120		25	28.4	113	
		0.50	0.55	110		2.5	2.42	97		25	22.0	88	
		0.50	0.56	112		2.5	2.49	100		25	27.6	110	
		0.50	0.54	108		2.5	3.26	130		25	27.7	111	
		0.50	0.55	109		2.5	2.41	96		25	22.5	90	
		0.50	0.57	114		2.5	2.49	99		25	27.0	108	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	0.60	120	119	2.5	3.12	125	109	25	28.8	115	98
		0.50	0.54	107		2.5	3.01	120		25	22.3	89	
		0.50	0.59	117		2.5	2.41	97		25	22.2	89	
		0.50	0.58	117		2.5	2.16	86		25	28.2	113	
		0.50	0.63	125		2.5	3.20	128		25	22.5	90	
		0.50	0.57	114		2.5	2.62	105		25	23.9	96	
		0.50	0.67	133		2.5	2.47	99		25	23.2	93	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	0.52	105	109	2.5	2.14	86	102	25	24.9	100	99
		0.50	0.58	117		2.5	2.51	100		25	21.6	86	
		0.50	0.56	112		2.5	2.94	117		25	26.0	104	
		0.50	0.54	108		2.5	2.23	89		25	28.0	112	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.52	103		2.5	2.72	109		25	21.9	88	
		0.50	0.56	112		2.5	2.85	114		25	25.0	100	
		0.50	0.51	103		2.5	2.53	101		25	26.5	106	
10	O ₈ CDF	1.0	0.72	72	66	5.0	3.03	61	67	50	29.5	59	61
		1.0	0.61	61		5.0	3.23	65		50	28.3	57	
		1.0	0.65	65		5.0	3.57	71		50	34.2	68	
		1.0	0.64	64		5.0	3.81	76		50	29.0	58	
		1.0	0.63	63		5.0	3.39	68		50	31.3	63	
		1.0	0.73	73		5.0	3.00	60		50	28.5	57	
		1.0	0.68	68		5.0	3.44	69		50	34.3	69	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	0.12	120	105	0.50	0.58	115	111	5.0	5.3	106	113
		0.10	0.09	90		0.50	0.50	101		5.0	5.6	112	
		0.10	0.11	110		0.50	0.58	115		5.0	5.3	105	
		0.10	0.09	94		0.50	0.57	114		5.0	6.2	123	
		0.10	0.11	106		0.50	0.60	121		5.0	5.6	112	
		0.10	0.11	113		0.50	0.49	97		5.0	5.7	114	
		0.10	0.10	104		0.50	0.55	110		5.0	5.9	119	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	0.49	98	108	2.5	2.22	89	105	25	23.2	93	102
		0.50	0.58	117		2.5	2.53	101		25	28.7	115	
		0.50	0.51	102		2.5	2.69	108		25	27.1	109	
		0.50	0.51	101		2.5	3.06	123		25	28.3	113	
		0.50	0.55	110		2.5	3.19	127		25	23.6	95	
		0.50	0.60	120		2.5	2.35	94		25	25.9	103	
		0.50	0.55	110		2.5	2.38	95		25	21.9	88	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.60	120	107	2.5	3.35	134	121	25	25.7	103	103

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.66	132		2.5	2.93	117		25	27.9	112	
		0.50	0.53	107		2.5	2.95	118		25	25.0	100	
		0.50	0.48	96		2.5	2.53	101		25	24.9	100	
		0.50	0.52	105		2.5	3.04	122		25	25.6	103	
		0.50	0.45	91		2.5	3.04	121		25	25.9	104	
		0.50	0.48	97		2.5	3.34	134		25	25.6	102	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	0.50	100	114	2.5	3.19	128	111	25	28.4	114	110
		0.50	0.58	115		2.5	2.83	113		25	29.6	119	
		0.50	0.61	122		2.5	2.69	108		25	22.8	91	
		0.50	0.60	120		2.5	2.73	109		25	25.6	102	
		0.50	0.50	101		2.5	2.62	105		25	29.8	119	
		0.50	0.61	122		2.5	3.05	122		25	28.1	112	
		0.50	0.59	118		2.5	2.28	91		25	27.6	110	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	0.67	134	115	2.5	2.74	110	110	25	27.7	111	106
		0.50	0.58	115		2.5	2.74	110		25	26.9	108	
		0.50	0.56	112		2.5	2.50	100		25	23.2	93	
		0.50	0.51	103		2.5	2.46	98		25	29.9	120	
		0.50	0.55	109		2.5	2.99	120		25	28.3	113	
		0.50	0.65	130		2.5	2.80	112		25	26.9	108	
		0.50	0.52	103		2.5	3.09	124		25	22.3	89	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	0.52	105	110	2.5	3.20	128	107	25	30.2	121	115
		0.50	0.53	105		2.5	3.09	123		25	28.2	113	
		0.50	0.55	111		2.5	2.26	90		25	25.3	101	
		0.50	0.50	99		2.5	2.31	92		25	29.7	119	
		0.50	0.52	105		2.5	2.56	103		25	30.4	122	

序号	化合物简称	低浓度				中浓度				高浓度			
		加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值	加标浓度	测定结果	回收率	平均值
		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)		(pg/L)		(%)	
		0.50	0.64	128		2.5	2.98	119		25	28.2	113	
		0.50	0.57	113		2.5	2.31	93		25	29.8	119	
17	O ₈ CDD	1.0	0.56	56	65	5.0	2.74	55	70	50	32.0	64	63
		1.0	0.77	77		5.0	3.97	79		50	34.8	70	
		1.0	0.60	60		5.0	4.03	81		50	31.0	62	
		1.0	0.68	68		5.0	3.54	71		50	26.5	53	
		1.0	0.63	63		5.0	3.26	65		50	27.0	54	
		1.0	0.63	63		5.0	3.27	65		50	35.1	70	
		1.0	0.66	66		5.0	3.86	77		50	34.5	69	
		1.0	1.14	114	113	5.0	5.5	109	107	50	47.7	95	103
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	1.12	112		5.0	5.5	109		50	52.0	104	
		1.0	1.14	113		5.0	5.1	101		50	52.1	104	
		1.0	1.06	105		5.0	5.7	113		50	54.4	109	
		1.0	1.14	114		5.0	5.7	113		50	51.4	103	
		1.0	1.20	120		5.0	5.2	103		50	53.0	106	
		1.0	1.15	114		5.0	5.1	102		50	50.5	101	

1.5 其他需要说明的问题

由于同位素稀释法的质控要求，需要对提取内标回收率范围进行统计。测试结果见表 1-62～表 1-89。

表 1-62 实验室 1 空白加标提取内标回收率

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	86	92	88	79	84	41	92	79	70	62	76	75	69	71	76	80	75	76	78	70	77
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₃ CDF	77	86	76	73	75	38	79	72	63	58	71	68	62	62	65	68	65	68	71	61	67
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₃ CDF	77	85	75	74	71	36	79	72	65	59	69	67	60	62	67	70	65	68	72	62	67
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	119	121	109	105	119	57	127	90	77	71	86	84	75	81	84	94	81	84	89	79	82
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	116	129	118	115	129	61	127	87	77	69	87	81	74	77	82	91	81	83	86	77	83
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	119	123	107	103	112	56	121	92	79	72	87	83	75	82	85	92	82	84	89	78	85
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	100	100	91	86	86	46	97	95	79	73	92	84	79	82	84	95	82	86	90	80	86
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	101	111	101	100	103	50	109	83	71	66	82	77	71	73	75	80	72	74	79	70	75
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	67	94	83	76	77	41	86	85	71	65	80	73	69	68	74	78	68	71	72	67	70
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	85	92	82	76	81	41	87	91	80	73	91	87	79	84	90	90	86	86	91	80	88
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₃ CDD	67	82	76	69	69	36	78	84	74	70	80	79	74	75	76	80	74	76	84	70	74
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	127	115	101	101	106	52	112	100	88	78	98	90	85	89	92	102	89	89	99	85	94
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	90	127	110	113	113	59	120	102	89	84	100	95	85	90	96	102	92	93	101	90	97
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	87	99	90	86	91	43	89	90	80	72	90	79	80	76	83	88	74	80	79	73	79
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	57	86	79	70	70	38	75	83	68	67	81	69	76	66	67	69	61	67	68	60	64

表 1-63 实验室 2 空白加标提取内标回收率

验证单位：浙江省台州生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	86	82	117	111	119	113	116	107	108	111	104	110	111	118	107	107	108	116	107	109	117
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	76	71	119	112	118	115	117	112	109	114	107	111	119	119	111	105	111	117	116	115	114
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	74	67	119	117	123	124	119	114	115	116	110	114	120	124	116	111	112	124	113	116	121
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	116	111	110	108	106	109	110	99	97	102	93	100	106	100	99	100	101	105	100	101	104
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	124	124	121	113	113	120	116	108	103	113	101	112	119	111	107	113	112	114	108	112	113
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	115	112	119	113	115	115	121	107	106	113	104	109	114	108	109	113	108	113	113	110	110
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	86	87	121	122	120	121	122	113	110	115	105	113	120	112	114	113	108	117	114	118	114
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	107	97	121	119	118	123	123	114	111	118	107	113	119	116	115	115	110	119	117	116	116
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	79	69	127	125	122	126	126	122	114	122	113	118	125	121	118	122	115	123	121	118	120
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	84	77	115	108	116	113	111	109	104	109	102	107	111	114	109	102	104	114	106	107	111
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	71	62	119	116	121	122	117	114	110	111	107	113	121	122	114	110	106	120	113	112	116
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	103	100	110	105	104	106	111	101	97	100	92	99	107	99	98	99	98	105	102	100	104
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	116	123	117	119	120	118	120	113	108	114	104	112	115	116	111	113	112	113	114	114	117
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	93	83	124	123	124	122	125	118	109	118	111	112	120	117	116	121	111	119	116	116	119
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	75	58	126	127	124	130	129	115	112	120	114	116	120	120	113	115	109	124	117	113	119

表 1-64 实验室 3 空白加标提取内标回收率

验证单位：湖北省生态环境监测中心站

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	113	79	77	82	85	82	79	80	75	83	77	82	84	83	83	78	81	87	83	81	87
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	116	71	64	72	70	70	66	68	61	68	69	67	70	70	70	68	68	74	68	68	74
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	120	68	65	69	68	68	64	67	61	68	69	66	68	69	69	66	65	72	66	66	72
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	104	97	93	104	104	102	97	99	92	102	93	100	99	105	100	95	99	104	100	101	99
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	117	94	95	102	103	101	96	97	93	100	91	97	97	103	98	94	97	101	98	97	97
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	114	96	94	104	103	100	96	99	94	100	94	98	99	102	99	93	98	101	97	98	98
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	115	93	90	99	99	93	91	95	89	95	95	95	97	95	95	89	94	96	94	94	93
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	121	78	76	88	80	81	78	78	74	81	82	79	80	85	79	77	77	83	80	81	80
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	123	70	66	73	69	68	67	71	65	71	74	67	72	74	69	67	65	72	68	69	69
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	109	105	100	111	105	107	102	100	95	104	97	100	104	102	100	98	99	104	101	98	98
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	119	86	79	84	80	83	77	79	74	78	82	80	83	82	80	79	79	87	78	77	88
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	106	117	109	119	124	121	113	112	106	118	108	114	114	118	115	107	111	119	114	110	112
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	117	116	110	118	126	119	113	118	109	118	109	115	118	121	116	109	112	122	116	114	112
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	118	84	84	88	81	86	82	84	77	85	91	81	85	87	82	77	81	87	84	84	81
15	¹³ C ₁₂ -O ₈ CDD	119	69	62	69	65	63	59	64	58	61	74	62	60	66	61	58	58	65	61	60	60

表 1-65 实验室 4 空白加标提取内标回收率

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	86	88	106	118	89	90	88	107	102	108	101	107	89	111	81	103	97	114	112	106	114
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	71	111	103	119	101	84	81	104	106	100	111	112	98	107	68	93	80	102	115	106	111
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	69	84	95	106	85	99	83	95	97	98	93	91	58	94	65	93	96	108	97	96	100
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	104	83	93	117	87	113	97	103	102	118	97	105	61	108	99	100	108	127	105	109	107
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	102	93	106	122	93	95	106	108	105	115	106	109	59	112	97	98	112	107	106	121	120
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	101	85	107	109	88	80	93	102	104	105	95	101	69	103	98	94	110	110	103	104	107
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	98	118	114	126	112	91	97	112	124	116	118	124	109	115	94	109	110	122	116	112	117
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	81	127	109	121	117	83	95	111	126	110	115	121	132	114	77	104	114	108	113	101	113
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	71	118	107	125	109	89	76	110	118	108	115	118	124	108	65	108	105	117	108	100	108
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	104	89	88	103	84	105	88	78	92	100	91	101	69	87	99	80	93	87	81	86	87
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	83	93	110	111	89	107	85	89	97	108	98	113	76	102	79	89	113	97	85	91	99
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	117	104	117	121	98	94	105	99	106	114	97	117	81	97	111	91	93	108	91	86	101
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	116	103	114	123	99	98	108	110	109	111	103	124	84	106	112	98	113	107	87	91	97
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	85	94	124	126	101	98	96	111	121	125	115	137	96	119	81	101	130	117	108	117	103
15	¹³ C ₁₂ -O ₈ CDD	65	73	97	101	84	79	80	98	106	109	103	117	76	87	58	84	91	82	88	89	124

表 1-66 实验室 5 空白加标提取内标回收率

验证单位：浙江省宁波生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	86	94	42	83	83	109	111	111	108	110	104	105	110	112	109	104	107	112	107	108	114
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	78	84	36	68	76	104	118	104	107	109	102	99	105	105	104	98	104	111	107	102	107
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	80	86	39	74	79	109	119	101	109	106	100	100	105	109	103	102	106	114	107	105	108
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	94	98	47	107	91	101	99	106	98	105	97	104	108	105	107	100	102	107	104	104	105
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	100	107	50	108	105	110	111	114	106	113	105	110	115	114	116	108	114	115	112	113	114
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	89	95	43	82	90	107	107	112	105	113	104	110	115	115	116	109	111	115	109	108	112
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	92	98	46	105	93	107	109	107	105	111	101	104	108	112	107	105	109	110	108	105	107
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	91	96	44	96	94	100	113	99	92	100	96	100	100	103	101	98	101	104	100	100	103
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	76	81	40	74	76	90	121	88	86	88	87	90	91	93	86	87	88	97	91	89	88
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	86	93	41	84	89	108	106	108	107	108	104	101	110	111	108	104	104	111	106	106	108
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	76	85	37	72	79	103	117	100	102	105	99	99	101	106	101	98	103	110	104	101	103
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	93	99	45	110	97	100	99	100	93	100	96	101	101	102	102	97	102	103	98	100	100
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	103	108	52	108	111	107	110	112	102	107	102	107	114	111	110	108	107	117	112	113	111
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	91	90	44	92	97	103	115	98	96	105	97	104	106	103	98	98	104	110	102	102	102
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	76	81	39	78	80	94	120	87	84	89	90	89	89	92	79	86	91	94	91	87	89

表 1-67 实验室 6 空白加标提取内标回收率

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	91	88	86	94	42	83	83	92	89	89	74	82	93	79	82	91	83	83	79	86	77
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	83	81	78	84	36	68	76	85	82	82	71	80	81	77	78	88	78	75	73	83	74
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	89	83	80	86	39	74	79	89	87	87	74	83	90	78	71	92	83	79	82	92	79
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	105	97	94	98	47	107	91	99	89	89	88	87	105	93	102	95	96	95	84	94	89
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	107	106	100	107	50	108	105	104	102	102	96	95	111	96	104	106	98	100	88	107	105
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	94	93	89	95	43	82	90	93	85	85	81	87	93	85	97	90	84	81	74	88	92
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	98	97	92	98	46	105	93	93	91	91	83	85	99	87	95	96	94	94	81	99	95
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	98	95	91	96	44	96	94	97	96	96	85	88	98	91	91	91	89	88	78	90	89
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	79	76	76	81	40	74	76	75	76	76	66	76	82	77	74	78	71	71	66	79	69
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	90	88	86	93	41	84	89	89	86	86	77	83	85	81	85	94	82	78	76	90	77
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	84	85	76	85	37	72	79	86	80	80	72	82	91	78	75	91	77	79	76	85	73
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	99	105	93	99	45	110	97	91	98	98	88	92	105	95	98	99	87	98	84	95	93
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	113	108	103	108	52	108	111	104	95	95	92	93	101	100	97	106	100	101	90	102	97
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	95	96	91	90	44	92	97	89	93	93	83	88	93	90	92	94	84	87	75	90	86
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	80	80	76	81	39	78	80	79	81	81	72	83	90	82	77	82	72	76	63	75	69

表 1-68 实验室 1~3 地表水提取内标回收率

序号	提取内标	实验室 1 (%)						实验室 2 (%)						实验室 3 (%)					
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	98	92	111	78	99	108	74	107	98	81	113	98	98	107	110	89	113	127
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	100	100	119	84	103	112	79	107	100	82	116	100	100	103	132	70	115	140
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	104	102	116	88	105	113	78	111	102	84	115	104	104	83	89	68	89	90
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	93	89	105	73	91	102	72	102	89	78	103	93	93	83	94	71	90	95
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	97	91	112	76	95	105	76	106	101	84	112	97	97	103	120	88	114	111
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	95	92	114	80	99	111	79	112	101	86	115	95	95	111	121	85	110	100
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	100	97	121	84	101	116	81	106	101	91	112	100	100	114	126	100	120	130
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	91	93	116	79	97	109	83	101	97	81	109	91	91	124	131	104	128	128
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	87	102	126	86	105	112	79	103	98	78	112	87	87	114	133	93	130	123
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	99	93	110	81	100	106	74	105	98	78	109	99	99	81	88	69	94	90
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	102	103	123	86	105	115	80	110	103	91	114	102	102	84	92	77	98	95
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	86	89	109	72	93	103	73	101	92	73	106	86	86	92	101	89	114	111
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	97	94	111	76	96	109	82	107	99	86	105	97	97	108	110	102	122	117
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	91	101	126	84	105	114	81	104	97	81	108	91	91	109	134	95	110	106
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	76	102	131	85	103	110	78	85	88	69	102	76	76	107	126	97	123	117

表 1-69 实验室 4~6 地表水提取内标回收率

序号	提取内标	实验室 4 (%)						实验室 5 (%)						实验室 6 (%)					
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	74	107	114	66	73	90	64	79	98	96	41	67	79	101	98	91	104	95
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	79	107	95	70	59	67	86	75	93	104	49	57	76	115	99	97	96	107
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	78	111	82	70	85	88	60	68	101	93	63	65	95	111	92	89	82	120
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	72	102	105	55	57	77	75	86	110	81	52	61	69	120	94	92	80	93
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	76	106	103	80	71	68	85	84	96	90	59	62	81	110	92	82	72	106
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	79	112	106	53	61	87	88	88	101	94	69	68	67	113	90	105	82	97
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	81	106	87	50	46	83	83	89	96	88	42	58	96	106	97	100	97	99
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	83	101	107	47	80	73	70	80	98	101	52	63	91	104	79	80	82	105
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	79	103	118	72	71	79	63	86	103	103	61	68	92	110	103	86	71	109
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	74	105	119	72	56	79	86	67	100	99	58	57	77	105	86	79	86	104
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	80	110	105	69	72	76	79	89	109	89	48	60	88	118	97	90	101	101
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	73	101	91	54	66	50	66	85	91	82	54	70	82	99	78	86	97	85
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	82	107	97	49	59	78	90	80	98	82	40	58	81	101	80	88	77	116
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	81	104	104	60	84	100	60	80	108	86	69	56	74	112	96	90	79	118
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	78	85	113	52	68	95	70	84	102	85	58	67	88	110	88	102	87	105

表 1-70 实验室 1~3 工业废水提取内标回收率

序号	提取内标	实验室 1 (%)						实验室 2 (%)						实验室 3 (%)					
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	93	75	95	57	123	35	73	49	100	75	96	55	102	34	90	97	75	95
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	88	69	91	50	115	31	62	50	95	66	92	51	93	35	80	86	64	83
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₃ CDF	86	68	88	50	117	31	57	52	99	71	97	53	100	37	79	87	63	85
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	103	88	99	60	124	45	103	53	104	77	101	58	109	40	99	96	72	92
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	106	89	101	64	114	47	104	55	107	79	101	56	110	39	101	102	75	96
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	101	88	108	68	109	46	96	54	105	77	103	55	102	39	92	103	78	98
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	87	76	95	58	141	41	72	55	104	74	102	54	105	34	94	93	69	87
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	82	68	91	51	120	38	68	54	107	79	94	53	94	34	83	90	67	93
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	66	56	78	44	118	34	45	54	96	71	85	46	79	32	71	84	60	82
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	93	73	93	53	116	35	72	48	96	72	96	53	93	34	90	94	72	89
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₃ CDD	82	67	90	46	116	30	58	51	96	66	90	48	95	37	76	87	65	83
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	97	78	105	66	127	43	92	52	105	76	102	54	104	32	92	97	76	100
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	103	84	106	64	117	45	94	54	109	77	105	55	105	41	97	98	79	100
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	74	61	82	46	118	34	55	55	103	76	93	47	87	35	74	97	68	95
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	48	42	65	31	87	26	30	53	92	65	74	36	65	25	54	86	61	92

表 1-71 实验室 4~6 工业废水提取内标回收率

序号	提取内标	实验室 4 (%)						实验室 5 (%)						实验室 6 (%)					
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	56	104	35	84	49	82	70	82	81	80	66	98	88	54	68	74	106	98
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	48	92	31	75	50	91	91	59	77	73	68	95	75	68	63	81	101	73
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₃ CDF	48	89	31	72	52	85	70	56	54	65	90	105	75	49	70	83	107	83
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	54	104	38	89	53	84	89	66	65	81	90	90	91	70	67	83	111	71
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	58	104	39	90	55	94	73	45	58	64	75	95	88	65	58	92	105	96
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	60	115	41	95	54	91	79	82	91	63	89	102	95	35	60	88	105	79
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	53	104	39	82	55	73	92	79	70	67	86	94	89	65	58	92	99	96
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	52	100	35	78	54	92	89	57	95	64	65	110	88	51	66	96	98	96
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	49	90	34	73	54	88	82	76	89	89	74	97	87	62	66	96	118	71
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	54	103	33	81	48	85	94	75	94	61	68	105	94	64	66	91	100	88
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₃ CDD	46	94	32	69	51	76	89	75	59	89	85	98	83	61	69	74	107	92
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	57	105	38	85	52	75	89	78	71	78	80	106	93	47	62	66	99	71
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	57	113	43	93	54	75	91	72	91	75	71	107	81	68	57	77	119	94
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	53	100	39	83	55	87	74	59	49	89	78	91	96	61	65	70	119	91
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	45	88	32	67	53	70	72	57	78	87	85	93	104	45	69	67	107	96

表 1-72 实验室 1 地表水加标提取内标回收率

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	55	61	86	58	94	103	94	78	87	105	57	89	87	97	60	80	78	90	83	90	90
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	49	52	73	46	96	102	95	75	90	109	65	95	88	98	64	89	85	90	85	92	94
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	49	45	61	42	95	103	95	77	92	112	68	97	89	99	64	90	88	96	86	96	95
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	62	87	116	77	86	102	88	71	84	97	66	92	84	97	62	85	82	90	81	85	86
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	59	82	106	76	82	98	85	71	82	95	65	88	82	95	61	84	80	88	79	83	84
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	63	80	102	72	88	103	93	75	88	102	69	94	88	100	65	89	86	94	84	85	89
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	5	79	88	64	79	90	81	65	77	90	63	89	85	108	61	85	79	88	81	74	85
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	32	73	94	49	80	89	84	67	74	93	73	94	82	98	62	91	83	88	81	79	82
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	33	72	88	53	82	93	84	69	79	100	84	106	98	111	71	101	92	102	92	89	95
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	79	100	108	108	110	121	111	86	102	118	63	99	95	107	68	91	88	100	91	99	99
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	72	55	72	60	106	111	105	82	100	120	71	104	96	108	69	98	93	105	93	104	105
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	77	84	95	88	90	106	95	77	89	103	70	98	92	104	67	90	86	96	87	92	93
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	73	89	93	89	86	101	90	74	88	104	70	93	87	99	63	89	84	94	85	88	89
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	45	75	87	54	81	94	85	67	78	95	76	95	87	100	64	93	85	93	84	84	88
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	36	55	70	60	65	82	67	56	61	84	84	92	82	100	64	99	85	83	77	69	77

表 1-73 实验室 2 地表水加标提取内标回收率

验证单位：浙江省台州生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	93	90	80	73	95	80	97	89	78	87	91	81	83	80	78	70	85	87	90	88	87
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₃ CDF	94	91	66	69	98	66	98	94	78	101	86	94	80	78	83	70	86	92	93	91	88
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₃ CDF	95	92	49	67	100	49	98	91	76	86	70	79	80	78	80	62	80	92	92	92	87
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	79	79	71	71	80	71	77	84	82	86	100	91	77	76	77	75	95	83	93	80	92
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	76	76	68	69	77	68	75	79	81	82	89	85	75	73	75	71	90	80	87	79	86
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	87	83	74	83	84	74	82	82	84	85	90	84	98	79	80	70	93	85	88	82	87
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	83	82	73	65	85	73	83	79	72	76	72	69	70	68	67	58	78	76	76	76	76
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	83	84	71	68	80	71	80	72	76	86	76	62	73	72	67	59	78	81	73	81	74
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	111	112	90	68	101	90	105	92	80	92	77	63	78	79	71	57	81	87	80	88	79
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	91	89	82	81	97	82	96	93	86	91	93	89	92	88	89	79	91	95	98	94	93
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₃ CDD	92	92	51	74	101	51	99	94	78	88	72	82	86	84	89	65	86	97	98	97	90
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	76	75	71	74	81	71	77	75	77	78	82	73	81	75	76	63	86	78	80	79	79
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	73	71	68	69	76	68	73	73	75	76	79	72	77	71	74	64	82	77	78	75	76
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	84	84	78	67	81	78	82	72	73	78	79	59	74	74	65	55	73	77	69	77	70
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	87	89	75	58	77	75	76	71	60	66	66	51	64	65	55	50	63	63	60	64	62

表 1-74 实验室 3 地表水加标提取内标回收率

验证单位：湖北省生态环境监测中心站

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	84	76	85	79	92	92	93	80	74	84	77	84	81	83	80	89	46	83	83	60	94
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	87	79	92	81	84	70	80	65	65	56	72	78	75	73	80	85	60	67	67	60	72
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	86	76	91	69	83	61	69	56	58	51	62	79	77	65	81	86	65	57	57	58	63
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	78	76	83	80	75	70	72	61	59	60	78	72	71	79	69	71	59	84	84	55	76
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	76	73	81	75	73	70	70	60	55	59	74	71	70	75	68	69	59	79	79	51	73
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	80	75	82	77	82	73	74	62	60	64	77	76	76	78	74	74	65	83	83	53	77
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	73	69	72	66	76	69	71	61	57	65	68	76	73	69	71	71	66	76	76	49	74
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	78	74	69	66	76	68	65	58	54	60	59	72	74	58	70	71	59	68	68	44	68
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	82	77	75	65	83	76	75	67	60	70	66	83	81	66	84	82	75	77	77	51	80
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	88	79	87	82	111	96	99	84	76	81	94	105	111	98	93	103	53	96	96	67	99
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	89	78	93	71	96	68	78	61	64	58	73	87	86	73	90	94	73	67	67	63	70
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	75	69	74	69	78	75	73	63	59	65	72	75	74	73	72	72	63	80	80	49	77
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	72	67	72	69	78	73	71	62	56	64	72	72	71	73	72	71	61	78	78	48	76
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	73	68	63	61	80	76	73	65	57	67	64	76	78	65	77	75	68	73	73	46	75
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	60	55	52	52	75	62	61	52	49	54	59	70	73	57	68	62	55	70	70	42	61

表 1-75 实验室 4 地表水加标提取内标回收率

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	97	89	96	41	96	86	86	103	70	86	95	89	113	111	96	104	105	108	99	82	98
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	87	81	103	38	103	78	78	111	59	78	106	95	122	117	104	108	110	116	104	86	106
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	81	75	94	35	98	73	72	107	54	70	101	91	114	112	99	100	104	109	98	80	100
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	108	101	90	55	89	90	91	95	76	93	94	85	106	105	92	93	99	102	94	73	96
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	107	98	95	55	93	89	89	101	75	91	102	87	109	111	98	96	106	108	98	79	103
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	112	100	99	59	95	94	94	100	78	94	101	91	113	112	99	99	104	109	99	78	102
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	111	100	101	58	101	95	94	106	77	94	107	93	117	116	102	105	109	114	104	83	108
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	97	89	107	51	97	83	83	106	67	85	107	96	117	118	104	104	111	115	102	80	107
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	99	90	116	51	109	84	81	119	66	79	118	103	128	127	113	116	121	125	113	88	113
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	111	103	98	48	95	97	99	101	79	93	98	91	113	110	100	99	102	108	97	80	98
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	98	91	104	43	105	86	86	111	63	84	105	99	124	122	106	110	110	118	104	87	103
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	117	106	91	60	90	97	97	96	82	100	95	87	106	105	93	92	99	103	92	73	93
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	120	108	101	61	94	101	98	99	81	99	101	88	112	113	99	100	105	109	99	78	101
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	102	94	112	54	102	85	83	112	68	84	114	104	126	126	110	111	120	123	107	86	112
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	87	78	118	41	107	73	69	117	58	68	126	107	130	135	115	116	125	130	113	89	115

表 1-76 实验室 5 地表水加标提取内标回收率

验证单位：浙江省宁波生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	77	105	53	86	82	80	63	72	70	77	41	89	87	107	94	89	97	95	102	89	76
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	85	107	56	90	83	92	67	78	71	79	53	91	83	95	88	71	89	87	92	78	83
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	88	112	55	95	85	97	67	77	71	79	40	89	83	88	84	65	86	83	83	71	77
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	81	104	53	91	79	84	62	101	88	91	68	94	80	123	104	105	89	91	99	88	86
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	80	101	52	89	77	86	62	99	81	86	59	92	91	121	99	103	85	87	94	83	78
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	86	106	54	94	82	91	65	100	87	91	41	94	79	117	99	94	90	91	94	85	97
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	77	102	52	88	77	81	63	77	72	79	44	86	82	102	92	90	85	83	88	76	85
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	83	103	53	91	73	92	66	97	81	88	69	85	85	95	88	80	83	79	81	74	83
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	90	116	60	103	87	100	73	85	79	87	60	84	83	93	88	87	93	86	88	82	95
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	88	115	59	92	89	91	69	82	83	91	61	101	96	116	105	99	105	106	115	100	91
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	95	120	60	99	93	100	74	81	78	86	53	95	86	95	87	69	90	88	96	67	85
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	84	110	55	96	83	92	68	101	95	96	61	97	92	125	104	101	90	91	95	90	87
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	86	106	55	94	82	90	64	97	90	92	58	93	87	118	99	96	87	88	94	80	81
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	84	107	54	93	80	93	68	88	80	85	54	81	80	91	85	81	86	82	86	78	88
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	80	98	54	92	70	95	64	77	67	74	48	62	60	61	62	59	83	78	80	80	78

表 1-77 实验室 6 地表水加标提取内标回收率

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	70	83	47	49	46	43	43	83	70	82	65	79	89	81	80	92	71	89	73	79	79
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	56	82	51	53	51	48	47	82	67	75	83	75	92	93	88	93	77	88	68	64	79
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	51	81	49	52	50	48	44	74	65	58	70	66	86	87	83	87	74	89	65	54	75
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	74	85	49	51	49	44	48	97	74	90	82	93	100	88	89	106	78	103	100	98	83
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	74	83	46	48	46	45	43	93	72	84	76	86	92	80	81	97	72	94	95	92	79
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	68	80	46	49	47	45	44	91	72	84	61	83	91	81	81	98	74	95	92	86	85
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	62	73	40	42	41	41	40	68	69	64	60	60	73	72	71	76	66	79	74	69	79
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	42	60	36	37	42	41	42	64	59	56	64	58	67	71	69	70	55	73	81	86	77
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	46	56	39	44	47	45	47	68	69	64	65	63	67	69	69	74	56	72	85	87	83
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	110	111	53	55	53	52	51	95	85	94	86	91	100	95	93	105	91	109	89	90	97
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	79	101	53	54	53	53	51	79	75	70	86	68	94	95	93	93	88	96	73	59	90
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	87	93	42	45	44	42	41	83	75	78	71	76	87	79	79	89	71	88	85	80	85
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	87	88	42	43	41	40	39	78	73	73	64	73	75	71	73	81	72	79	79	75	83
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	53	58	37	40	45	42	44	62	67	55	60	56	63	68	67	67	57	74	77	79	87
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	57	35	33	32	40	39	42	55	53	44	50	49	49	51	49	54	46	56	64	64	75

表 1-78 实验室 1 工业废水加标提取内标回收率

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	81	82	90	82	80	86	75	77	76	73	76	89	65	51	67	83	82	87	86	68	68
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	95	87	99	85	86	95	65	73	74	70	72	94	68	50	77	91	93	94	97	74	73
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	92	90	98	77	84	92	57	73	73	67	71	92	67	48	75	90	94	90	96	73	72
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	89	96	95	95	86	92	96	82	85	79	81	95	67	53	81	91	95	91	98	74	73
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	80	88	87	91	79	85	89	79	80	76	77	85	61	52	75	84	84	84	88	67	66
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	85	90	91	88	83	91	82	81	80	81	81	91	64	53	79	87	90	88	94	70	68
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	73	75	78	68	73	76	71	74	76	74	73	78	55	50	70	74	76	76	79	60	59
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	72	69	69	59	68	73	83	75	77	68	68	69	47	47	64	69	72	66	73	54	55
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	74	68	73	62	71	78	86	80	82	74	73	75	50	53	70	69	76	74	79	58	58
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	97	98	105	94	94	101	89	95	98	93	95	99	74	62	82	97	97	101	101	78	79
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	100	105	106	84	94	100	64	85	87	84	84	101	72	58	85	100	102	99	108	82	79
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	78	87	85	83	68	84	81	83	81	84	80	84	61	54	72	83	85	84	89	67	66
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	74	82	81	72	82	78	78	80	78	76	80	78	56	53	70	75	78	76	81	61	61
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	71	69	72	60	70	76	74	83	84	80	81	72	50	54	66	67	72	72	74	56	57
15	¹³ C ₁₂ -O ₈ CDD	58	53	52	47	54	59	67	70	74	72	72	53	36	48	55	53	57	53	57	42	42

表 1-79 实验室 2 工业废水加标提取内标回收率

验证单位：浙江省台州生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	94	69	98	79	68	91	88	84	88	69	78	74	80	74	86	95	91	46	85	95	72
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	100	74	101	74	81	95	93	88	88	74	89	79	87	82	89	75	96	52	75	95	77
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	97	72	98	74	80	89	83	84	84	74	85	77	83	75	87	73	94	51	68	93	78
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	96	77	103	81	87	95	96	94	95	82	90	85	90	88	93	103	93	54	116	102	87
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	89	71	94	77	78	87	89	85	86	74	83	76	80	80	90	91	91	53	102	95	84
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	92	72	97	82	83	90	94	89	86	74	81	78	80	78	95	97	87	50	100	99	85
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	77	63	82	75	70	74	75	72	76	62	63	68	76	65	89	75	68	41	80	92	84
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	65	52	58	65	56	56	58	53	57	53	51	52	66	49	87	85	66	37	90	95	82
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	62	52	62	75	57	54	57	54	58	50	56	49	63	60	96	83	58	32	92	103	91
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	113	84	118	95	82	109	105	101	104	83	92	95	90	90	105	99	97	53	107	114	78
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	110	83	115	89	94	102	95	98	95	85	96	94	94	83	101	74	95	53	81	104	79
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	71	71	95	85	82	88	92	86	87	74	79	75	72	74	96	88	78	45	95	102	88
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	96	65	90	81	75	80	85	81	76	67	74	75	75	73	93	70	77	43	101	96	79
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	67	53	67	76	61	60	60	58	63	53	56	57	65	58	95	81	63	33	83	100	79
15	¹³ C ₁₂ -O ₈ CDD	45	40	41	67	40	38	39	39	43	36	40	32	48	32	84	59	37	22	65	84	74

表 1-80 实验室 3 工业废水加标提取内标回收率

验证单位：湖北省生态环境监测中心站

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	95	67	94	81	92	91	81	79	94	101	89	97	80	84	85	61	74	65	65	74	53
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	92	64	93	76	93	92	75	74	96	86	83	89	72	76	77	55	67	60	58	70	42
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	89	61	89	72	90	88	70	71	98	80	79	85	69	71	72	40	68	53	53	61	33
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	91	66	88	79	84	84	74	75	88	94	85	90	76	76	81	94	81	100	97	105	63
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	86	63	84	76	81	80	71	70	85	88	81	86	73	74	73	88	75	93	92	101	58
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	89	64	87	77	85	86	75	75	91	90	83	90	74	74	78	73	75	95	94	99	55
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	80	60	80	71	79	78	71	71	83	80	76	81	68	69	73	67	71	83	81	88	47
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	81	60	81	68	75	76	71	72	85	78	74	78	68	66	70	90	47	99	94	107	61
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	83	63	85	72	76	76	79	80	90	82	78	80	70	74	79	82	51	108	99	116	65
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	112	79	111	96	108	106	90	88	110	113	101	112	91	96	98	81	116	98	98	103	54
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	101	69	100	81	103	102	74	76	109	92	88	94	75	80	81	47	99	59	58	68	36
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	94	67	93	79	89	89	73	74	94	98	87	95	77	79	86	68	100	82	80	92	47
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	90	65	86	78	83	84	70	71	90	87	83	86	74	75	77	74	99	90	90	92	53
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	88	62	83	73	79	80	71	74	91	82	76	80	69	70	76	74	58	95	90	98	59
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	85	58	77	77	62	62	70	75	77	80	75	76	62	68	70	71	53	86	80	94	57

表 1-81 实验室 4 工业废水加标提取内标回收率

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	87	75	84	75	87	75	78	70	81	76	68	90	81	88	56	83	98	76	74	89	86
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₃ CDF	87	69	82	71	91	62	82	70	73	56	59	91	64	60	57	78	74	66	60	90	84
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₃ CDF	91	74	73	69	90	55	81	72	67	48	54	93	53	53	58	77	60	58	55	94	74
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	77	70	81	71	74	68	67	60	79	68	66	74	70	69	50	72	80	70	67	76	81
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	74	71	73	70	73	65	67	62	76	66	64	76	68	68	48	71	79	64	69	75	75
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	77	70	79	72	78	69	74	63	80	70	68	79	70	73	53	78	82	70	70	81	78
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	71	64	72	66	78	62	75	59	73	65	60	79	63	69	50	76	76	66	67	78	73
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	63	55	62	59	77	57	72	49	70	63	58	79	59	62	49	78	73	60	63	77	66
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	66	54	65	63	90	62	85	52	78	69	64	86	56	65	54	90	77	67	64	91	74
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	103	84	99	87	103	89	92	82	95	84	79	103	93	90	59	94	105	84	83	93	96
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₃ CDD	96	85	83	76	99	61	89	80	75	53	62	100	61	60	63	89	68	66	63	99	82
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	74	69	75	68	76	68	74	62	76	70	63	78	71	77	53	76	83	69	73	76	74
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	72	71	74	68	73	66	72	65	73	68	63	76	70	76	52	75	80	68	69	75	74
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	71	76	72	66	84	69	79	62	75	72	62	87	75	79	58	87	89	71	74	85	73
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	66	44	67	63	76	58	68	41	70	61	57	79	60	63	50	87	72	62	51	71	64

表 1-82 实验室 5 工业废水加标提取内标回收率

验证单位：浙江省宁波生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8- T_4CDF	102	49	105	98	101	56	96	35	97	100	69	88	96	106	48	98	102	82	98	103	96
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8- P_5CDF	107	53	108	100	109	59	101	37	105	106	73	94	103	111	51	102	107	89	105	112	99
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8- P_5CDF	99	51	104	93	108	56	98	36	99	102	71	89	94	106	49	99	104	85	100	105	95
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8- H_6CDF	95	45	95	94	93	53	92	32	90	91	64	83	90	99	45	91	93	76	96	99	85
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8- H_6CDF	102	49	101	96	100	57	98	34	93	94	66	91	95	104	46	93	96	81	102	102	92
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8- H_6CDF	101	48	103	98	100	57	98	34	96	97	68	89	99	105	47	96	99	80	100	103	93
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9- H_6CDF	107	51	111	103	108	60	104	35	101	102	74	94	101	109	51	102	103	85	105	108	96
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8- H_7CDF	106	51	111	105	110	63	108	38	104	106	74	96	107	113	49	99	105	84	105	110	100
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9- H_7CDF	112	55	121	115	118	68	120	41	114	115	82	108	116	123	54	111	113	95	115	120	113
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8- T_4CDD	99	49	106	97	102	57	99	35	97	99	70	87	98	107	47	94	99	81	95	99	97
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8- P_5CDD	107	53	113	97	111	60	102	38	107	108	75	93	104	110	53	104	111	89	103	111	101
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8- H_6CDD	93	45	95	91	93	52	92	32	91	91	65	83	91	97	45	90	93	77	92	96	85
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8- H_6CDD	101	49	103	97	103	58	98	35	94	94	68	89	101	106	47	93	97	79	98	104	92
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8- H_7CDD	112	53	112	108	112	65	112	39	107	109	78	100	112	113	51	102	106	89	106	114	103
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O_8CDD	114	54	119	118	119	69	120	42	118	119	85	107	118	123	53	113	114	94	114	123	112

表 1-83 实验室 6 工业废水加标提取内标回收率

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	75	78	77	83	67	76	73	61	57	80	68	81	105	77	90	88	61	89	97	96	87
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	77	83	78	77	67	70	66	58	64	68	66	82	102	67	87	86	61	89	97	95	84
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	77	84	82	77	65	69	64	58	67	61	62	77	102	66	82	86	59	88	96	91	82
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	89	93	90	88	70	78	77	62	67	131	74	92	122	82	92	80	63	88	85	96	86
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	86	90	88	85	68	77	75	60	51	87	72	89	120	80	89	77	64	85	82	92	83
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	84	89	87	88	68	80	77	63	57	94	65	75	122	81	88	85	74	89	89	96	87
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	83	90	88	79	68	75	73	59	60	79	68	83	101	76	77	74	53	79	80	81	75
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	80	87	85	86	66	75	74	61	57	80	73	86	105	65	76	76	61	80	82	82	74
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	89	94	90	90	75	83	80	67	56	87	78	90	96	51	78	80	53	82	84	82	76
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	82	88	85	95	81	89	84	71	65	89	83	101	125	92	107	102	67	106	108	113	102
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	74	84	79	88	73	78	74	66	74	67	75	93	115	76	94	95	63	98	108	101	92
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	88	93	90	92	71	84	82	67	57	86	81	99	114	84	92	85	69	92	91	97	89
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	79	85	80	90	70	84	79	65	56	84	77	94	121	84	90	82	70	87	86	95	88
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	76	82	78	86	59	78	77	65	52	76	75	86	106	49	79	77	57	81	82	82	77
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	71	78	71	81	48	72	70	56	44	66	66	76	81	49	71	65	43	68	71	73	63

表 1-84 实验室 1 海水加标提取内标回收率

验证单位：江苏省泰州环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	76	40	94	83	91	63	63	60	109	70	72	80	74	62	71	80	74	63	74	94	74
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	70	33	76	78	85	56	55	39	104	64	66	89	73	61	72	82	53	59	63	91	64
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	57	32	63	71	78	60	63	34	90	59	56	80	67	54	63	77	38	54	53	82	48
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	101	50	113	100	83	53	53	82	120	79	96	86	88	77	86	85	98	74	99	99	103
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	94	46	103	95	79	51	50	81	112	73	99	79	86	74	80	84	92	73	95	99	99
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	90	44	103	94	79	60	59	75	112	79	88	84	81	68	74	89	74	70	88	99	78
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	78	37	83	82	68	55	55	68	97	68	76	74	74	64	70	86	67	59	72	94	70
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	94	35	101	96	74	51	49	51	134	76	106	91	74	66	71	83	88	69	90	96	109
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	99	33	111	106	83	61	59	53	125	79	95	96	74	68	73	91	86	69	89	97	102
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	91	57	102	96	102	67	69	116	116	85	97	101	97	81	93	80	81	86	94	95	90
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	64	47	70	80	89	66	69	48	90	67	68	95	83	67	78	81	45	66	60	87	53
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	80	52	87	84	76	58	57	95	96	78	81	91	86	74	83	83	74	72	78	94	77
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	81	50	92	88	88	58	57	95	99	75	83	83	89	74	81	85	74	76	85	95	78
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	87	36	97	94	73	63	58	59	119	73	85	85	77	69	74	84	71	68	80	91	80
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	83	28	99	86	95	46	44	61	113	68	74	77	65	65	59	80	71	55	69	83	74

表 1-85 实验室 2 海水加标提取内标回收率

验证单位：浙江省台州生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	86	81	86	97	75	70	69	74	77	72	80	82	81	79	85	77	84	77	71	84	80
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	65	82	89	99	76	68	66	70	68	59	67	70	58	63	63	69	84	81	83	84	84
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	56	83	94	103	77	70	63	67	63	58	64	66	53	59	61	62	77	75	68	78	79
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	69	69	77	92	66	63	66	68	72	62	78	70	72	73	73	80	84	84	81	86	83
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	67	71	76	87	63	61	63	65	69	62	78	68	75	72	74	82	82	81	80	84	82
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	70	74	81	93	68	68	66	69	73	63	77	73	73	70	71	81	85	85	73	86	85
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	66	71	77	83	64	65	63	67	67	57	60	59	54	53	55	75	87	86	80	81	87
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	63	73	77	72	67	65	62	66	61	53	55	48	47	48	48	68	82	79	76	75	78
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	65	81	88	84	74	77	72	76	71	57	50	48	44	45	46	72	89	86	79	80	78
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	92	92	101	111	89	84	78	84	86	98	89	93	86	83	88	81	92	82	80	85	83
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	62	90	99	109	83	74	70	76	71	77	74	74	59	63	65	69	89	85	82	85	86
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	71	74	78	88	68	63	66	69	70	77	85	82	81	79	77	84	90	87	82	84	85
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	71	71	77	85	65	66	62	63	66	76	79	76	75	71	77	81	89	86	81	81	85
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	78	75	83	80	70	70	69	74	69	73	55	51	51	51	51	71	89	83	77	77	79
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	62	66	69	70	58	62	66	74	66	65	34	29	33	33	31	60	74	69	60	57	59

表 1-86 实验室 3 海水加标提取内标回收率

验证单位：湖北省生态环境监测中心站

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	106	46	95	83	103	99	42	81	86	82	93	100	126	93	88	85	100	148	90	91	92
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	111	42	102	73	108	92	37	73	82	76	84	101	127	100	83	90	124	140	89	88	94
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	104	38	95	69	104	84	35	68	75	70	78	93	119	94	75	84	128	128	81	81	87
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	100	49	89	88	97	95	45	88	90	87	100	91	109	82	80	74	81	127	83	85	82
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	111	48	99	87	103	89	44	87	90	86	99	91	109	81	80	74	81	126	83	84	78
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	107	51	97	92	105	96	46	91	93	89	101	95	116	87	83	78	87	133	86	90	86
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	114	50	101	91	111	101	46	90	92	90	101	97	117	91	83	81	89	130	83	92	89
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	114	46	106	81	117	92	41	82	81	82	89	87	101	79	68	68	77	113	74	78	78
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	128	44	117	79	129	91	40	83	80	83	87	97	118	88	80	79	89	134	83	90	89
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	100	48	98	94	105	99	48	94	100	95	106	91	114	88	78	79	95	132	85	85	86
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	111	43	104	82	112	90	42	82	91	85	95	100	124	100	78	91	137	136	86	86	91
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	97	48	89	99	96	96	47	96	98	96	107	89	110	81	79	74	83	125	82	79	81
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	108	50	97	100	107	98	50	100	99	97	112	90	106	82	74	73	81	121	81	83	81
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	116	44	108	84	121	86	43	86	85	86	93	88	106	80	71	72	79	120	77	79	81
15	¹³ C ₁₂ -O ₈ CDD	129	35	121	68	134	70	37	65	71	79	80	78	90	71	56	60	65	106	59	66	66

表 1-87 实验室 4 海水加标提取内标回收率

验证单位：重庆市生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	93	56	80	78	54	99	78	99	99	97	87	88	90	70	88	81	55	94	86	95	95
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	84	54	81	73	57	92	73	97	97	98	86	84	88	69	85	79	54	88	84	91	90
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	78	54	79	69	59	90	70	94	94	98	84	83	84	67	84	77	52	86	82	88	87
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	99	55	80	80	51	97	78	98	98	92	81	86	84	67	83	79	56	90	87	94	96
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	93	52	76	77	48	95	75	94	96	89	77	81	81	65	77	77	53	85	82	89	91
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	92	55	80	77	54	96	75	98	99	95	83	76	86	67	84	81	56	90	86	91	93
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	79	47	71	68	49	86	70	88	89	85	77	79	78	63	76	72	49	78	78	80	83
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	74	48	73	67	50	85	67	86	87	84	78	79	80	63	73	74	49	76	77	77	79
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	78	48	75	69	54	89	73	93	92	86	86	88	85	69	80	76	51	79	81	82	85
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	110	65	95	95	66	118	94	120	119	116	104	105	108	84	104	98	67	112	107	116	116
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	89	60	88	81	67	100	80	106	105	110	94	92	95	74	95	87	60	97	94	100	101
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	102	57	83	84	57	102	80	104	105	100	87	89	88	72	88	84	58	95	92	102	98
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	90	55	79	77	53	97	79	99	99	94	83	85	85	68	83	80	57	89	88	91	96
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	78	48	74	71	53	88	73	92	91	89	82	84	83	67	78	76	53	82	82	83	86
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	72	39	66	67	45	79	68	82	80	70	73	75	74	60	66	66	48	70	76	78	81

表 1-88 实验室 5 海水加标提取内标回收率

验证单位：浙江省宁波生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	54	91	60	60	83	67	68	84	55	78	72	64	80	71	105	83	88	78	88	95	70
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	42	89	51	49	86	67	71	83	53	71	70	63	77	78	110	73	86	74	90	99	72
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	32	84	48	36	78	64	62	63	39	62	60	61	73	71	96	63	81	72	77	88	71
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	91	104	76	102	89	73	85	116	95	115	102	96	83	80	102	86	94	83	107	111	80
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	87	101	74	92	87	75	83	101	88	105	96	90	83	79	95	86	90	80	106	103	75
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	76	98	71	77	82	75	75	87	73	97	88	89	85	84	94	89	94	81	93	100	78
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	61	89	66	65	85	72	69	82	66	81	74	71	83	82	82	81	84	75	75	82	67
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	84	93	67	89	83	70	74	102	84	107	98	62	78	78	117	69	79	72	110	109	75
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	83	89	63	85	89	74	68	100	82	102	85	56	83	86	126	78	84	76	101	107	71
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	74	116	89	86	86	66	87	110	79	100	91	95	81	72	108	79	110	96	103	111	84
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	35	99	63	40	88	66	76	83	46	70	66	92	78	76	96	69	99	85	86	96	75
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	67	102	89	73	81	69	80	87	67	93	82	90	79	78	81	81	95	82	86	95	76
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	68	106	76	73	83	71	82	91	73	93	86	88	82	80	81	82	92	82	95	101	79
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	73	97	71	81	83	69	77	92	74	97	83	65	78	79	112	69	90	80	94	99	74
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	74	74	48	79	71	61	56	75	63	79	69	44	69	72	92	56	74	65	75	72	53

表 1-89 实验室 6 海水加标提取内标回收率

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 12 月

序号	提取内标	低浓度加标 (%)							中浓度加标 (%)							高浓度加标 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	80	77	69	73	82	80	89	88	77	84	81	86	93	86	96	90	83	88	88	86	67
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	82	78	65	67	70	72	92	91	78	78	88	84	94	89	98	92	86	89	89	87	65
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	75	71	59	59	62	63	85	84	70	70	83	77	87	83	93	85	79	82	84	81	62
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	80	77	76	82	83	84	90	86	74	78	76	78	88	88	93	86	82	86	87	86	64
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	78	75	76	79	79	83	88	84	74	78	76	78	87	88	92	86	83	85	86	85	64
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	80	78	77	79	88	84	91	88	76	79	78	81	90	91	100	93	88	92	92	89	69
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	78	77	73	72	84	79	90	87	75	77	81	79	88	93	98	91	87	92	92	89	68
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	73	69	66	66	75	73	86	80	65	62	69	64	71	82	86	81	78	80	81	79	59
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	72	75	70	72	82	80	87	90	72	69	78	70	76	89	96	89	85	89	91	82	68
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	82	79	78	82	90	84	94	86	76	78	78	81	89	84	94	89	82	84	86	84	63
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	84	79	66	64	72	71	97	90	78	77	89	82	94	88	99	92	85	88	91	86	66
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	81	78	79	80	89	85	94	82	77	81	76	79	87	86	93	89	84	87	88	85	65
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	80	78	76	78	85	83	91	86	75	80	76	78	87	87	96	90	84	86	89	85	66
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	73	73	69	74	80	75	89	83	72	66	74	69	74	82	89	83	79	81	82	77	61
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	55	54	56	59	62	61	68	64	63	50	63	54	54	72	77	71	69	71	70	64	53

2 方法验证数据汇总

2.1 方法检出限、测定下限汇总

当样品取样量为 10 L, 定容体积为 20 μl 时, 目标物的方法检出限为 0.04 pg/L ~0.4 pg/L , 测定下限为 0.16 pg/L ~1.6 pg/L , 详见表 2-1。

表 2-1 方法的检出限和测定下限

序号	中文名称	英文简称	检出限 (pg/L)	测定下限 (pg/L)
1	2,3,7,8-四氯代二苯并-对-二噁英	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.04	0.16
2	1,2,3,7,8-五氯代二苯并-对-二噁英	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.2	0.8
3	1,2,3,4,7,8-六氯代二苯并-对-二噁英	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.2	0.8
4	1,2,3,6,7,8-六氯代二苯并-对-二噁英	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.2	0.8
5	1,2,3,7,8,9-六氯代二苯并-对-二噁英	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.3	1.2
6	1,2,3,4,6,7,8-七氯代二苯并-对-二噁英	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.2	0.8
7	八氯代二苯并-对-二噁英	O ₈ CDD	0.4	1.6
8	2,3,7,8-四氯代二苯并呋喃	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.05	0.20
9	1,2,3,7,8-五氯代二苯并呋喃	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.3	1.2
10	2,3,4,7,8-五氯代二苯并呋喃	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.2	0.8
11	1,2,3,4,7,8-六氯代二苯并呋喃	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.2	0.8
12	1,2,3,6,7,8-六氯代二苯并呋喃	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.2	0.8
13	2,3,4,6,7,8-六氯代二苯并呋喃	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.2	0.8
14	1,2,3,7,8,9-六氯代二苯并呋喃	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.3	1.2
15	1,2,3,4,6,7,8-七氯代二苯并呋喃	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.3	1.2
16	1,2,3,4,7,8,9-七氯代二苯并呋喃	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.2	0.8
17	八氯代二苯并呋喃	O ₈ CDF	0.3	1.2

2.2 方法精密度数据汇总

2.2.1 空白加标样品精密度

6家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量质量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的空白样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类实验室内相对标准偏差分别为 2.3%~16%、3.2%~20%、1.5%~14%；实验室间相对标准偏差分别为 7.3%~21%、7.9%~22%、5.4%~17%；重复性限分别为 0.02 pg/L~0.23 pg/L、0.15 pg/L~1.4 pg/L、0.72 pg/L~8.6 pg/L；再现性限分别为 0.04 pg/L~0.47 pg/L、0.26 pg/L~2.9 pg/L、1.8 pg/L~20 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度实验室内相对标准偏差分别为 2.3%~6.3%、3.9%~13%、2.0%~8.0%；实验室间相对标准偏差分别为 9.5%、11%、8.9%；重复性限分别为 0.11 pg TEQ/L、1.1 pg TEQ/L、7.1 pg TEQ/L；再现性限分别为 0.27 pg TEQ/L、1.7 pg TEQ/L、13 pg TEQ/L。详见表 2-2。

2.2.2 地表水样品精密度

6家实验室分别对有 2 种 2,3,7,8-氯代二噁英类检出的地表水样品进行 6 次重复测定，实验室内相对标准偏差为 13%和 25%，实验室间相对标准偏差为 2.5%和 19%，重复性限为 0.25 pg/L 和 15 pg/L，再现性限为 0.32 pg/L 和 15 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度实验室内相对标准偏差为 10%~21%，实验室间相对标准偏差为 3.3%；重复性限为 0.02 pg TEQ/L，再现性限为 0.02 pg TEQ/L。详见表 2-3。

6家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量质量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的地表水样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类实验室内相对标准偏差分别为 3.2%~23%、3.8%~18%、1.8%~16%；实验室间相对标准偏差分别为 5.8%~30%、6.6%~17%、5.0%~16%；重复性限分别为 0.03 pg/L~0.29 pg/L、0.14 pg/L~1.3 pg/L、1.2 pg/L~12 pg/L；再现性限分别为 0.03 pg/L~0.66 pg/L、0.17 pg/L~2.3 pg/L、1.6 pg/L~21 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度实验室内相对标准偏差分别为 1.5%~4.4%、3.4%~5.4%、2.0%~5.3%；实验室间相对标准偏差分别为 7.3%、7.7%、7.3%；重复性限分别为 0.09 pg TEQ/L、0.60 pg TEQ/L、4.7 pg TEQ/L；再现性限分别为 0.23 pg TEQ/L、1.2 pg TEQ/L、11 pg TEQ/L。详见表 2-4。

2.2.3 工业废水精密度

6家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量质量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的工业废水样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类实验室内相对标准偏差分别为 2.6%~18%、4.7%~18%、3.0%~22%；实验室间相对标准偏差分别为 6.8%~12%、7.3%~12%、8.0%~17%；重复性限分别为 0.03 pg/L~0.25 pg/L、0.13 pg/L~1.2 pg/L、1.1 pg/L~11 pg/L；再现

性限分别为 0.04 pg/L~0.26 pg/L、0.18 pg/L~1.3 pg/L、1.8 pg/L~18 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度实验室内相对标准偏差分别为 1.9%~3.9%、3.0%~5.9%、2.9%~6.7%；实验室间相对标准偏差分别为 8.8%、9.0%、11%；重复性限分别为 0.08 pg TEQ/L、0.64 pg TEQ/L、6.7 pg TEQ/L；再现性限分别为 0.27 pg TEQ/L、1.3 pg TEQ/L、16 pg TEQ/L。详见表 2-5。

6 家实验室分别对有 7 种 2,3,7,8-氯代二噁英类检出的工业废水样品进行 6 次重复测定，实验室内相对标准偏差为 6.4%~40%，实验室间相对标准偏差为 10%~29%，重复性限为 0.09 pg/L~2.2 pg/L，再现性限为 0.11 pg/L~2.7 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度实验室内相对标准偏差为 12%~22%，实验室间相对标准偏差为 9.1%；重复性限为 0.11 pg TEQ/L，再现性限为 0.12 pg TEQ/L。详见表 2-6。

2.2.4 海水样品精密度

6 家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量质量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的海水样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类实验室内相对标准偏差分别为 2.9%~13%、1.9%~17%、3.4%~21%；实验室间相对标准偏差分别为 8.5%~14%、8.5%~15%、7.7%~18%；重复性限分别为 0.02 pg/L~0.18 pg/L、0.08 pg/L~0.85 pg/L、0.81 pg/L~11 pg/L；再现性限分别为 0.04 pg/L~0.28 pg/L、0.17 pg/L~1.6 pg/L、1.8 pg/L~21 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度实验室内相对标准偏差分别为 2.0%~4.4%、3.1%~8.0%、2.9%~6.2%；实验室间相对标准偏差分别为 12%、12%、10%；重复性限分别为 0.09 pg TEQ/L、0.63 pg TEQ/L、5.9 pg TEQ/L；再现性限分别为 0.33 pg TEQ/L、1.7 pg TEQ/L、14 pg TEQ/L。详见表 2-7。海水样品中 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类均低于检出限，方法验证过程中仅对海水加标进行验证。

表 2-2 空白加标样品精密度测试数据汇总表

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	空白加标样品精密度测试数据汇总表							
		测定均值		标准偏差	相对标准偏差	组间均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限	
		(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)			
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	1	0.097	0.010	10	0.10	0.01	10	0.03	0.04
			2	0.098	0.007	7.1					
			3	0.088	0.011	13					
			4	0.096	0.012	13					
			5	0.10	0.014	14					
			6	0.12	0.015	13					
		0.50	1	0.50	0.05	9.4	0.5	0.08	17	0.15	0.3
			2	0.45	0.04	8.9					
			3	0.38	0.03	7.9					
			4	0.49	0.10	19					
			5	0.45	0.04	9.1					
			6	0.62	0.05	7.9					
		5.0	1	4.28	0.35	8.1	4.7	0.6	13	0.7	1.8
			2	4.64	0.07	1.5					
			3	4.03	0.22	5.4					
			4	4.51	0.28	6.1					
			5	4.73	0.19	3.9					
			6	5.80	0.34	5.8					
2	1,2,3,7,8-P ₃ CDF	0.50	1	0.51	0.03	4.9	0.48	0.04	7.7	0.1	0.1
			2	0.45	0.03	7.4					
			3	0.43	0.03	6.8					
			4	0.50	0.07	13					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	空白加标样品精密度测试数据汇总表							
		测定均值		标准偏差	相对标准偏差	组间均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限	
		(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)			
			5	0.46	0.02	3.7					
			6	0.51	0.04	7.3					
		2.5	1	2.25	0.20	8.9	2.3	0.2	11	0.6	0.9
			2	2.22	0.23	10					
			3	1.96	0.19	9.5					
			4	2.59	0.32	12					
			5	2.25	0.21	9.3					
			6	2.58	0.11	4.4					
		25	1	21.1	1.43	6.8	23	2.2	9.4	4.6	7.4
			2	23.7	0.54	2.3					
			3	20.2	0.59	2.9					
			4	24.3	2.60	11					
			5	23.8	0.59	2.5					
			6	26.1	2.51	9.6					
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	1	0.53	0.03	6.3	0.47	0.05	9.7	0.1	0.2
			2	0.45	0.02	4.9					
			3	0.44	0.04	9.9					
			4	0.42	0.03	6.4					
			5	0.46	0.04	8.6					
			6	0.52	0.03	5.0					
		2.5	1	2.34	0.19	8.1	2.3	0.2	9.0	0.6	0.8
			2	2.23	0.24	11					
			3	2.00	0.18	8.9					
			4	2.21	0.30	14					
5	2.28		0.22	9.5							

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	空白加标样品精密度测试数据汇总表							
		测定均值		标准偏差	相对标准偏差	组间均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限	
		(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)			
			6	2.62	0.16	6.1					
		25	1	21.3	1.31	6.2					
			2	23.5	0.75	3.2					
			3	20.5	0.56	2.7					
			4	21.9	2.25	10					
			5	23.9	0.72	3.0					
			6	25.8	1.95	7.5					
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	1	0.54	0.03	6.1	0.48	0.04	8.8	0.1	0.1
			2	0.47	0.02	4.4					
			3	0.45	0.02	5.3					
			4	0.43	0.03	6.8					
			5	0.47	0.02	4.7					
			6	0.52	0.03	4.8					
		2.5	1	2.37	0.18	7.4	2.3	0.2	7.9	0.6	0.7
			2	2.34	0.17	7.4					
			3	2.08	0.17	8.1					
			4	2.17	0.32	15					
			5	2.27	0.25	11					
			6	2.61	0.14	5.4					
		25	1	22.3	1.26	5.6	23	1.8	7.9	3.4	6.0
			2	24.2	0.60	2.5					
			3	21.4	0.45	2.1					
			4	20.8	1.27	6.1					
			5	24.0	0.95	4.0					
			6	25.5	2.10	8.2					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	空白加标样品精密度测试数据汇总表							
		测定均值		标准偏差	相对标准偏差	组间均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限	
		(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	1	0.53	0.04	7.3	0.49	0.04	9.1	0.1	0.1
			2	0.45	0.04	8.2					
			3	0.47	0.03	6.0					
			4	0.44	0.03	5.9					
			5	0.49	0.03	6.1					
			6	0.55	0.03	6.0					
		2.5	1	2.43	0.13	5.1	2.3	0.2	8.5	0.7	0.8
			2	2.26	0.20	8.9					
			3	2.09	0.21	10					
			4	2.21	0.40	18					
			5	2.30	0.27	12					
			6	2.65	0.09	3.5					
		25	1	22.2	1.14	5.2	23	1.7	7.5	5.0	6.6
			2	23.9	0.44	1.8					
			3	21.6	0.29	1.4					
			4	21.4	2.45	11					
			5	23.6	0.99	4.2					
			6	25.9	3.24	12					
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	1	0.53	0.04	7.3	0.49	0.04	9.1	0.1	0.1
			2	0.45	0.04	8.2					
			3	0.47	0.03	6.0					
			4	0.44	0.03	5.9					
			5	0.49	0.03	6.1					
			6	0.55	0.03	6.0					
		2.5	1	2.37	0.15	6.5	2.3	0.2	8.7	0.7	0.9

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	空白加标样品精密度测试数据汇总表							
		测定均值		标准偏差	相对标准偏差	组间均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限	
		(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)			
			2	2.28	0.24	10.7					
			3	2.07	0.19	9.4					
			4	2.39	0.39	16.3					
			5	2.29	0.30	12.9					
			6	2.69	0.17	6.3					
		25	1	22.0	1.16	5.3	23	1.9	8.4	4.3	6.7
			2	23.9	0.66	2.7					
			3	21.4	0.34	1.6					
			4	21.5	1.41	6.6					
			5	23.8	1.12	4.7					
			6	26.4	3.05	12					
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	1	0.52	0.02	4.1	0.49	0.04	7.8	0.1	0.1
			2	0.48	0.01	2.9					
			3	0.48	0.06	13					
			4	0.44	0.07	15					
			5	0.47	0.01	2.4					
			6	0.55	0.02	3.8					
		2.5	1	2.35	0.20	8.6	2.3	0.2	9.1	0.6	0.8
			2	2.31	0.23	9.9					
			3	2.08	0.19	9.1					
			4	2.26	0.33	14					
			5	2.32	0.27	12					
			6	2.73	0.12	4.2					
		25	1	21.6	1.42	6.5	23	2.0	8.6	4.8	7.1
			2	23.9	0.55	2.3					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	空白加标样品精密度测试数据汇总表							
		测定均值		标准偏差	相对标准偏差	组间均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限	
		(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)			
			3	21.2	0.59	2.8					
			4	21.5	2.90	13					
			5	23.9	1.40	5.9					
			6	26.3	2.16	8.2					
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	1	0.54	0.03	5.2	0.50	0.04	7.3	0.1	0.1
			2	0.47	0.02	4.5					
			3	0.46	0.03	6.3					
			4	0.52	0.07	12.9					
			5	0.49	0.03	5.1					
			6	0.55	0.03	6.0					
		2.5	1	2.37	0.30	13	2.4	0.2	9.0	0.7	0.9
			2	2.29	0.24	10					
			3	2.13	0.24	11					
			4	2.62	0.35	14					
			5	2.33	0.24	10					
			6	2.70	0.08	3.0					
		25	1	22.1	1.59	7.2	23	1.3	5.4	4.2	5.3
			2	24.0	0.68	2.8					
			3	22.0	0.67	3.0					
			4	23.5	2.29	9.7					
			5	23.7	0.89	3.7					
			6	25.4	2.05	8.1					
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	1	0.51	0.05	11	0.50	0.06	11	0.1	0.2
			2	0.46	0.01	2.8					
			3	0.49	0.06	12					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	空白加标样品精密度测试数据汇总表									
		测定均值		标准偏差	相对标准偏差	组间均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限			
		(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)					
			4	0.44	0.03	7.4							
			5	0.49	0.03	6.7							
			6	0.60	0.02	3.8							
		2.5	1	2.37	0.26	11	2.3	0.3	11	0.6	0.9		
			2	2.25	0.26	11							
			3	2.12	0.23	11							
			4	2.17	0.26	12							
			5	2.28	0.20	8.7							
			6	2.82	0.11	3.8							
		25	1	22.0	1.04	4.7	23	2.5	11	3.8	7.8		
			2	23.7	0.41	1.7							
			3	21.3	0.67	3.1							
			4	20.0	2.41	12							
			5	24.2	0.58	2.4							
			6	27.0	1.84	6.8							
		10	O ₈ CDF	1.0	1	0.94	0.06	6.4	0.85	0.15	18	0.2	0.5
					2	0.87	0.07	7.9					
					3	0.86	0.05	6.1					
4	0.92				0.04	4.7							
5	0.55				0.05	9.4							
6	0.97				0.05	4.8							
5.0	1			4.38	0.22	5.1	4.1	0.9	22	1.4	2.9		
	2			4.47	0.42	9.5							
	3			3.65	0.36	9.9							
	4			5.43	0.97	18							

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	空白加标样品精密度测试数据汇总表							
		测定均值		标准偏差	相对标准偏差	组间均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限	
		(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)			
			5	2.69	0.35	13					
			6	4.27	0.20	4.6					
		50	1	41.0	3.39	8.3	41	6.7	17	9.2	21
			2	46.9	1.02	2.2					
			3	37.7	1.31	3.5					
			4	44.8	6.41	14					
			5	28.6	1.09	3.8					
			6	44.3	2.96	6.7					
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	1	0.091	0.011	12	0.09	0.02	20	0.02	0.06
			2	0.089	0.007	7.9					
			3	0.088	0.007	8.0					
			4	0.079	0.012	15					
			5	0.087	0.009	10					
			6	0.13	0.005	3.8					
		0.50	1	0.47	0.03	5.5	0.5	0.09	19	0.15	0.3
			2	0.44	0.07	15					
			3	0.38	0.04	11					
			4	0.48	0.08	16					
			5	0.47	0.06	13					
			6	0.65	0.03	5.2					
		5.0	1	4.35	0.18	4.2	5	0.6	13	1.1	1.9
			2	4.66	0.24	5.1					
			3	3.94	0.22	5.6					
			4	4.50	0.64	14					
			5	4.82	0.32	6.6					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	空白加标样品精密度测试数据汇总表							
		测定均值		标准偏差	相对标准偏差	组间均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限	
		(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)			
			6	5.72	0.44	7.7					
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	1	0.51	0.04	7.4	0.47	0.05	9.7	0.1	0.2
			2	0.46	0.04	9.6					
			3	0.42	0.04	9.6					
			4	0.46	0.05	10					
			5	0.44	0.03	7.2					
			6	0.54	0.03	5.4					
		2.5	1	2.22	0.13	5.6	2.3	0.3	12	0.6	0.9
			2	2.24	0.22	9.8					
			3	1.96	0.20	10					
			4	2.49	0.22	9.0					
			5	2.29	0.24	11					
			6	2.76	0.17	6.2					
		25	1	20.6	1.15	5.6	23	2.4	10	4.9	8.0
			2	23.9	0.97	4.1					
			3	20.1	0.40	2.0					
			4	24.8	3.17	13					
			5	23.7	0.31	1.3					
			6	26.1	2.45	9.4					
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	1	0.56	0.04	7.7	0.48	0.05	10	0.1	0.2
			2	0.47	0.01	1.5					
			3	0.42	0.04	10					
			4	0.45	0.05	12					
			5	0.47	0.02	4.0					
			6	0.53	0.02	3.6					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	空白加标样品精密度测试数据汇总表							
		测定均值		标准偏差	相对标准偏差	组间均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限	
		(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)			
		2.5	1	2.41	0.18	7.3	2.4	0.2	9.0	0.7	0.8
			2	2.38	0.29	12					
			3	2.01	0.19	9.4					
			4	2.32	0.26	11					
			5	2.42	0.31	13					
			6	2.67	0.13	4.9					
		25	1	21.7	1.70	7.8	23	2.0	8.5	4.5	6.9
			2	24.7	1.25	5.0					
			3	21.4	0.58	2.7					
			4	21.0	1.12	5.4					
			5	24.8	0.73	2.9					
			6	25.3	3.01	12					
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	1	0.52	0.05	8.8	0.48	0.05	10.4	0.1	0.2
			2	0.46	0.04	9.2					
			3	0.43	0.03	6.3					
			4	0.42	0.04	9.7					
			5	0.49	0.03	6.9					
			6	0.55	0.04	6.4					
		2.5	1	2.26	0.25	11	2.3	0.3	11.7	0.7	1.0
			2	2.26	0.23	10					
			3	1.97	0.21	11					
			4	2.30	0.29	13					
			5	2.32	0.32	14					
			6	2.81	0.15	5.2					
		25	1	21.2	1.96	9.2	23	2.7	11.5	4.0	8.3

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	空白加标样品精密度测试数据汇总表							
		测定均值		标准偏差	相对标准偏差	组间均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限	
		(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)			
			2	24.3	0.37	1.5					
			3	20.3	0.60	3.0					
			4	21.5	1.03	4.8					
			5	24.1	0.77	3.2					
			6	27.5	2.52	9.2					
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	1	0.47	0.04	9.1	0.47	0.03	7.3	0.1	0.1
			2	0.47	0.02	3.2					
			3	0.41	0.05	11					
			4	0.47	0.07	15					
			5	0.50	0.03	5.6					
			6	0.51	0.03	4.9					
		2.5	1	2.27	0.20	8.7	2.4	0.3	12.4	0.7	1.0
			2	2.36	0.28	12					
			3	1.89	0.12	6.3					
			4	2.65	0.34	13					
			5	2.53	0.29	12					
			6	2.69	0.04	1.6					
		25	1	21.4	1.72	8.0	23	2.3	9.8	4.1	7.4
			2	24.8	0.81	3.2					
			3	20.1	0.63	3.1					
			4	23.4	1.96	8.4					
			5	25.8	0.88	3.4					
			6	25.2	2.10	8.3					
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	1	0.50	0.06	11.8	0.49	0.05	10.4	0.1	0.2
			2	0.48	0.04	8.4					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	空白加标样品精密度测试数据汇总表							
		测定均值		标准偏差	相对标准偏差	组间均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限	
		(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)			
			3	0.46	0.04	8.6					
			4	0.42	0.04	9.2					
			5	0.49	0.01	2.9					
			6	0.58	0.02	4.2					
		2.5	1	2.27	0.15	6.6	2.3	0.3	11.7	0.6	0.9
			2	2.26	0.25	11					
			3	2.10	0.16	7.5					
			4	2.23	0.22	9.7					
			5	2.27	0.26	11					
			6	2.87	0.13	4.6					
		25	1	22.1	1.41	6.4	23	1.8	8.0	4.4	6.5
			2	23.4	1.24	5.3					
			3	21.6	1.59	7.3					
			4	21.4	1.72	8.0					
			5	23.3	1.08	4.6					
			6	26.4	2.15	8.2					
17	O ₈ CDD	1.0	1	1.07	0.11	10	0.99	0.08	8.4	0.2	0.3
			2	0.94	0.06	5.9					
			3	0.93	0.13	14					
			4	0.93	0.11	12					
			5	0.95	0.04	3.8					
			6	1.12	0.02	1.8					
		5.0	1	4.58	0.46	9.9	4.6	0.4	9.6	1.3	1.7
			2	4.50	0.46	10					
			3	4.02	0.28	6.9					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	空白加标样品精密度测试数据汇总表							
		测定均值		标准偏差	相对标准偏差	组间均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限	
		(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)			
			4	4.78	0.71	15					
			5	4.56	0.42	9.3					
			6	5.39	0.20	3.8					
		50	1	43.0	2.39	5.6	46	3.8	8.2	8.5	13
			2	47.1	1.78	3.8					
			3	41.6	0.44	1.1					
			4	45.0	4.17	9.3					
			5	47.3	1.34	2.8					
			6	52.3	5.19	9.9					
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	1	1.03	0.08	7.5	0.95	0.09	9.5	0.2	0.3
			2	0.92	0.06	6.6					
			3	0.87	0.08	9.0					
			4	0.88	0.09	9.9					
			5	0.92	0.06	7.0					
			6	1.10	0.06	5.1					
		5.0	1	4.64	0.33	7.2	4.67	0.49	10.5	1.3	1.8
			2	4.52	0.49	11					
			3	3.99	0.38	9.5					
			4	4.72	0.61	13					
			5	4.63	0.51	11					
			6	5.51	0.30	5.4					
		50	1	42.8	2.6	6.1	46.3	4.14	8.9	8.7	14
			2	47.7	1.6	3.4					
			3	41.2	1.1	2.7					
			4	45.4	4.8	11					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	空白加标样品精密度测试数据汇总表							
		测定均值		标准偏差	相对标准偏差	组间均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限	
		(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)			
			5	48.1	1.6	3.3					
			6	52.7	4.7	8.9					

表 2-3 地表水实际样品精密度测试数据汇总表

序号	化合物简称	实验室编号	地表水实际样品精密度测试数据汇总							
			平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
			(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					

序号	化合物简称	实验室编号	地表水实际样品精密度测试数据汇总							
			平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
			(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)	
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					

序号	化合物简称	实验室编号	地表水实际样品精密度测试数据汇总							
			平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
			(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)	
		6	ND	/	/					
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
10	O ₈ CDF	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					

序号	化合物简称	实验室编号	地表水实际样品精密度测试数据汇总							
			平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
			(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1	0.594	0.116	19.5	0.43	0.08	19.1	0.2	0.3

序号	化合物简称	实验室编号	地表水实际样品精密度测试数据汇总							
			平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
			(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)	
		2	0.402	0.095	23.6					
		3	0.404	0.098	24.3					
		4	0.398	0.042	10.6					
		5	0.410	0.094	22.9					
		6	0.368	0.065	17.7					
17	O ₈ CDD	1	29.5	5.64	19.2	29.5	0.73	2.5	14.1	14.1
		2	28.6	4.96	17.3					
		3	30.5	6.79	22.3					
		4	30.2	4.37	14.4					
		5	29.1	4.88	16.8					
		6	29.1	2.43	8.4					
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1	0.248	0.007	2.7	0.2	0.001	0.4	0.02	2.8
		2	0.245	0.006	2.3					
		3	0.247	0.007	2.9					
		4	0.247	0.005	1.8					
		5	0.246	0.006	2.6					
		6	0.245	0.003	1.4					

表 2-4 地表水加标精密度测试数据汇总表

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	地表水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	1	0.101	0.009	8.9	0.09	0.01	11.5	0.03	0.04
			2	0.092	0.007	7.7					
			3	0.092	0.013	15					
			4	0.080	0.008	10					
			5	0.088	0.011	12					
			6	0.111	0.011	10					
		0.50	1	0.48	0.04	9.2	0.5	0.04	8.1	0.14	0.2
			2	0.46	0.06	13					
			3	0.52	0.03	6.5					
			4	0.40	0.05	13					
			5	0.47	0.06	12					
			6	0.48	0.05	10					
		5.0	1	4.7	0.36	7.7	4.8	0.3	6.9	1.4	1.6
			2	4.8	0.63	13					
			3	4.7	0.36	7.6					
			4	4.5	0.43	10					
			5	4.6	0.46	10					
			6	5.4	0.74	14					
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	1	0.50	0.05	10	0.51	0.06	12.4	0.1	0.2
			2	0.48	0.04	8.2					
			3	0.54	0.03	5.3					
			4	0.41	0.05	12					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	地表水加标精密度的测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			5	0.50	0.04	8.9					
			6	0.60	0.04	6.1					
		2.5	1	2.11	0.26	12	2.3	0.3	11.8	0.6	1.0
			2	2.56	0.17	6.7					
			3	2.24	0.21	9.3					
			4	2.09	0.28	14					
			5	2.19	0.17	7.8					
			6	2.76	0.27	10					
		25	1	23.1	2.71	12	24	1.6	6.8	6.5	7.5
			2	22.9	2.02	8.8					
			3	24.0	3.32	14					
			4	23.0	1.32	5.7					
			5	23.8	0.42	1.8					
			6	27.2	2.89	11					
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	1	0.48	0.06	13	0.51	0.05	9.0	0.1	0.2
			2	0.49	0.06	13					
			3	0.55	0.03	5.3					
			4	0.45	0.03	6.8					
			5	0.53	0.04	7.7					
			6	0.57	0.04	7.1					
		2.5	1	2.39	0.30	13	2.3	0.2	9.1	0.7	0.9
			2	2.31	0.25	11					
			3	2.23	0.14	6.3					
			4	2.05	0.21	10					
			5	2.42	0.28	12					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	地表水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			6	2.69	0.19	7.0					
		25	1	23.7	2.82	12	23	1.5	6.3	8.2	8.6
			2	22.0	3.23	15					
			3	23.5	2.94	13					
			4	21.2	3.02	14					
			5	24.6	2.33	9.5					
			6	25.1	3.22	13					
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.5	1	0.52	0.04	7.2	0.51	0.04	8.8	0.1	0.2
			2	0.51	0.06	11.2					
			3	0.52	0.04	8.5					
			4	0.44	0.04	7.9					
			5	0.48	0.03	5.9					
			6	0.57	0.04	6.8					
		2.5	1	2.36	0.21	8.8	2.3	0.2	7.7	0.6	0.7
			2	2.65	0.10	3.8					
			3	2.26	0.27	12					
			4	2.11	0.20	9.3					
			5	2.27	0.19	8.4					
			6	2.39	0.25	10					
		25	1	24.4	2.75	11	24	1.2	5.0	7.5	7.6
			2	23.8	2.52	11					
			3	23.4	2.77	12					
			4	21.6	2.77	13					
			5	23.3	2.98	13					
			6	25.0	2.17	8.7					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	地表水加标精密度的测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	1	0.46	0.02	3.7	0.51	0.05	10.6	0.1	0.2
			2	0.52	0.02	4.8					
			3	0.55	0.03	5.7					
			4	0.44	0.05	11					
			5	0.52	0.03	5					
			6	0.58	0.04	6					
		2.5	1	2.33	0.02	4	2.4	0.2	7.1	0.7	0.8
			2	2.48	0.19	8					
			3	2.52	0.24	9					
			4	2.07	0.23	11					
			5	2.38	0.33	14					
			6	2.51	0.31	12					
		25	1	22.4	0.02	4	23	2.5	10.6	6.9	9.4
			2	22.9	2.61	11					
			3	22.4	2.24	10					
			4	22.0	3.19	15					
			5	22.7	2.68	12					
			6	28.5	2.63	9.2					
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	1	0.48	0.03	5.5	0.50	0.05	10.9	0.1	0.2
			2	0.50	0.05	9.1					
			3	0.54	0.04	6.6					
			4	0.42	0.03	7.5					
			5	0.50	0.04	8.2					
			6	0.58	0.05	8.5					
		2.5	1	2.37	0.03	5.5	2.3	0.2	9.7	0.7	0.9

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	地表水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			2	2.41	0.20	8.4					
			3	2.25	0.29	13					
			4	1.98	0.22	11					
			5	2.33	0.24	10					
			6	2.68	0.34	13					
		25	1	23.8	0.03	5.5	24	2.1	8.8	6.5	8.4
			2	24.6	2.41	10					
			3	24.1	2.62	11					
			4	20.0	2.66	13					
			5	25.4	2.38	9.4					
			6	26.0	2.71	10					
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	1	0.49	0.07	13	0.51	0.06	11.5	0.1	0.2
			2	0.50	0.04	8.8					
			3	0.51	0.03	6.4					
			4	0.44	0.06	13					
			5	0.52	0.05	9.5					
			6	0.62	0.05	8.0					
		2.5	1	2.52	0.26	10	2.4	0.2	8.7	0.8	0.9
			2	2.56	0.30	12					
			3	2.39	0.32	13					
			4	2.01	0.25	12					
			5	2.39	0.29	12					
			6	2.55	0.25	10					
		25	1	22.9	3.54	15	24	2.3	9.6	7.6	9.5
			2	25.0	2.74	11					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	地表水加标精密测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			3	23.6	2.29	10					
			4	22.0	2.71	12					
			5	22.7	2.27	10					
			6	28.3	2.64	9.3					
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	1	0.50	0.06	13	0.51	0.04	8.0	0.1	0.2
			2	0.51	0.03	5.4					
			3	0.50	0.05	10					
			4	0.44	0.04	9.4					
			5	0.52	0.04	7.8					
			6	0.56	0.03	5.4					
		2.5	1	2.43	0.28	12	2.4	0.2	7.1	0.8	0.8
			2	2.54	0.15	5.8					
			3	2.24	0.27	12					
			4	2.13	0.20	10					
			5	2.30	0.30	13					
			6	2.54	0.39	15					
		25	1	23.7	2.88	12	24	1.9	7.8	7.7	8.8
			2	24.8	3.57	14					
			3	23.9	2.05	8.6					
			4	22.4	2.71	12					
			5	23.8	2.83	12					
			6	28.0	2.14	7.7					
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	1	0.49	0.05	9.3	0.52	0.07	13.6	0.1	0.2
			2	0.53	0.05	10					
			3	0.52	0.03	6.1					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	地表水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			4	0.41	0.05	12					
			5	0.55	0.05	8.2					
			6	0.62	0.04	6.8					
		2.5	1	2.43	0.25	10	2.4	0.3	11.5	0.6	0.9
			2	2.19	0.22	10					
			3	2.56	0.18	7.1					
			4	1.91	0.18	9.2					
			5	2.43	0.21	8.7					
			6	2.66	0.20	7.6					
		25	1	22.5	2.75	12.2	24	2.3	9.8	7.3	9.3
			2	23.9	2.10	8.8					
			3	25.6	2.57	10					
			4	21.2	3.03	14					
			5	21.3	2.41	11					
			6	26.9	2.77	10					
10	O ₈ CDF	1.0	1	0.67	0.07	11	0.71	0.22	30.3	0.3	0.7
			2	0.61	0.14	23					
			3	0.63	0.11	17					
			4	0.61	0.04	6.5					
			5	0.60	0.13	21					
			6	1.15	0.07	6.5					
		5.0	1	3.94	0.48	12	4.1	0.7	16.7	1.2	2.2
			2	4.05	0.40	10					
			3	4.14	0.52	13					
			4	3.27	0.27	8					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	地表水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			5	4.09	0.40	10					
			6	5.41	0.52	10					
		50	1	39.3	4.14	10.5	42	6.5	15.5	11.7	21.1
			2	39.4	5.29	13.4					
			3	39.5	4.83	12.2					
			4	36.8	3.13	8.5					
			5	41.8	3.17	7.6					
			6	54.8	4.03	7.4					
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	1	0.100	0.010	10	0.09	0.01	7.7	0.03	0.03
			2	0.091	0.011	13					
			3	0.092	0.012	13					
			4	0.083	0.004	4.7					
			5	0.101	0.009	8.8					
			6	0.102	0.014	13					
		0.50	1	0.46	0.06	13	0.4	0.04	8.4	0.17	0.2
			2	0.46	0.07	14					
			3	0.44	0.06	15					
			4	0.39	0.05	13					
			5	0.41	0.05	12					
			6	0.49	0.07	14					
		5.0	1	5.05	0.55	11	5	0.6	11.1	1.2	1.9
			2	4.88	0.44	9.0					
			3	4.73	0.41	8.7					
			4	4.44	0.36	8.1					
			5	5.04	0.48	10					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	地表水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			6	6.07	0.32	5.2					
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	1	0.53	0.03	4.8	0.51	0.03	5.9	0.1	0.1
			2	0.52	0.03	6.6					
			3	0.53	0.07	13					
			4	0.47	0.02	4.9					
			5	0.48	0.04	7.9					
			6	0.53	0.06	11					
		2.5	1	2.47	0.26	10	2.4	0.2	8.4	0.8	0.9
			2	2.50	0.34	13					
			3	2.16	0.17	8.1					
			4	2.17	0.36	16					
			5	2.37	0.24	10					
			6	2.67	0.29	11					
		25	1	22.7	2.15	9.5	23	1.8	7.9	6.6	7.8
			2	21.9	2.36	11					
			3	23.0	2.65	12					
			4	21.0	2.66	13					
			5	23.0	2.39	10					
			6	26.3	1.75	6.7					
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	1	0.50	0.02	4.8	0.52	0.05	8.7	0.1	0.2
			2	0.54	0.03	5.2					
			3	0.51	0.06	11					
			4	0.44	0.02	4.5					
			5	0.53	0.04	6.8					
			6	0.58	0.06	10					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	地表水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
		2.5	1	2.39	0.34	14	2.4	0.2	6.6	0.8	0.8
			2	2.33	0.28	12					
			3	2.47	0.21	8.6					
			4	2.24	0.23	10					
			5	2.32	0.25	11					
			6	2.69	0.33	12					
		25	1	22.0	1.70	7.7	23	1.8	8.0	5.7	7.2
			2	23.4	2.45	10					
			3	22.3	1.89	8.4					
			4	20.3	2.53	12					
			5	21.9	1.54	7.1					
			6	25.6	1.94	7.6					
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	1	0.51	0.03	6.7	0.51	0.04	7.0	0.1	0.1
			2	0.50	0.03	6.3					
			3	0.54	0.05	8.6					
			4	0.46	0.02	4.8					
			5	0.51	0.05	10					
			6	0.56	0.06	10					
		2.5	1	2.55	0.26	10	2.4	0.2	9.3	0.8	1.0
			2	2.62	0.26	10					
			3	2.39	0.31	13					
			4	2.00	0.35	18					
			5	2.36	0.27	12					
			6	2.52	0.31	12					
		25	1	24.7	1.70	6.9	24	1.8	7.7	6.3	7.7

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	地表水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			2	22.7	2.87	13					
			3	22.6	2.25	10					
			4	21.1	2.52	12					
			5	24.1	2.30	10					
			6	26.3	1.55	5.9					
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	1	0.51	0.03	5.7	0.51	0.04	8.2	0.1	0.1
			2	0.53	0.03	5.9					
			3	0.53	0.04	7.7					
			4	0.45	0.03	6.9					
			5	0.48	0.04	8.6					
			6	0.58	0.04	6.2					
		2.5	1	2.53	0.38	15	2.4	0.2	9.6	0.8	1.0
			2	2.38	0.35	15					
			3	2.47	0.21	8.5					
			4	2.03	0.20	10					
			5	2.41	0.26	11					
			6	2.74	0.22	7.9					
		25	1	21.3	2.21	10	23	2.3	10.1	6.6	8.9
			2	25.1	2.14	8.6					
			3	23.3	2.81	12					
			4	20.3	2.56	13					
			5	22.6	2.09	9.3					
			6	26.6	2.33	8.7					
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	1	0.54	0.03	6.0	0.51	0.04	7.4	0.1	0.1
			2	0.51	0.03	5.9					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	地表水加标精密度的测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			3	0.49	0.04	8.2					
			4	0.46	0.02	4.6					
			5	0.49	0.03	6.9					
			6	0.57	0.04	7.1					
		2.5	1	2.65	0.22	8.2	2.5	0.2	8.5	0.9	1.0
			2	2.55	0.35	14					
			3	2.41	0.28	12					
			4	2.12	0.25	12					
			5	2.42	0.31	13					
			6	2.70	0.39	15					
		25	1	24.2	2.83	12	23	2.3	10.0	6.4	8.7
			2	22.0	1.64	7.5					
			3	21.9	2.14	10					
			4	20.0	2.45	12					
			5	22.8	1.96	8.6					
			6	26.8	2.45	9.2					
17	O ₈ CDD	1.0	1	0.66	0.12	18	0.69	0.04	5.8	0.3	0.3
			2	0.69	0.08	11					
			3	0.64	0.14	21					
			4	0.69	0.10	15					
			5	0.69	0.09	13					
			6	0.76	0.09	12					
		5.0	1	3.79	0.27	7	3.7	0.4	9.9	0.9	1.3
			2	3.99	0.27	6.8					
			3	3.86	0.26	7					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	地表水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			4	2.98	0.33	11					
			5	3.87	0.28	7.1					
			6	3.65	0.47	13					
		50	1	37.9	4.04	10.6	38	2.5	6.6	9.1	10.9
			2	38.9	2.45	6.3					
			3	38.4	3.74	9.7					
			4	33.2	3.23	10					
			5	39.7	2.84	7.2					
			6	40.1	2.98	7.4					
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	1	1.01	0.08	8.3	1.02	0.02	2.0	0.2	0.2
			2	1.00	0.09	8.9					
			3	1.06	0.09	8.9					
			4	1.02	0.07	6.7					
			5	1.01	0.08	7.9					
			6	1.01	0.09	8.9					
		5.0	1	4.83	0.51	11	4.77	0.12	2.5	1.5	1.5
			2	4.86	0.55	11					
			3	4.55	0.43	9.4					
			4	4.84	0.61	13					
			5	4.70	0.52	11					
			6	4.82	0.49	10					
		50	1	46.8	4.49	10	46.7	0.49	1.0	13.8	13.8
			2	46.0	5.25	11					
			3	46.6	5.17	11					
			4	46.6	5.79	12					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	地表水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			5	47.5	4.61	10					
			6	46.7	4.12	8.8					

表 2-5 工业废水实际样品精密度测试数据汇总表

序号	化合物简称	实验室编号	工业废水实际样品精密度测试数据汇总							
			平均值	标准偏差	相对标准偏差	室间平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
			(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
1	2,3,7,8-T4CDF	1	0.22	0.04	18	0.27	0.05	17.5	0.18	0.21
		2	0.30	0.08	28					
		3	0.32	0.07	22					
		4	0.22	0.05	21					
		5	0.24	0.08	35					
		6	0.30	0.06	19					
2	1,2,3,7,8-P5CDF	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
3	2,3,4,7,8-P3CDF	1	0.27	0.05	18	0.29	0.04	13.5	0.2	0.2
		2	0.36	0.07	20					
		3	0.25	0.06	22					
		4	0.33	0.08	23					

序号	化合物简称	实验室编号	工业废水实际样品精密度测试数据汇总							
			平均值	标准偏差	相对标准偏差	室间平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
			(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	5	0.28	0.07	26	0.24	0.03	10.8	0.1	0.1
		6	0.27	0.05	19					
		1	0.22	0.05	25					
		2	0.22	0.05	22					
		3	0.23	0.04	19					
		4	0.29	0.05	19					
		5	0.24	0.03	13					
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	6	0.25	0.07	27	0.21	0.02	10.4	0.1	0.1
		1	0.21	0.05	22					
		2	0.21	0.03	14					
		3	0.17	0.04	22					
		4	0.24	0.03	13					
		5	0.22	0.03	14					
		6	0.21	0.03	12					
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					

序号	化合物简称	实验室编号	工业废水实际样品精密度测试数据汇总							
			平均值	标准偏差	相对标准偏差	室间平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
			(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)	
		6	ND	/	/					
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1	0.28	0.07	24	0.23	0.03	13.7	0.2	0.2
		2	0.27	0.08	28					
		3	0.23	0.08	34					
		4	0.21	0.02	7.3					
		5	0.20	0.01	6.4					
		6	0.22	0.06	28					
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
10	O ₈ CDF	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					

序号	化合物简称	实验室编号	工业废水实际样品精密度测试数据汇总							
			平均值	标准偏差	相对标准偏差	室间平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
			(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1	ND	/	/	/	/	/	/	/
		2	ND	/	/					
		3	ND	/	/					
		4	ND	/	/					
		5	ND	/	/					
		6	ND	/	/					
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1	0.32	0.09	27	0.25	0.04	15.2	0.2	0.2

序号	化合物简称	实验室编号	工业废水实际样品精密度测试数据汇总							
			平均值	标准偏差	相对标准偏差	室间平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
			(pg/L)		(%)	(pg/L)		(%)	(pg/L)	
		2	0.26	0.09	35					
		3	0.22	0.08	34					
		4	0.23	0.04	19					
		5	0.21	0.06	28					
		6	0.25	0.04	14					
17	O ₈ CDD	1	3.64	1.48	41	2.34	0.67	28.6	2.2	2.7
		2	2.20	0.40	18					
		3	2.25	0.72	32					
		4	2.21	0.66	30					
		5	1.75	0.18	10					
		6	1.96	0.58	30					
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L/)	1	0.21	0.025	12	0.23	0.02	9.1	0.12	0.12
		2	0.26	0.039	15					
		3	0.21	0.041	20					
		4	0.24	0.049	20					
		5	0.22	0.050	23					
		6	0.22	0.039	18					

表 2-6 工业废水加标精密度测试数据汇总表

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	工业废水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	1	0.094	0.010	10.9	0.095	0.01	9.7	0.03	0.04
			2	0.101	0.012	12.1					
			3	0.096	0.016	16.9					
			4	0.085	0.012	13.6					
			5	0.085	0.014	15.9					
			6	0.109	0.010	9.3					
		0.50	1	0.45	0.05	11.7	0.48	0.05	10.5	0.14	0.2
			2	0.50	0.06	12.8					
			3	0.49	0.04	7.3					
			4	0.41	0.05	12.9					
			5	0.46	0.05	11.5					
			6	0.56	0.03	4.7					
		5.0	1	5.04	0.46	9.1	4.8	0.4	8.7	1.5	1.8
			2	4.58	0.55	11.9					
			3	4.69	0.58	12.3					
			4	4.27	0.48	11.3					
			5	5.01	0.56	11.3					
			6	5.48	0.63	11.4					
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	1	0.53	0.04	8.4	0.53	0.05	9.3	0.1	0.2
			2	0.53	0.03	6.5					
			3	0.53	0.04	8.5					
			4	0.44	0.03	6.7					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	工业废水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)
			5	0.55	0.02	4.2					
			6	0.59	0.05	8.1					
		2.5	1	2.37	0.29	12.3	2.4	0.3	11.0	0.7	1.0
			2	2.55	0.15	5.9					
			3	2.37	0.34	14.4					
			4	1.89	0.17	9.2					
			5	2.29	0.28	12.4					
			6	2.63	0.29	10.9					
		25	1	23.9	3.77	15.8	24	2.6	10.9	11.0	12.4
			2	25.1	3.47	13.8					
			3	20.2	2.03	10.0					
			4	21.7	2.78	12.8					
			5	24.3	4.07	16.8					
			6	27.6	6.10	22.1					
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	1	0.54	0.03	5.5	0.52	0.05	10.0	0.1	0.2
			2	0.55	0.04	7.2					
			3	0.52	0.04	8.6					
			4	0.43	0.04	8.9					
			5	0.50	0.04	7.0					
			6	0.59	0.04	6.5					
		2.5	1	2.17	0.23	10.7	2.4	0.3	11.3	0.6	0.9
			2	2.39	0.26	10.7					
			3	2.40	0.23	9.5					
			4	2.11	0.18	8.7					
			5	2.31	0.19	8.3					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	工业废水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)
			6	2.87	0.22	7.6					
		25	1	22.8	4.16	18.2	23	3.2	13.7	10.1	12.8
			2	22.8	3.66	16.1					
			3	24.2	2.83	11.7					
			4	18.1	3.20	17.7					
			5	24.9	2.87	11.5					
			6	27.9	4.49	16.1					
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	1	0.51	0.04	8.1	0.53	0.06	11.1	0.1	0.2
			2	0.55	0.05	9.0					
			3	0.57	0.02	2.6					
			4	0.43	0.04	9.4					
			5	0.51	0.05	9.6					
			6	0.60	0.05	8.1					
		2.5	1	2.33	0.35	14.9	2.4	0.3	11.5	0.7	1.0
			2	2.41	0.23	9.7					
			3	2.34	0.26	10.9					
			4	2.00	0.18	8.9					
			5	2.47	0.25	10.2					
			6	2.86	0.21	7.3					
		25	1	20.0	1.74	8.7	22	3.4	15.1	8.9	12.5
			2	24.3	4.02	16.5					
			3	20.3	2.93	14.4					
			4	18.2	1.54	8.4					
			5	24.0	3.83	16.0					
			6	27.2	4.00	14.7					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	工业废水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	1	0.52	0.02	3.7	0.52	0.04	8.2	0.1	0.2
			2	0.52	0.04	7.2					
			3	0.52	0.04	8.3					
			4	0.46	0.04	8.0					
			5	0.52	0.04	8.4					
			6	0.59	0.05	8.3					
		2.5	1	2.47	0.02	3.7	2.5	0.2	8.8	0.7	0.9
			2	2.60	0.17	6.6					
			3	2.65	0.28	10.7					
			4	2.13	0.29	13.7					
			5	2.34	0.27	11.6					
			6	2.71	0.40	14.7					
		25	1	25.3	0.02	3.7	24	2.9	12.0	6.4	10.0
			2	25.4	2.51	9.9					
			3	22.7	2.11	9.3					
			4	19.3	1.96	10.2					
			5	24.7	2.00	8.1					
			6	27.9	3.56	12.8					
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	1	0.54	0.03	5.5	0.53	0.05	8.7	0.1	0.2
			2	0.52	0.04	7.8					
			3	0.52	0.04	7.9					
			4	0.47	0.02	4.7					
			5	0.51	0.04	7.7					
			6	0.61	0.04	7.3					
		2.5	1	2.43	0.03	5.5	2.5	0.3	11.9	0.7	1.1

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	工业废水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)
			2	2.36	0.28	11.8					
			3	2.47	0.37	14.8					
			4	1.99	0.23	11.6					
			5	2.65	0.26	9.8					
			6	2.86	0.29	10.1					
		25	1	23.8	0.03	5.5	23	3.2	13.4	6.2	10.5
			2	21.5	1.74	8.1					
			3	23.4	2.24	9.6					
			4	19.8	2.03	10.3					
			5	23.3	2.30	9.8					
			6	29.2	3.44	11.8					
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	1	0.54	0.04	6.5	0.54	0.05	8.9	0.1	0.2
			2	0.52	0.04	8.0					
			3	0.53	0.03	6.0					
			4	0.48	0.02	3.2					
			5	0.52	0.03	5.9					
			6	0.62	0.04	5.8					
		2.5	1	2.16	0.14	6.4	2.4	0.3	11.4	0.8	1.1
			2	2.43	0.31	12.9					
			3	2.34	0.34	14.3					
			4	2.19	0.26	12.0					
			5	2.32	0.29	12.4					
			6	2.91	0.40	13.7					
		25	1	24.4	2.32	9.5	24	2.3	9.8	7.1	9.2
			2	23.6	2.76	11.7					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	工业废水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)
			3	22.9	2.92	12.7					
			4	20.9	2.82	13.5					
			5	23.3	2.89	12.4					
			6	28.0	1.01	3.6					
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	1	0.51	0.04	8.6	0.52	0.04	8.4	0.1	0.2
			2	0.51	0.03	5.4					
			3	0.52	0.05	8.8					
			4	0.45	0.03	5.8					
			5	0.52	0.04	7.8					
			6	0.59	0.04	6.9					
		2.5	1	2.57	0.20	8.0	2.4	0.2	10.2	0.8	1.0
			2	2.36	0.23	9.9					
			3	2.39	0.38	16.1					
			4	2.06	0.26	12.8					
			5	2.25	0.22	9.6					
			6	2.76	0.32	11.5					
		250	1	23.5	3.30	14.0	24	4.2	17.4	6.9	13.5
			2	25.3	2.10	8.3					
			3	25.7	3.10	12.0					
			4	18.7	2.39	12.7					
			5	21.6	2.03	9.4					
			6	31.3	1.30	4.2					
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	1	0.54	0.04	7.1	0.52	0.06	11.3	0.1	0.2
			2	0.50	0.04	7.4					
			3	0.50	0.04	7.5					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	工业废水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)
			4	0.45	0.04	7.9					
			5	0.49	0.04	8.0					
			6	0.62	0.05	8.4					
		2.5	1	2.53	0.28	11.1	2.3	0.2	8.5	0.8	0.9
			2	2.47	0.30	12.0					
			3	2.32	0.31	13.2					
			4	2.03	0.25	12.5					
			5	2.17	0.19	8.9					
			6	2.47	0.31	12.5					
		25	1	24.5	2.93	12.0	24	2.3	9.7	6.7	8.9
			2	22.9	1.88	8.2					
			3	23.8	2.02	8.5					
			4	20.6	1.92	9.3					
			5	22.2	2.19	9.9					
			6	27.3	3.17	11.6					
10	O ₈ CDF	1.0	1	0.54	0.04	7.7	0.57	0.06	10.1	0.2	0.2
			2	0.56	0.10	17.0					
			3	0.56	0.08	14.7					
			4	0.52	0.06	10.8					
			5	0.54	0.05	8.9					
			6	0.68	0.08	11.7					
		5.0	1	3.41	0.32	9.2	3.2	0.3	8.9	1.2	1.3
			2	3.08	0.56	18.3					
			3	3.42	0.54	15.9					
			4	2.72	0.21	7.8					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	工业废水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)
			5	3.43	0.49	14.2					
			6	3.39	0.24	7.1					
		50	1	38.9	2.96	7.6	37	5.5	14.9	10.4	18.0
			2	39.5	5.01	12.7					
			3	39.9	3.11	7.8					
			4	27.9	1.45	5.2					
			5	41.6	5.78	13.9					
			6	31.8	1.88	5.9					
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	1	0.097	0.012	12.4	0.09	0.01	8.7	0.03	0.04
			2	0.091	0.013	14.7					
			3	0.095	0.009	9.6					
			4	0.082	0.009	10.7					
			5	0.096	0.011	11.9					
			6	0.107	0.013	12.5					
		0.50	1	0.45	0.02	5.4	0.46	0.05	10.3	0.13	0.2
			2	0.49	0.05	10.0					
			3	0.47	0.05	10.9					
			4	0.38	0.04	10.2					
			5	0.48	0.06	11.7					
			6	0.52	0.06	10.9					
		5.0	1	4.73	0.42	8.9	5	0.6	12.5	1.1	1.9
			2	4.69	0.42	9.0					
			3	4.30	0.13	3.0					
			4	4.00	0.37	9.2					
			5	4.61	0.28	6.0					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	工业废水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)
			6	5.72	0.53	9.2					
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	1	0.53	0.04	8.2	0.53	0.04	8.1	0.1	0.2
			2	0.53	0.06	10.5					
			3	0.53	0.04	7.8					
			4	0.45	0.05	10.6					
			5	0.54	0.05	9.9					
			6	0.58	0.04	7.3					
		2.5	1	2.53	0.21	8.5	2.5	0.2	7.3	0.8	0.9
			2	2.38	0.32	13.5					
			3	2.49	0.25	10.0					
			4	2.15	0.29	13.6					
			5	2.54	0.38	14.9					
			6	2.67	0.29	10.7					
		25	1	21.4	1.62	7.6	23	2.5	10.7	6.4	9.0
			2	21.9	2.29	10.4					
			3	23.8	2.15	9.0					
			4	21.0	1.56	7.4					
			5	22.8	1.67	7.3					
			6	27.8	3.64	13.1					
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	1	0.50	0.03	6.8	0.50	0.05	10.4	0.1	0.2
			2	0.50	0.03	6.2					
			3	0.49	0.04	7.1					
			4	0.44	0.03	7.7					
			5	0.50	0.05	10.0					
			6	0.60	0.05	8.9					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	工业废水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)
		2.5	1	2.44	0.28	11.4	2.4	0.3	10.4	0.8	1.0
			2	2.49	0.34	13.8					
			3	2.46	0.22	8.9					
			4	1.99	0.20	10.0					
			5	2.44	0.20	8.1					
			6	2.78	0.34	12.1					
		25	1	23.1	2.54	11.0	23	2.1	9.2	5.8	7.9
			2	22.3	1.70	7.6					
			3	22.5	2.05	9.1					
			4	20.5	1.03	5.0					
			5	20.9	1.06	5.1					
			6	26.4	3.19	12.1					
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	1	0.50	0.04	8.1	0.49	0.03	6.8	0.1	0.2
			2	0.49	0.06	11.4					
			3	0.50	0.07	13.7					
			4	0.43	0.05	12.0					
			5	0.48	0.04	9.0					
			6	0.54	0.03	6.2					
		2.5	1	2.26	0.26	11.6	2.4	0.2	9.1	0.8	0.9
			2	2.64	0.27	10.1					
			3	2.36	0.22	9.4					
			4	2.11	0.27	12.8					
			5	2.39	0.27	11.3					
			6	2.69	0.32	11.8					
		25	1	21.8	2.35	10.7	23	2.8	12.0	6.5	9.8

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	工业废水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)
			2	22.8	1.71	7.5					
			3	23.4	2.26	9.6					
			4	19.7	1.85	9.4					
			5	24.0	2.13	8.9					
			6	28.1	3.23	11.5					
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	1	0.51	0.03	6.0	0.51	0.06	11.8	0.1	0.2
			2	0.53	0.03	5.0					
			3	0.51	0.05	10.0					
			4	0.41	0.03	8.1					
			5	0.50	0.04	7.7					
			6	0.59	0.04	7.6					
		2.5	1	2.33	0.36	15.4	2.4	0.2	8.0	0.9	1.0
			2	2.31	0.28	12.1					
			3	2.33	0.32	13.6					
			4	2.09	0.29	14.0					
			5	2.46	0.40	16.2					
			6	2.67	0.24	8.8					
		25	1	21.7	2.59	11.9	23	2.3	10.0	6.3	8.6
			2	23.5	2.00	8.5					
			3	22.2	1.97	8.9					
			4	20.0	1.94	9.7					
			5	22.5	2.32	10.3					
			6	26.8	2.59	9.7					
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	1	0.52	0.05	9.5	0.50	0.04	7.8	0.1	0.2
			2	0.52	0.06	11.7					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	工业废水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)
			3	0.51	0.03	6.8					
			4	0.43	0.04	10.1					
			5	0.49	0.04	7.8					
			6	0.54	0.04	8.0					
		2.5	1	2.38	0.30	12.5	2.4	0.2	7.5	0.8	0.9
			2	2.33	0.18	7.8					
			3	2.42	0.33	13.5					
			4	2.18	0.18	8.3					
			5	2.55	0.29	11.4					
			6	2.71	0.35	12.8					
		25	1	23.5	2.50	10.7	23	1.8	8.0	6.8	8.0
			2	23.7	1.55	6.5					
			3	23.3	2.52	10.8					
			4	19.7	2.33	11.8					
			5	21.9	2.75	12.6					
			6	24.9	2.66	10.7					
17	O ₈ CDD	1.0	1	0.56	0.10	18.4	0.59	0.04	7.0	0.3	0.3
			2	0.55	0.06	11.9					
			3	0.58	0.09	16.1					
			4	0.58	0.08	13.8					
			5	0.63	0.09	14.8					
			6	0.65	0.10	14.8					
		5.0	1	3.15	0.34	10.7	3.2	0.3	10.5	0.9	1.2
			2	3.44	0.32	9.4					
			3	3.52	0.21	6.0					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	工业废水加标精密度测试数据									
		平均值		标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限			
		(pg/L)		(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)			
			4	2.59	0.37	14.2							
			5	3.33	0.32	9.7							
			6	3.41	0.24	7.0							
		50	1	40.2	4.16	10.4	37	5.8	15.7	9.3	18.3		
			2	40.8	2.65	6.5							
			3	40.4	2.91	7.2							
			4	27.8	2.76	9.9							
			5	41.1	2.91	7.1							
			6	31.5	4.20	13.3							
			6	413	46.26	11.2							
		18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	1	1.05	0.04	3.9	1.03	0.09	8.8	0.1	0.3
					2	1.04	0.03	2.8					
					3	1.03	0.02	2.0					
4	0.88				0.02	1.9							
5	1.03				0.03	3.3							
6	1.16				0.03	2.4							
5.0	1			4.69	0.21	4.5	4.82	0.43	9.0	0.6	1.3		
	2			4.85	0.15	3.0							
	3			4.85	0.29	5.9							
	4			4.16	0.19	4.6							
	5			4.85	0.26	5.4							
	6			5.51	0.25	4.6							
50	1			45.4	2.4	5.3	46.7	5.19	11.1	6.7	16		
	2			45.9	2.5	5.5							
	3	46.3	1.7	3.6									

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	工业废水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(%)
			4	39.6	1.9	4.8					
			5	47.2	1.4	2.9					
			6	55.7	3.7	6.7					

表 2-7 海水加标精密度测试数据汇总表

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	海水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	1	0.093	0.007	7.2	0.093	0.013	13.6	0.02	0.04
			2	0.102	0.007	6.6					
			3	0.089	0.011	12.9					
			4	0.070	0.006	9.1					
			5	0.098	0.009	9.3					
			6	0.105	0.008	7.7					
		0.50	1	0.45	0.04	8.6	0.45	0.05	12.2	0.08	0.1
			2	0.46	0.03	5.4					
			3	0.44	0.03	6.9					
			4	0.34	0.03	8.4					
			5	0.47	0.03	6.0					
			6	0.51	0.02	4.8					
		5.0	1	4.30	0.15	3.4	4.4	0.7	15.3	1.0	2.1
			2	4.42	0.45	10.2					
			3	4.57	0.40	8.8					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	海水加标精密测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			4	3.22	0.23	7.1					
			5	4.80	0.26	5.3					
			6	5.22	0.44	8.3					
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	1	0.46	0.03	7.3	0.46	0.05	10.2	0.1	0.1
			2	0.46	0.04	8.7					
			3	0.46	0.03	7.0					
			4	0.37	0.03	7.7					
			5	0.48	0.02	4.6					
			6	0.50	0.04	7.9					
		2.5	1	2.01	0.10	5.0	2.0	0.2	11.9	0.2	0.2
			2	2.00	0.09	4.7					
			3	2.02	0.13	6.4					
			4	1.54	0.06	3.9					
			5	1.97	0.05	2.3					
			6	2.25	0.04	1.9					
		25	1	21.9	3.21	14.6	23	2.6	11.3	10.6	10.6
			2	23.4	4.97	21.3					
			3	23.8	3.37	14.2					
			4	18.6	2.48	13.3					
			5	22.8	4.35	19.1					
			6	26.5	3.80	14.3					
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	1	0.51	0.04	8.0	0.51	0.07	13.8	0.1	0.2
			2	0.51	0.04	7.8					
			3	0.50	0.04	9.0					
			4	0.40	0.04	9.8					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	海水加标精密测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			5	0.54	0.03	4.7					
			6	0.62	0.05	8.0					
		2.5	1	2.21	0.23	10.3	2.3	0.3	13.2	0.7	1.0
			2	2.57	0.25	9.9					
			3	2.35	0.24	10.3					
			4	1.75	0.20	11.5					
			5	2.35	0.20	8.5					
			6	2.57	0.29	11.2					
		25	1	23.5	3.68	15.7	23	1.8	7.7	7.9	8.8
			2	23.9	2.97	12.4					
			3	24.7	3.40	13.8					
			4	19.7	1.36	6.9					
			5	23.4	2.19	9.4					
			6	24.1	2.78	11.5					
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	1	0.50	0.04	8.9	0.51	0.05	9.0	0.1	0.2
			2	0.52	0.05	8.9					
			3	0.55	0.03	6.4					
			4	0.42	0.03	6.8					
			5	0.51	0.04	8.3					
			6	0.55	0.03	5.8					
		2.5	1	2.19	0.17	7.6	2.3	0.3	11.7	0.7	0.7
			2	2.39	0.32	13.5					
			3	2.26	0.31	13.5					
			4	1.81	0.24	13.0					
			5	2.35	0.24	10.2					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	海水加标精密测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			6	2.61	0.16	6.3					
		25	1	22.0	4.15	18.9	23	3.1	13.7	10.6	10.6
			2	23.9	3.28	13.7					
			3	22.9	4.76	20.8					
			4	17.9	3.10	17.3					
			5	22.0	3.44	15.7					
			6	27.5	3.75	13.6					
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	1	0.52	0.02	3.7	0.52	0.05	10.4	0.1	0.1
			2	0.53	0.05	9.7					
			3	0.51	0.04	8.6					
			4	0.42	0.02	5.0					
			5	0.53	0.04	7.5					
			6	0.59	0.06	10.7					
		2.5	1	2.29	0.02	3.7	2.3	0.3	14.5	0.7	1.1
			2	2.32	0.32	13.7					
			3	2.09	0.16	7.8					
			4	1.92	0.25	13.2					
			5	2.47	0.33	13.5					
			6	2.90	0.29	9.9					
		25	1	22.7	0.02	3.7	23	2.4	10.5	6.2	6.2
			2	22.6	3.28	14.5					
			3	23.2	2.64	11.4					
			4	18.0	1.54	8.6					
			5	23.5	2.38	10.1					
			6	25.0	1.93	7.8					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	海水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	1	0.52	0.03	5.5	0.51	0.05	10.8	0.1	0.2
			2	0.53	0.04	6.8					
			3	0.54	0.05	9.2					
			4	0.41	0.04	9.2					
			5	0.49	0.03	6.8					
			6	0.56	0.04	6.7					
		2.5	1	2.35	0.03	5.5	2.4	0.4	15.0	0.6	1.1
			2	2.32	0.25	10.7					
			3	2.73	0.12	4.3					
			4	1.89	0.23	12.1					
			5	2.28	0.29	12.5					
			6	2.91	0.22	7.5					
		25	1	23.3	0.03	5.5	23	2.4	10.5	7.1	9.4
			2	21.5	3.31	15.4					
			3	23.8	2.58	10.8					
			4	19.5	1.74	8.9					
			5	24.4	2.82	11.6					
			6	26.5	3.21	12.1					
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	1	0.51	0.04	8.3	0.51	0.05	10.5	0.1	0.1
			2	0.52	0.03	5.7					
			3	0.53	0.03	5.9					
			4	0.41	0.02	5.6					
			5	0.53	0.04	8.1					
			6	0.56	0.02	2.9					
		2.5	1	2.32	0.27	11.5	2.4	0.3	12.6	0.8	1.1

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	海水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			2	2.19	0.27	12.1					
			3	2.26	0.30	13.3					
			4	1.96	0.21	11.0					
			5	2.69	0.28	10.6					
			6	2.72	0.32	11.8					
		25	1	23.0	1.74	7.6	23	2.5	10.8	6.0	6.0
			2	24.2	1.82	7.5					
			3	23.3	2.67	11.5					
			4	18.6	1.65	8.9					
			5	24.9	2.23	9.0					
			6	25.7	2.45	9.5					
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.5	1	0.52	0.04	8.5	0.52	0.06	11.5	0.1	0.1
			2	0.52	0.04	7.5					
			3	0.51	0.03	6.6					
			4	0.41	0.03	8.2					
			5	0.53	0.03	6.0					
			6	0.60	0.04	6.5					
		2.5	1	2.34	0.31	13.1	2.4	0.2	8.5	0.8	0.9
			2	2.23	0.18	8.2					
			3	2.41	0.27	11.2					
			4	2.12	0.07	3.5					
			5	2.39	0.35	14.5					
			6	2.71	0.37	13.6					
		25	1	24.2	2.69	11.1	23	2.4	10.2	7.5	7.5
			2	24.1	2.61	10.8					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	海水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			3	25.1	2.68	10.7					
			4	18.6	1.75	9.4					
			5	24.1	3.52	14.6					
			6	24.5	2.62	10.7					
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	1	0.49	0.03	6.6	0.50	0.05	9.0	0.1	0.2
			2	0.52	0.03	6.3					
			3	0.54	0.04	8.0					
			4	0.42	0.03	7.9					
			5	0.51	0.03	6.3					
			6	0.54	0.02	4.5					
		2.5	1	2.32	0.23	9.9	2.4	0.2	9.9	0.7	0.7
			2	2.41	0.34	14.1					
			3	2.45	0.24	9.6					
			4	1.91	0.14	7.3					
			5	2.49	0.16	6.4					
			6	2.56	0.28	10.8					
		25	1	24.7	2.16	8.7	23	2.5	11.1	7.0	7.0
			2	23.0	2.71	11.8					
			3	23.8	2.88	12.1					
			4	18.0	2.57	14.3					
			5	22.7	2.43	10.7					
			6	24.8	2.18	8.8					
10	O ₈ CDF	1.0	1	0.73	0.05	7.3	0.67	0.08	12.4	0.2	0.3
			2	0.70	0.08	11.0					
			3	0.67	0.06	8.9					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	海水加标精密测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			4	0.51	0.04	8.0					
			5	0.74	0.07	10.1					
			6	0.66	0.04	6.4					
		5.0	1	3.42	0.30	8.7	3.5	0.4	10.2	0.8	0.8
			2	3.96	0.19	4.8					
			3	3.68	0.32	8.6					
			4	2.91	0.32	11.0					
			5	3.64	0.25	6.8					
			6	3.35	0.27	8.0					
		50	1	42.6	2.74	6.4	39	6.9	17.9	7.6	20.6
			2	44.3	3.06	6.9					
			3	42.9	3.02	7.0					
			4	29.0	1.92	6.6					
			5	42.9	3.05	7.1					
			6	30.7	2.39	7.8					
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	1	0.094	0.011	11.3	0.09	0.01	11.8	0.03	0.03
			2	0.094	0.011	12.2					
			3	0.099	0.012	11.8					
			4	0.073	0.005	7.5					
			5	0.089	0.008	8.5					
			6	0.105	0.010	9.3					
		0.50	1	0.48	0.07	14.2	0.47	0.07	14.4	0.13	0.2
			2	0.48	0.04	8.3					
			3	0.50	0.05	9.1					
			4	0.35	0.04	10.9					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	海水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			5	0.46	0.03	7.2					
			6	0.55	0.04	7.1					
		5.0	1	4.91	0.26	5.2	5	0.6	12.0	0.8	1.8
			2	4.80	0.33	6.9					
			3	4.70	0.25	5.3					
			4	3.86	0.38	9.8					
			5	4.68	0.19	4.0					
			6	5.65	0.30	5.3					
12	1,2,3,7,8-PCDD	0.50	1	0.46	0.02	3.6	0.48	0.06	12.5	0.1	0.2
			2	0.54	0.05	8.7					
			3	0.50	0.06	11.4					
			4	0.38	0.04	9.7					
			5	0.49	0.04	7.3					
			6	0.54	0.04	7.1					
		2.5	1	2.23	0.29	13.2	2.3	0.3	11.7	0.8	0.8
			2	2.30	0.28	12.1					
			3	2.28	0.24	10.5					
			4	1.85	0.26	13.9					
			5	2.51	0.17	6.8					
			6	2.63	0.34	13.0					
		25	1	22.5	2.82	12.5	23	2.4	10.4	6.9	6.9
			2	23.9	2.37	9.9					
			3	23.1	1.90	8.2					
			4	18.4	2.30	12.5					
			5	22.9	2.89	12.7					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	海水加标精密测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			6	25.5	2.47	9.7					
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	1	0.52	0.06	10.9	0.49	0.04	8.5	0.1	0.2
			2	0.50	0.02	3.5					
			3	0.49	0.03	6.8					
			4	0.42	0.04	8.6					
			5	0.47	0.04	8.4					
			6	0.53	0.07	12.7					
		2.5	1	2.49	0.40	16.2	2.4	0.4	15.3	0.8	1.3
			2	2.32	0.13	5.4					
			3	2.36	0.26	11.2					
			4	1.87	0.31	16.5					
			5	2.43	0.28	11.4					
			6	3.03	0.26	8.5					
		25	1	22.4	2.15	9.6	22	3.0	13.7	5.6	5.6
			2	21.6	1.83	8.4					
			3	22.2	2.62	11.8					
			4	16.5	1.78	10.8					
			5	22.1	2.27	10.3					
			6	25.8	0.94	3.6					
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	1	0.49	0.05	10.2	0.49	0.06	12.1	0.1	0.1
			2	0.49	0.06	12.4					
			3	0.51	0.05	10.7					
			4	0.39	0.02	6.3					
			5	0.52	0.03	5.6					
			6	0.57	0.04	7.9					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	海水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
		2.5	1	2.54	0.23	9.2	2.5	0.3	11.9	0.8	0.8
			2	2.62	0.32	12.4					
			3	2.54	0.31	12.2					
			4	1.94	0.26	13.3					
			5	2.31	0.30	13.1					
			6	2.77	0.28	10.0					
		25	1	21.5	2.30	10.7	23	3.6	15.9	6.2	11.5
			2	21.3	3.00	14.1					
			3	25.9	1.17	4.5					
			4	17.3	2.21	12.8					
			5	22.9	1.80	7.8					
			6	27.4	2.29	8.4					
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	1	0.50	0.05	9.8	0.49	0.07	13.5	0.1	0.1
			2	0.49	0.04	8.4					
			3	0.52	0.04	8.3					
			4	0.37	0.03	8.4					
			5	0.48	0.02	4.8					
			6	0.58	0.06	9.9					
		2.5	1	2.36	0.26	11.1	2.4	0.3	14.1	0.7	0.7
			2	2.46	0.30	12.2					
			3	2.50	0.31	12.3					
			4	1.76	0.22	12.7					
			5	2.37	0.26	10.8					
			6	2.76	0.22	7.8					
		25	1	22.0	1.48	6.7	22	2.8	12.5	5.4	5.4

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	海水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			2	22.2	1.65	7.4					
			3	22.3	2.64	11.8					
			4	17.7	1.25	7.1					
			5	22.5	1.43	6.3					
			6	26.5	2.54	9.6					
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	1	0.50	0.04	8.3	0.48	0.06	12.4	0.1	0.1
			2	0.50	0.05	10.4					
			3	0.48	0.03	6.3					
			4	0.37	0.03	7.5					
			5	0.49	0.05	9.3					
			6	0.55	0.04	7.9					
		2.5	1	2.46	0.25	10.1	2.4	0.3	11.3	0.8	0.8
			2	2.21	0.34	15.6					
			3	2.40	0.32	13.2					
			4	1.90	0.19	10.2					
			5	2.46	0.17	7.1					
			6	2.67	0.38	14.1					
		25	1	23.2	2.24	9.7	23	3.7	16.0	6.4	11.8
			2	20.9	2.73	13.0					
			3	24.9	2.35	9.4					
			4	18.0	1.32	7.3					
			5	22.4	2.95	13.2					
			6	28.8	1.68	5.8					
17	O ₈ CDD	1.0	1	0.70	0.06	8.2	0.66	0.08	12.1	0.2	0.2
			2	0.72	0.05	6.5					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	海水加标精密测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			3	0.72	0.09	12.5					
			4	0.51	0.05	9.4					
			5	0.67	0.07	10.6					
			6	0.65	0.06	9.7					
		5.0	1	3.56	0.34	9.5	3.6	0.5	13.8	0.9	1.6
			2	3.97	0.25	6.3					
			3	4.08	0.27	6.6					
			4	2.72	0.28	10.2					
			5	3.95	0.20	5.1					
			6	3.52	0.44	12.4					
		50	1	43.1	2.06	4.8	39	6.3	16.2	7.4	7.4
			2	43.3	2.04	4.7					
			3	43.1	2.03	4.7					
			4	30.3	3.75	12.4					
			5	43.1	1.99	4.6					
			6	31.6	3.37	10.7					
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	1	0.98	0.03	3.0	0.99	0.11	11.5	0.1	0.1
			2	1.02	0.04	3.8					
			3	1.01	0.03	3.3					
			4	0.79	0.03	4.4					
			5	1.01	0.02	2.0					
			6	1.13	0.04	3.4					
		5.0	1	4.58	0.20	4.5	4.65	0.57	12.2	0.6	0.6
			2	4.80	0.15	3.1					
			3	4.71	0.28	5.9					

序号	化合物简称	加标值	实验室 编号	海水加标精密度测试数据							
				平均值	标准偏差	相对标准偏差	平均值	标准偏差	相对标准偏差	重复性限	再现性限
		(pg/L)		(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)	(%)	(pg/L)	(pg/L)
			4	3.64	0.29	8.0					
			5	4.81	0.15	3.1					
			6	5.37	0.24	4.5					
		50.0	1	45.9	2.5	5.5	45.9	4.67	10.2	5.9	5.9
			2	46.8	2.9	6.2					
			3	47.4	2.2	4.5					
			4	37.3	1.1	2.9					
			5	46.4	1.6	3.4					
			6	51.6	2.0	3.8					

2.3 方法正确度数据汇总

2.3.1 空白加标样品正确度

6家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量质量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的空白样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类回收率范围分别为 55.1%~133%、53.9%~130%、57.1%~116%；加标回收率最终值分别为 $85.1\% \pm 30.6\%$ ~ $101\% \pm 14.6\%$ 、 $83.0\% \pm 36.6\%$ ~ $96.5\% \pm 36.1\%$ 、 $81.1\% \pm 26.8\%$ ~ $93.8\% \pm 10.2\%$ 。二噁英类毒性当量质量浓度的加标回收率范围分别为 87.3%~110%、79.8%~110%、82.3%~105%；加标回收率最终值分别为 $95.3\% \pm 18.0\%$ 、 $93.4\% \pm 19.6\%$ 、 $92.6\% \pm 16.6\%$ 。详见表 2-8。

2.3.2 地表水样品正确度

6家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量质量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的地表水样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类加标回收率范围分别为 60.4%~124%、59.5%~111%、66.4%~122%；加标回收率最终值分别为 $68.8\% \pm 8.0\%$ ~ $104\% \pm 28.3\%$ 、 $73.8\% \pm 14.7\%$ ~ $99.0\% \pm 16.9\%$ 、 $76.1\% \pm 10.0\%$ ~ $101\% \pm 22.3\%$ 。二噁英类毒性当量质量浓度的加标回收率范围分别为 89.2%~112%、82.8%~105%、85%~105%；加标回收率最终值分别为 $101\% \pm 14.8\%$ 、 $94.3\% \pm 14.6\%$ 、 $93.8\% \pm 12.8\%$ 。详见表 2-9。

2.3.3 工业废水正确度

6家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量质量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的工业废水样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类加标回收率范围分别为 51.8%~124%、51.9%~117%、55.6%~125%；加标回收率最终值分别为 $56.6\% \pm 11.4\%$ ~ $107\% \pm 19.0\%$ 、 $64.8\% \pm 11.5\%$ ~ $99.4\% \pm 17.4\%$ 、 $73.2\% \pm 21.8\%$ ~ $97.5\% \pm 34.0\%$ 。二噁英类毒性当量质量浓度的加标回收率范围分别为 87.6%~116%、83.1%~110%、79.0%~110%；加标回收率最终值分别为 $103\% \pm 18.2\%$ 、 $96.2\% \pm 17.2\%$ 、 $93.0\% \pm 19.9\%$ 。详见表 2-10。

2.3.4 海水样品正确度

6家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量质量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的海水加标样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类加标回收率范围分别为 50.8%~124%、54.4%~121%和 58.0%~115%；加标回收率最终值分别为 $66.2\% \pm 16.0\%$ ~ $104\% \pm 21.5\%$ 、 $69.8\% \pm 14.3\%$ ~ $98.2\% \pm 23.3\%$ 和 $77.5\% \pm 27.7\%$ ~ $95.3\% \pm 22.9\%$ 。二噁英类毒性当量质量浓度的加标回收率范围分别为 78.3%~113%、72.6%~107%和 74.5%~107%；加标回收率最终值分别为 $98.9\% \pm 22.7\%$ 、 $92.9\% \pm 22.6\%$ 和 $92.4\% \pm 20.9\%$ 。详见表 2-11。

表 2-8 空白加标正确度测试数据汇总表

序号	化合物简称	加标水平 (pg/L)	P (%)						P 平均值 (%)	Sp (%)	P±2Sp (%)	加标回收率范围 (%)
			实验室编号									
			1	2	3	4	5	6				
1	2,3,7,8-T4CDF	0.10	97.0	98.0	88.0	96.0	101	118	99.7	10.0	99.7±19.9	88~118
		0.50	99.6	89.4	75.6	98.8	90.0	124	96.2	16.1	96.2±32.1	75.6~124
		5.0	85.7	92.8	80.6	90.1	94.6	116	93.3	12.2	93.3±24.5	80.6~116
2	1,2,3,7,8-P5CDF	0.50	102	89.4	85.0	100	92.2	102	95.2	7.3	95.2±14.6	85~102
		2.5	89.8	88.7	78.3	104	89.9	103	92.3	9.7	92.3±19.4	78.3~104
		25	84.3	95.0	80.7	97.3	95.1	104	92.8	8.7	92.8±17.4	80.7~104
3	2,3,4,7,8-P5CDF	0.50	105	90.0	87.2	84.0	91.2	105	93.7	9.1	93.7±18.2	84~105
		2.5	93.4	89.1	79.8	88.4	91.4	105	91.2	8.2	91.2±16.4	79.8~105
		25	85.0	93.8	82.1	87.7	95.7	103	91.3	7.8	91.3±15.6	82.1~103
4	1,2,3,4,7,8-H6CDF	0.50	108	94.4	90.6	85.8	94.6	105	96.4	8.5	96.4±17.0	85.8~108
		2.5	94.8	93.6	83.2	86.8	90.7	104	92.3	7.3	92.3±14.6	83.2~104
		25	89.1	96.6	85.4	83.1	95.8	102	92.0	7.3	92.0±14.5	83.1~102
5	1,2,3,6,7,8-H6CDF	0.50	107	89.4	90.8	84.6	96.0	107	95.8	9.4	95.8±18.8	84.6~107
		2.5	97.2	90.3	83.4	88.2	92.0	106	92.9	7.9	92.9±15.7	83.4~106
		25	88.6	95.8	86.4	85.5	94.6	104	92.4	6.9	92.4±13.8	85.5~104
6	2,3,4,6,7,8-H6CDF	0.50	106	90.6	94.0	87.4	98.0	110	98.7	8.9	97.7±17.7	87.4~110
		2.5	95.0	91.3	82.6	95.5	91.5	108	93.9	8.1	93.9±16.3	82.6~108
		25	87.8	95.5	85.8	85.8	95.3	106	92.6	7.7	92.6±15.5	85.8~106
7	1,2,3,7,8,9-H6CDF	0.50	103	96.0	95.6	88.6	93.4	110	97.8	7.6	97.8±15.2	88.6~110
		2.5	94.0	92.4	83.2	90.3	92.7	109	93.6	8.5	93.6±17.1	83.2~109
		25	86.5	95.4	84.7	86.0	95.4	105	92.2	7.9	92.2±15.8	84.7~105
8	1,2,3,4,6,7,8-H7CDF	0.50	108	94.0	91.6	104	98.4	109	101	7.3	101±14.6	91.6~109

序号	化合物简称	加标水平 (pg/L)	<i>P</i> (%)						<i>P</i> 平均值 (%)	<i>S_p</i> (%)	<i>P</i> ±2 <i>S_p</i> (%)	加标回收率范围 (%)
			实验室编号									
			1	2	3	4	5	6				
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	2.5	94.6	91.6	85.0	105	93.2	108	96.2	8.6	96.2±17.3	85~108
		25	88.2	96.0	88.1	94.1	94.8	102	93.8	5.1	93.8±10.2	88.1~102
		0.50	102	91.4	98.8	88.8	98.0	120	99.8	11.1	99.8±22.2	88.8~120
		2.5	94.9	89.9	84.6	86.8	91.3	113	93.4	10.2	93.4±20.3	84.6~113
		25	87.9	94.8	85.2	79.8	96.7	108	92.1	9.9	92.1±19.9	79.8~108
10	O ₈ CDF	1.0	93.7	86.8	85.5	92.0	55.1	97	85.1	15.3	85.1±30.6	55.1~97.3
		5.0	87.6	89.4	73.1	108.6	53.9	85	83.0	18.3	83.0±36.6	53.9~109
		50	82.1	93.9	75.4	89.6	57.1	89	81.1	13.4	81.1±26.8	57.1~93.9
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	91.0	89.0	88.0	79.0	87.0	133	94.5	19.3	94.5±38.6	79~133
		0.50	94.6	87.4	76.8	95.6	94.0	130	96.5	18.1	96.5±36.1	76.8~130
		5.0	87.0	93.2	78.8	89.9	96.3	114	93.3	11.9	93.3±23.9	78.8~114
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	102	91.4	83.2	92.2	88.8	108	94.3	9.2	94.3±18.4	83.2~108
		2.5	88.8	89.6	78.5	99.5	91.6	110	93.0	10.8	93.0±21.5	78.5~110
		25	82.5	95.5	80.6	99.1	95.0	105	92.9	9.4	92.9±18.9	80.6~105
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	111	94.4	84.4	89.2	94.0	105	96.4	10.1	96.4±20.1	84.4~111
		2.5	96.5	95.0	80.5	92.9	96.8	107	94.8	8.5	94.8±17.0	80.5~107
		25	86.9	98.8	85.6	83.9	99.2	101	92.6	7.9	92.6±15.7	83.9~101
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	104	91.2	85.6	84.8	98.6	109	95.5	10.0	95.5±19.9	84.8~109
		2.5	90.6	90.3	78.8	92.1	92.9	112	92.8	10.8	92.8±21.7	78.8~112
		25	84.9	97.4	81.4	86.0	96.5	110	92.7	10.7	92.7±21.4	81.4~110
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	94.2	94.2	82.6	93.0	100	102	94.4	6.9	94.4±13.8	82.6~102
		2.5	90.9	94.3	75.5	106	101	108	95.9	11.9	95.9±23.9	75.5~108
		25	85.5	99.4	80.2	93.5	103	101	93.8	9.2	93.8±18.3	80.2~103
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	99.6	95.4	92.6	84.6	97.2	115	97.4	10.1	97.4±20.3	84.6~115
		2.5	90.8	90.5	83.8	89.0	90.8	115	93.3	10.9	93.3±21.7	83.8~115

序号	化合物简称	加标水平 (pg/L)	P (%)						P 平均值 (%)	Sp (%)	P±2Sp (%)	加标回收率范围 (%)
			实验室编号									
			1	2	3	4	5	6				
		25	88.5	93.4	86.5	85.7	93.3	106	92.2	7.3	92.2±14.7	85.7~106
17	O ₈ CDD	1.0	107	94.4	93.0	93.4	94.5	112	99.1	8.4	99.1±16.7	93.0~112
		5.0	91.6	90.0	80.4	95.6	91.1	108	92.8	8.9	92.8±17.9	80.4~108
		50	86.1	94.1	83.2	90.0	94.6	105	92.1	7.6	92.1±15.1	83.2~105
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	103	91.6	87.3	87.8	92.5	110	95.3	9.0	95.3±18.0	87.3~110
		5.0	92.8	90.4	79.8	94.3	92.7	110	93.4	9.8	93.4±19.6	79.8~110
		50	85.5	95.5	82.3	90.7	96.2	105	92.6	8.3	92.6±16.6	82.3~105

表 2-9 地表水加标正确度测试数据汇总表

序号	化合物简称	加标水平 (pg/L)	P (%)						P 平均值 (%)	Sp (%)	P±2Sp (%)	加标回收率范围 (%)
			实验室编号									
			1	2	3	4	5	6				
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	101	91.9	92.1	79.7	87.9	111	93.9	10.8	93.9±21.5	79.7~111
		0.50	96.7	91.0	103.2	80.4	93.5	96.4	93.6	7.6	93.6±15.2	80.4~103
		5.0	93.2	96.6	93.0	89.3	92.3	108	95.4	6.6	95.4±13.2	89.3~108
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	100	95.9	109	82.6	101	120	101	12.6	101±25.1	82.6~120
		2.5	84.4	102	89.7	83.5	87.5	111	93.0	11.0	93.0±21.9	83.5~111
		25	92.4	91.5	95.8	91.9	95.2	109	95.9	6.5	95.9±13.1	91.5~109
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.50	96.8	97.3	110.6	90.3	107	114	103	9.2	103±18.4	90.3~114
		2.5	95.5	92.5	89.2	82.1	96.9	108	94.0	8.6	94.0±17.1	82.1~108
		25	94.6	87.9	93.9	85.0	98.3	100	93.4	5.9	93.4±11.8	85.0~100
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	103	101	105	88.7	95.5	115	101	8.9	101±17.8	88.7~115
		2.5	94.4	106	90.3	84.6	90.8	95.5	93.6	7.2	93.6±14.4	84.6~106

序号	化合物简称	加标水平 (pg/L)	P (%)						P 平均值 (%)	Sp (%)	P±2Sp (%)	加标回收率范围 (%)
			实验室编号									
			1	2	3	4	5	6				
		25	97.7	95.4	93.5	86.5	93.2	100	94.4	4.7	94.4±9.4	86.5~100
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	91.2	104	109	87.0	105	115	102	10.8	102±21.5	87.0~115
		2.5	93.2	99.1	100.6	82.9	95.3	100	95.2	6.7	95.2±13.4	82.9~101
		25	89.5	91.7	89.6	88.1	90.9	114	94.0	10.0	94.0±19.9	88.1~114
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	95.6	99.8	108	83.1	101	115	100	10.9	100±21.8	83.1~115
		2.5	94.9	96.3	89.9	79.4	93.1	107	93.5	9.1	93.5±18.1	79.4~107
		25	95.0	98.4	96.2	80.2	101	104	95.9	8.4	95.9±16.8	80.2~104
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	97.5	99.8	101	87.8	104	123	102	11.7	102±23.4	87.8~123
		2.5	101	102	95.4	80.3	95.4	102	96.1	8.3	96.1±16.7	80.3~102
		25	91.4	100	94.6	87.9	90.8	113	96.4	9.3	96.4±18.5	87.9~113
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	99.2	101	101	87.8	105	113	101	8.1	101±16.1	87.8~113
		2.5	97.3	102	89.6	85.2	92.1	102	94.6	6.7	94.6±13.5	85.2~102
		25	94.8	99.2	95.7	89.6	95.4	112	97.8	7.6	97.8±15.2	89.6~112
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	98.0	106	104	81.3	109	124	104	14.2	104±28.3	81.3~124
		2.5	97.2	87.4	102	76.4	97.2	106	94.5	10.9	94.5±21.8	76.4~106
		25	90.0	95.5	102	84.8	85.4	108	94.2	9.3	94.2±18.5	84.8~108
10	O ₈ CDF	1.0	67.3	61.1	63.1	61.5	60.4	115	71.0	21.7	71.0±43.3	60.4~115
		5.0	84.7	80.9	82.9	65.5	81.7	108	82.9	13.7	82.9±27.5	65.5~108
		50	78.5	78.7	79.1	73.7	83.6	110	84.0	13.0	84.0±26.0	73.7~110
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	100	90.9	91.9	83.3	101	102	94.8	7.3	94.8±14.6	83.3~102
		0.50	92.4	91.7	88.3	77.1	82.9	97.8	88.4	7.4	88.4±14.8	77.1~97.8
		5.0	93.2	96.6	93.0	89.3	92.3	108	95.4	6.6	95.4±13.2	89.3~108
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	106	104	107	93.4	95.0	106	102	6.0	102±12.1	93.4~107
		2.5	98.6	99.9	86.2	86.6	95.0	107	95.5	8.0	95.5±16.0	86.2~107
		25	90.9	87.4	92.1	83.9	91.8	105	91.9	7.2	91.9±14.4	83.9~105

序号	化合物简称	加标水平 (pg/L)	<i>P</i> (%)						<i>P</i> 平均值 (%)	<i>Sp</i> (%)	<i>P</i> ±2 <i>Sp</i> (%)	加标回收率范围 (%)
			实验室编号									
			1	2	3	4	5	6				
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	100	108	102	88.6	106	116	104	9.1	104±18.1	88.6~116
		2.5	95.5	93.1	98.7	89.5	93.0	108	96.2	6.4	96.2±12.7	89.5~108
		25	87.9	93.5	89.3	81.1	87.4	102	90.3	7.2	90.3±14.4	81.1~102
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	103	100	109	91.1	103	112	103	7.2	103±14.5	91.1~112
		2.5	102	105	95.7	79.9	94.2	101	96.3	9.0	96.3±17.9	79.9~105
		25	98.9	90.9	90.3	84.5	96.3	105	94.3	7.3	94.3±14.5	84.5~105
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	103	106	107	90.8	96.6	115	103	8.4	103±16.9	90.8~115
		2.5	101	95.2	98.6	81.1	96.4	110	97.0	9.4	97.0±18.7	81.1~110
		25	85.3	100.3	93.2	81.1	90.3	106	92.8	9.4	92.8±18.7	81.1~106
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	107	103	97.5	92.1	98.3	113	102	7.5	102±15.0	92.1~113
		2.5	106	102	96.3	84.7	96.7	108	99.0	8.5	99.0±16.9	84.7~108
		25	96.7	88.1	87.7	80.2	91.3	107	91.8	9.2	91.8±18.4	80.2~107
17	O ₈ CDD	1.0	66.3	68.8	64.1	69.1	68.5	76.0	69.0	4.0	69.0±8.0	64.1~76
		5.0	75.8	79.8	77.2	59.5	77.4	73.0	73.8	7.3	73.8±14.7	59.5~79.8
		50	75.9	77.8	76.8	66.4	79.3	80.3	76.1	5.0	76.1±10.0	66.4~80.3
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	100	100	106	89.2	101	112	101	7.4	101±14.8	89.2~118
		5.0	96.4	97.0	90.8	82.8	93.7	105	94.3	7.3	94.3±14.6	82.8~105
		50	93.4	91.7	93.0	85.0	94.8	105	93.8	6.4	93.8±12.8	85~104.8

表 2-10 工业废水加标正确度测试数据汇总表

序号	化合物简称	加标水平 (pg/L)	P (%)						P 平均值 (%)	Sp (%)	P±2Sp (%)	加标回收率范围 (%)
			实验室编号									
			1	2	3	4	5	6				
1	2,3,7,8-T4CDF	0.10	93.7	101	95.7	85.2	85.0	109	94.9	9.2	94.9±18.4	85.0~109
		0.50	90.7	99.2	97.8	82.0	91.1	111	95.4	10.0	95.4±20.0	82.0~111
		5.0	101	91.5	93.8	85.3	100	110	96.9	8.5	96.9±16.9	85.3~110
2	1,2,3,7,8-P5CDF	0.50	106	107	105	87.5	110	117	105	9.8	105±19.5	87.5~117
		2.5	94.8	102	94.8	75.8	91.5	105	94.1	10.3	94.1±20.6	75.8~105
		25	95.6	101	80.9	86.8	97.0	111	95.2	10.4	95.2±20.8	80.9~111
3	2,3,4,7,8-P5CDF	0.50	107	109	103	86.0	101	117	104	10.4	104±20.7	86.0~117
		2.5	86.7	95.6	95.9	84.5	92.5	115	95.0	10.7	95.0±21.5	84.5~115
		25	91.4	91.0	96.7	72.5	99.5	111	93.8	12.8	93.8±25.6	72.5~112
4	1,2,3,4,7,8-H6CDF	0.50	102	109	114	86.8	102	120	106	11.7	106±23.4	86.8~120
		2.5	93.4	96.3	93.7	80.1	98.7	114	96.1	11.1	96.1±22.1	80.1~114
		25	80.1	97.2	81.3	73.0	95.8	109	89.4	13.5	89.4±26.9	73.0~109
5	1,2,3,6,7,8-H6CDF	0.50	104	104	104	91.9	105	119	105	8.5	105±17.1	91.9~119
		2.5	98.8	104	106	85.2	93.8	108	99.4	8.7	99.4±17.4	85.2~108
		25	101	101	90.9	77.3	98.8	112	96.9	11.7	96.9±23.3	77.3~112
6	2,3,4,6,7,8-H6CDF	0.50	107	104	103	94.0	103	122	106	9.2	106±18.4	94.0~122
		2.5	97.3	94.3	99.0	79.7	106	115	98.5	11.7	98.5±23.4	79.7~115
		25	95.2	86.1	93.5	79.1	93.3	117	94.0	12.6	94.0±25.3	79.1~117
7	1,2,3,7,8,9-H6CDF	0.50	108	105	107	95.4	103	124	107	9.5	107±19.0	95.4~124
		2.5	86.5	97.1	93.5	87.8	92.9	117	95.7	10.9	95.7±21.9	86.5~117
		25	97.7	94.4	91.7	83.6	93.2	112	95.4	9.3	95.4±18.6	83.6~112
8	1,2,3,4,6,7,8-H7CDF	0.50	103	101	104	90.3	103	118	103	8.7	103.3±17.4	90.3~118

序号	化合物简称	加标水平 (pg/L)	P (%)						P 平均值 (%)	Sp (%)	P±2Sp (%)	加标回收率范围 (%)
			实验室编号									
			1	2	3	4	5	6				
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	2.5	103	94.3	95.6	82.3	90.1	110	95.9	9.8	95.9±19.5	82.3~110
		25	94.2	101	103	74.9	86.6	125	97.5	17.0	97.5±34.0	74.9~125
		0.50	107	101	100	89.1	98.4	124	103	11.7	103±23.4	89.1~124
		2.5	101	98.7	93.0	81.0	86.9	98.9	93.3	8.0	93.3±15.9	81.0~101
		25	97.9	91.7	93.0	82.6	88.6	109	93.9	9.1	93.9±18.3	82.6~109
10	O ₈ CDF	1.0	53.6	56.1	56.0	51.8	54.4	67.8	57.0	5.7	57.0±11.4	51.8~68
		5.0	68.3	61.6	68.4	54.5	68.5	67.8	65.0	5.7	65.0±11.5	54.5~69
		50	77.8	79.1	79.8	55.8	83.2	63.6	73.0	10.9	73.0±21.8	55.8~83
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	97.3	91.4	94.7	82.0	96.1	107	94.8	8.3	94.8±16.6	82.0~107
		0.50	89.9	97.3	93.6	75.5	95.3	104	92.5	9.5	92.5±19.0	75.5~104
		5.0	94.6	93.7	86.0	80.0	92.3	114	93.5	11.7	93.5±23.3	80.0~114
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	107	106	105	89.4	108	115	105	8.5	105±17.1	89.4~115
		2.5	101	95.1	99.7	85.8	102	107	98.4	7.2	98.4±14.4	85.8~107
		25	85.6	87.7	95.0	84.2	91.3	111	92.5	9.9	92.5±19.8	84.2~111
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	99.3	99.3	98.6	88.4	99.3	120	101	10.5	101±21.0	88.4~120
		2.5	97.6	99.6	98.3	79.6	97.4	111	97.3	10.2	97.3±20.3	79.6~111
		25	92.4	89.1	90.0	82.1	83.7	105	90.5	8.3	90.5±16.6	82.1~105.5
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	101	97.7	99.1	86.7	96.3	107	98.0	6.7	98.0±13.3	86.7~107
		2.5	90.5	105	94.5	84.5	95.7	108	96.4	8.8	96.4±17.6	84.5~108
		25	87.3	91.2	93.7	78.9	96.2	112	93.3	11.2	93.3±22.3	78.9~112
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	102	106	101	81.4	99.9	119	102	12.0	101.5±24.0	81.4~119
		2.5	93.2	92.3	93.3	83.6	98.3	107	94.6	7.6	94.6±15.2	83.6~107
		25	86.9	94.0	88.9	79.9	90.1	107	91.2	9.2	91.2±18.3	79.9~107
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	105	105	103	85.9	98.1	107	101	7.8	101±15.6	85.9~107
		2.5	95.1	93.4	96.9	87.3	102	109	97.2	7.3	97.2±14.6	87.3~109

序号	化合物简称	加标水平 (pg/L)	P (%)						P 平均值 (%)	Sp (%)	P±2Sp (%)	加标回收率范围 (%)
			实验室编号									
			1	2	3	4	5	6				
		25	93.9	94.6	93.2	78.8	87.6	99.8	91.3	7.3	91.3±14.5	78.8~99.8
17	O ₈ CDD	1.0	56.4	54.7	57.7	57.6	63.2	65.2	59.0	4.1	59.0±8.2	54.7~65
		5.0	63.1	68.9	70.5	51.9	66.6	68.2	64.9	6.8	64.9±13.7	51.9~70.5
		50	80.3	81.7	80.8	55.6	82.1	63.0	73.9	11.6	73.9±23.2	55.6~82.1
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	104	104	103	87.6	102	116	103	9.1	103±18.2	87.6~116
		5.0	93.6	96.8	96.9	83.1	96.7	110	96.2	8.6	96.2±17.2	83.1~110
		50	90.5	91.6	92.4	79.0	94.2	110	93.0	9.9	93.0±19.9	79.0~110

表 2-11 海水加标正确度测试数据汇总表

序号	化合物简称	加标量 (pg/L)	P (%)						P 平均值 (%)	Sp (%)	P±2Sp (%)	加标回收率范围 (%)
			实验室编号									
			1	2	3	4	5	6				
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.10	93.1	102	89.1	70.0	98.1	105	92.9	12.6	92.9±25.2	70.0~105
		0.50	89.5	92.5	88.3	68.8	93.9	101	89.0	10.9	89.0±21.8	68.8~101
		5.0	86.1	88.5	91.4	64.3	96.0	104	88.5	13.5	88.5±27.0	64.3~105
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.50	91.3	92.5	92.0	73.5	96.7	101	91.0	9.3	91.0±18.6	73.5~101
		2.5	80.6	79.9	80.8	61.5	79.0	90.1	78.6	9.3	78.6±18.7	61.5~90
		25	87.7	93.5	95.1	74.2	91.3	106	91.3	10.3	91.3±20.7	74.2~106
3	2,3,4,7,8-P ₃ CDF	0.50	102	102	99.2	80.5	109	124	103	14.1	103±28.3	80.5~124
		2.5	88.5	103	94.2	69.9	94.0	103	92.0	12.2	92.0±24.3	69.9~103
		25.0	94.0	95.5	98.9	78.9	93.6	96.4	92.9	7.1	92.9±14.2	78.9~98.9
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.50	100	105	109	85.0	101	110	102	9.2	102±18.3	85.0~110
		2.5	87.5	95.8	90.6	72.5	94.2	104	90.8	10.6	90.8±21.2	72.5~104

序号	化合物简称	加标量 (pg/L)	P (%)						P 平均值 (%)	Sp (%)	P±2Sp (%)	加标回收率范围 (%)
			实验室编号									
			1	2	3	4	5	6				
		25.0	88.1	95.7	91.5	71.6	87.9	110	90.8	12.4	90.8±24.9	71.6~110
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	105	107	103	84.9	105	118	104	10.8	104±21.5	84.9~118
		2.5	91.8	93.0	83.7	76.7	98.6	116	93.3	13.5	93.3±27.0	76.7~116
		25	90.9	90.5	92.9	71.9	94.2	99.8	90.0	9.5	90.0±19.0	71.9~100
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.50	103	105	108	81.1	98.5	112	101	10.9	101±21.9	81.1~112
		2.5	94.1	92.9	109	75.5	91.3	117	96.6	14.5	96.6±29.1	75.5~117
		25	93.1	85.9	95.2	77.9	97.5	106	92.6	9.7	92.6±19.5	77.9~106
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.50	102	105	107	81.3	105	112	102	10.7	102±21.3	81.3~112
		2.5	92.8	87.6	90.3	78.2	108	109	94.2	11.9	94.2±23.7	78.2~109
		25	91.8	96.8	93.3	74.3	99.5	103	93.1	10.0	93.1±20.0	74.3~103
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.50	105	104	103	82.1	105	119	103	11.9	103±23.7	82.1~119
		2.5	93.7	89.2	96.3	84.6	95.7	109	94.7	8.1	94.7±16.2	84.6~109
		25	96.8	96.5	100	74.5	96.3	97.8	93.7	9.5	93.7±19.1	74.5~100
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.50	97.5	104	109	84.3	102	109	101	9.1	101±18.2	84.3~109
		2.5	92.9	96.4	98.0	76.4	99.7	102	94.3	9.3	94.3±18.7	76.4~102
		25	98.8	92.1	98.0	71.9	90.8	99.3	91.8	10.4	91.8±20.8	71.9~99
10	O ₈ CDF	1.0	72.9	70.2	67.1	51.1	73.6	66.5	67.0	8.3	67±16.5	51.1~74
		5.0	68.3	79.1	73.5	58.2	72.8	67.0	70.0	7.1	70±14.3	58.2~79
		50	85.2	88.7	85.8	58.0	85.8	61.5	78.0	13.8	78±27.7	58.0~89
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.10	93.7	93.6	98.7	73.2	88.7	105	92.2	10.9	92.2±21.7	73.2~105
		0.50	95.7	96.3	99.6	69.4	92.4	111	94.0	13.6	94.0±27.1	69.4~111
		5.0	98.3	96.0	94.0	77.2	93.6	113	95.3	11.4	95.3±22.9	77.2~113
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.50	92.6	107	100	75.2	97.9	108	97.0	12.1	97.0±24.2	75.2~108
		2.5	89.3	92.2	91.1	74.0	100	105	92.0	10.8	92.0±21.5	74.0~105
		25	90.1	95.5	92.3	73.7	91.5	102	90.9	9.5	90.9±18.9	73.7~102

序号	化合物简称	加标量 (pg/L)	P (%)						P 平均值 (%)	Sp (%)	P±2Sp (%)	加标回收率范围 (%)
			实验室编号									
			1	2	3	4	5	6				
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.50	103	99.3	98.4	83.1	94.2	107	97.5	8.2	97.5±16.5	83.1~107
		2.5	99.5	92.7	94.5	74.9	97.1	121	96.6	14.8	96.6±29.6	74.9~121
		25	89.5	86.5	88.7	66.0	88.4	103	87.1	12.0	87.1±23.9	66.0~103
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.50	97.6	97.0	102	78.0	104	114	98.9	12.0	98.9±23.9	78.0~114
		2.5	102	105	102	77.8	92.3	111	98.2	11.7	98.2±23.3	77.8~111
		25	86.0	85.1	104	69.3	91.6	110	90.9	14.4	90.9±28.8	69.3~110
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.50	100	98.6	105	74.9	96.6	115	98.3	13.3	98.3±26.5	74.9~115
		2.5	94.3	98.3	99.9	70.2	95.0	110	94.7	13.3	94.7±26.6	70.2~110
		25	88.1	88.9	89.3	70.9	90.1	106	88.8	11.1	88.8±22.2	70.9~106
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.50	100	99.5	96.4	73.7	98.0	110	96.2	11.9	96.2±23.9	73.7~110
		2.5	98.5	88.3	96.1	76.0	98.4	107	94.1	10.6	94.1±21.3	76.0~107
		25	92.6	83.7	99.6	71.9	89.5	115	92.1	14.7	92.1±29.4	71.9~115
17	O ₈ CDD	1.0	70.1	71.8	72.1	50.8	67.3	64.9	66.0	8.0	66.0±16.0	50.8~72
		5.0	71.1	79.4	81.5	54.4	78.9	70.5	72.6	10.0	72.6±20.1	54.4~81.5
		50	86.2	86.6	86.1	60.5	86.2	63.1	78.1	12.6	78.1±25.3	60.5~86.6
18	PCDD/Fs (pg TEQ/L)	1.0	93.2	94.7	94.6	72.6	93.9	101	98.9	11.4	98.9±22.7	78.3~113
		5.0	91.4	95.8	94.1	72.6	96.0	107.3	92.9	11.3	92.9±22.6	72.6~107
		50	91.7	93.4	94.7	74.5	92.7	107.3	92.4	10.5	92.4±20.9	74.5~107

2.4 提取内标回收率范围汇总

6家验证实验室同位素提取内标加标回收率数据见表1-62～表1-89。提取内标各化合物回收率范围汇总见表2-12。

表 2-12 提取内标回收率汇总表

提取内标	回收率范围
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8- T_4CDD	35%～132%
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8- P_5CDD	35%～137%
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8- H_6CDD	32%～127%
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8- H_6CDD	35%～127%
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8- H_7CDD	33%～137%
$^{13}\text{C}_{12}$ - O_8CDD	22%～135%
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8- T_4CDF	35%～148%
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8- P_5CDF	33%～140%
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8- P_5CDF	32%～128%
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8- H_6CDF	32%～131%
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8- H_6CDF	34%～129%
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8- H_6CDF	34%～133%
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9- H_6CDF	35%～130%
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8- H_7CDF	32%～134%
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9- H_7CDF	32%～134%

3 方法验证结论

标准编制组在进行方法验证报告数据统计时，采用全部数据，未进行取舍。

3.1 方法的检出限及测定下限

本标准采用《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）附录 A.1.1 测定方法检出限，选用的空白样品中均未检出目标化合物，空白样品中目标化合物加标浓度分别为四氯代二噁英类浓度为 0.10 pg/L，五氯代～七氯代二噁英类浓度为 0.50 pg/L，八氯代二噁英类浓度为 1.0 pg/L。样品取样量为 10 L，定容体积为 20 μL 时，测定的 2,3,7,8-氯代二噁英类的方法检出限为 0.04 pg/L～0.4 pg/L，测定下限为 0.16 pg/L～1.6 pg/L，2,3,7,8-氯代二噁英类的方法检出限和测定下限见表 3-1。

本标准为多组分的分析方法，目标化合物为 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类。6 家验证实验室目标化合物的测定均值、计算出的 2,3,7,8-氯代二噁英类方法检出限、3 倍～5 倍方法检出限范围、1 倍～10 倍方法检出限范围见表 3-1。经验证，有 11 种目标化合物测定均值在计算出的方法检出限 3 倍～5 倍范围内，占总目标化合物的 65%；17 种目标化合物的测定均值都在计算出的方法检出限的 1 倍～10 倍范围内，符合《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）中多组分的分析方法检出限的相关要求。用于测定方法检出限的样品浓度选择比较合理。

表 3-1 方法的检出限和测定下限

单位: pg/L

序号	化合物简称	测定均值	检出限	3 倍~5 倍 检出限	1 倍~10 倍 检出限	检出限 (进位后)	测定下限
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.1	0.05	0.1~0.2	0.05~0.5	0.05	0.2
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.5	0.21	0.6~1.1	0.2~2.1	0.3	1.2
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.5	0.14	0.4~0.7	0.1~1.4	0.2	0.8
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.5	0.11	0.3~0.5	0.1~1.0	0.2	0.8
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.5	0.16	0.5~0.8	0.2~1.6	0.2	0.8
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.5	0.12	0.4~0.6	0.1~1.2	0.2	0.8
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.5	0.21	0.6~1.1	0.2~2.1	0.3	1.2
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.5	0.21	0.6~1.1	0.2~2.1	0.3	1.2
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.5	0.18	0.5~0.9	0.2~1.8	0.2	0.8
10	O ₈ CDF	0.9	0.22	0.7~1.1	0.2~2.2	0.3	1.2
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.1	0.04	0.1~0.2	0.04~0.4	0.04	0.16
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.5	0.15	0.5~0.8	0.2~1.5	0.2	0.8
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.5	0.17	0.5~0.8	0.2~1.7	0.2	0.8
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.5	0.14	0.4~0.7	0.1~1.4	0.2	0.8
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.5	0.22	0.7~1.1	0.2~2.2	0.3	1.2
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.5	0.19	0.6~0.9	0.2~1.9	0.2	0.8
17	O ₈ CDD	1.0	0.40	1.2~2.0	0.4~4.0	0.4	1.6

3.2 方法精密度

3.2.1 空白加标样品精密度

6 家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L, 五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L, 八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L, 对应加标毒性当量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的空白样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类实验室内相对标准偏差分别为 2.3%~16%、3.2%~20%、1.5%~14%; 实验室间相对标准偏差分别为 7.3%~21%、7.9%~22%、5.4%~17%; 重复性限分别为 0.02 pg/L~0.23 pg/L、0.15 pg/L~1.4 pg/L、0.72 pg/L~8.6 pg/L; 再现性限分别为 0.04 pg/L~0.47 pg/L、0.26 pg/L~2.9 pg/L、1.8 pg/L~20 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度实验室内相对标准偏差分别为 2.3%~6.3%、3.9%~13%、2.0%~8.0%; 实验室间相对标准偏差分别为 9.5%、11%、8.9%; 重复性限分别为 0.11 pg TEQ/L、1.1 pg TEQ/L、7.1 pg TEQ/L; 再现性限分别为 0.27 pg TEQ/L、1.7 pg TEQ/L、13 pg TEQ/L。

3.2.2 地表水样品精密度

6 家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L, 五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L, 八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L, 对应加标毒性当量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的地表水样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类实验室内相对标准偏差分别为 3.2%~23%、3.8%~18%、1.8%~16%; 实验室间相对标准偏差分别为 5.8%~30%、6.6%~17%、5.0%~16%; 重复性限分别为 0.03 pg/L~0.29 pg/L、0.14 pg/L~1.3 pg/L、1.2 pg/L~12 pg/L; 再现

性限分别为 0.03 pg/L~0.66 pg/L、0.17 pg/L~2.3 pg/L、1.6 pg/L~21 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度实验室内相对标准偏差分别为 1.5%~4.4%、3.4%~5.4%、2.0%~5.3%；实验室间相对标准偏差分别为 7.3%、7.7%、7.3%；重复性限分别为 0.09 pg TEQ/L、0.60 pg TEQ/L、4.7 pg TEQ/L；再现性限分别为 0.23 pg TEQ/L、1.2 pg TEQ/L、11 pg TEQ/L。

6 家实验室分别对有 2 种 2,3,7,8-氯代二噁英类检出的地表水样品进行 6 次重复测定，实验室内相对标准偏差为 13%和 25%，实验室间相对标准偏差为 2.5%和 19%，重复性限为 0.25 pg/L 和 15 pg/L，再现性限为 0.32 pg/L 和 15 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度实验室内相对标准偏差为 10%~21%，实验室间相对标准偏差为 3.3%；重复性限为 0.02 pg TEQ/L，再现性限为 0.02 pg TEQ/L。

3.2.3 工业废水样品精密度

6 家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的工业废水样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英实验室内相对标准偏差分别为 2.6%~18%、4.7%~18%、3.0%~22%；实验室间相对标准偏差分别为 6.8%~12%、7.3%~12%、8.0%~17%；重复性限分别为 0.03 pg/L~0.25 pg/L、0.13 pg/L~1.2 pg/L、1.1 pg/L~11 pg/L；再现性限分别为 0.04 pg/L~0.26 pg/L、0.18 pg/L~1.3 pg/L、1.8 pg/L~18 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度的实验室内相对标准偏差分别为 1.9%~3.9%、3.0%~5.9%、2.9%~6.7%；实验室间相对标准偏差为 8.8%、9.0%、11%；重复性限为 0.08 pg TEQ/L、0.64 pg TEQ/L、6.7 pg TEQ/L；再现性限为 0.27 pg TEQ/L、1.3 pg TEQ/L、16 pg TEQ/L。

6 家实验室分别对有 7 种 2,3,7,8-氯代二噁英类检出的工业废水样品进行 6 次重复测定，实验室内相对标准偏差为 6.4%~40%，实验室间相对标准偏差为 10%~29%，重复性限为 0.09 pg/L~2.2 pg/L，再现性限为 0.11 pg/L~2.7 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度实验室内相对标准偏差为 12%~22%，实验室间相对标准偏差为 9.1%；重复性限为 0.11 pg TEQ/L，再现性限为 0.12 pg TEQ/L。

3.2.4 海水样品精密度

6 家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的海水样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类实验室内相对标准偏差分别为 2.9%~13%、1.9%~17%、3.4%~21%；实验室间相对标准偏差分别为 8.5%~14%、8.5%~15%、7.7%~18%；重复性限分别为 0.02 pg/L~0.18 pg/L、0.08 pg/L~0.85 pg/L、0.81 pg/L~11 pg/L；再现性限分别为 0.04 pg/L~0.28 pg/L、0.17 pg/L~1.6 pg/L、1.8 pg/L~21 pg/L。二噁英类毒性当量质量浓度实验室内相对标准偏差分别为 2.0%~4.4%、3.1%~8.0%、2.9%~6.2%；实验室间相对标准偏差分别为 12%、12%、10%；重复性限分别为 0.09 pg TEQ/L、0.63 pg TEQ/L、5.9 pg TEQ/L；再现性限分别为 0.33 pg TEQ/L、1.7 pg TEQ/L、14 pg TEQ/L。海水样品中 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类均低于检出限，方法验证过程中仅对海水加标进行验证。

3.3 方法正确度

3.3.1 空白加标样品正确度

6家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的空白样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类回收率范围分别为 55.1%~133%、53.9%~130%、57.1%~116%；加标回收率最终值分别为 $85.1\% \pm 30.6\%$ ~ $101\% \pm 14.6\%$ 、 $83.0\% \pm 36.6\%$ ~ $96.5\% \pm 36.1\%$ 、 $81.1\% \pm 26.8\%$ ~ $93.8\% \pm 10.2\%$ 。二噁英类毒性质量浓度当量的加标回收率范围分别为 87.3%~110%、79.8%~110%、82.3%~105%；加标回收率最终值分别为 $95.3\% \pm 18.0\%$ 、 $93.4\% \pm 19.6\%$ 、 $92.6\% \pm 16.6\%$ 。

3.3.2 地表水样品正确度

6家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的地表水样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类加标回收率范围分别为 60.4%~124%、59.5%~111%、66.4%~122%；加标回收率最终值分别为 $68.8\% \pm 8.0\%$ ~ $104\% \pm 28.3\%$ 、 $73.8\% \pm 14.7\%$ ~ $99.0\% \pm 16.9\%$ 、 $76.1\% \pm 10.0\%$ ~ $101\% \pm 22.3\%$ 。二噁英类毒性当量质量浓度的加标回收率范围分别为 89.2%~112%、82.8%~105%、85%~105%；加标回收率最终值分别为 $101\% \pm 14.8\%$ 、 $94.3\% \pm 14.6\%$ 、 $93.8\% \pm 12.8\%$ 。

3.3.3 工业废水样品正确度

6家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的工业废水样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类加标回收率范围分别为 51.8%~124%、51.9%~117%、55.6%~125%；加标回收率最终值分别为 $56.6\% \pm 11.4\%$ ~ $107\% \pm 19.0\%$ 、 $64.8\% \pm 11.5\%$ ~ $99.4\% \pm 17.4\%$ 、 $73.2\% \pm 21.8\%$ ~ $97.5\% \pm 34.0\%$ 。二噁英类毒性当量质量浓度的加标回收率范围分别为 87.6%~116%、83.1%~110%、79.0%~110%；加标回收率最终值分别为 $103\% \pm 18.2\%$ 、 $96.2\% \pm 17.2\%$ 、 $93.0\% \pm 19.9\%$ 。

3.3.4 海水样品正确度

6家实验室分别对加标质量浓度为四氯代二噁英类 0.10 pg/L、0.50 pg/L、5.0 pg/L，五氯代~七氯代二噁英类 0.50 pg/L、2.5 pg/L、25 pg/L，八氯代二噁英类 1.0 pg/L、5.0 pg/L、50 pg/L，对应加标毒性当量浓度为 1.0 pg TEQ/L、5.0 pg TEQ/L、50 pg TEQ/L 的海水加标样品进行 7 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类加标回收率范围分别为 50.8%~124%、54.4%~121%、58.0%~115%；加标回收率最终值分别为 $66.2\% \pm 16.0\%$ ~ $104\% \pm 21.5\%$ 、 $69.8\% \pm 14.3\%$ ~ $98.2\% \pm 23.3\%$ 、 $77.5\% \pm 27.7\%$ ~ $95.3\% \pm 22.9\%$ 。二噁英类毒性当量质量浓度的加标回收率范围分别为 78.3%~113%、72.6%~107%、74.5%~107%；加标回收率最终值分别为

98.9%±22.7%、92.9%±22.6%、92.4%±20.9%。

3.4 质控措施确认

通过比较空白加标和样品加标精密度分析结果，发现不同水质类别之间样品相对偏差不存在显著区别，说明不同类别水质的基质影响比较小。由于水质中二噁英类样品浓度低，样品前处理过程步骤多和仪器性能要求高，影响分析结果精度的因素主要是样品处理和分析过程。

6家验证实验室平行测定验证样品的检测结果中2,3,7,8-氯代二噁英类实验室内相对标准偏差为1.5%~40%，实验室间相对标准偏差为2.5%~30%，二噁英类毒性当量质量浓度实验室内和室间偏差范围为1.5%~22%。平行样之间毒性当量浓度相对偏差均小于30%。样品中二噁英类浓度很低，多数2,3,7,8-氯代二噁英类测定结果低于检测限，无法开展平行性评价。

6家验证实验室分析结果中17种2,3,7,8-氯代二噁英类加标样品实测质量浓度的回收率范围为51.1%~133%，二噁英类毒性当量质量浓度加标样品回收率范围为72.6%~116%。均在质量保证和质量控制给出相应范围内。

6家验证实验室提取内标回收率的范围汇总情况见表3-2，均在原标准HJ 77.1-2008提取内标回收率参考范围内。在满足原标准提取内标回收率控制要求前提下，为保证修订文本广泛性，对统计结果进行了适当调整。与HJ 77.1-2008比较，修订后提取内标回收率范围的上限值均低于原限值，下限值中¹³C₁₂-1,2,3,4,7,8-H₆CDF、¹³C₁₂-1,2,3,4,7,8-H₆CDD与原标准保持一致，其它化合物下限值均高于原限值。

表 3-2 验证实验室提取内标回收率的范围汇总

序号	提取内标	回收率范围	
		统计结果（%）	调整后（%）
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	35~132	30~135
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	35~137	30~140
3	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	32~127	32~130
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	35~127	30~130
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	33~137	30~140
6	¹³ C ₁₂ - O ₈ CDD	22~135	20~140
7	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	35~148	30~150
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	33~140	30~145
9	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	32~128	30~130
10	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	32~131	32~135
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	34~129	30~130
12	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	34~133	30~135
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	35~130	30~135
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	32~134	30~140
15	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	32~134	30~140

附件二

国家生态环境标准征求意见情况汇总处理表

标 准 名 称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
一、国务院有关部门的意见						
1	标准文本	正文中只有仪器检出限确认过程，建议在正文中补充方法检出限的确认过程。	水利部国际合作与科技司	原则采纳。方法检出限确认过程已在编制说明中详细说明，5.11.2、7.2.1 和 7.4.1 章节已按照《环境监测分析方法制订技术导则》（HJ 168-2020）的技术要求制作了方法检出限并进行了确认，标准文本中未再赘述。HJ 168 中未涉及仪器检出限，所以文本中列出了仪器检出限计算方法及确认方法。	/	/
2	标准文本	建议说明定容 20 微升所用仪器器皿，一般实验室内检定校准的器皿仪器很少可以达到这个精度。	水利部国际合作与科技司	采纳。微量注射器或移液器可以达到该精度，编制说明 5.8.8.7 中补充了设备名称。	/	/
3	标准文本	精密度中空白样品的加标回收率和相对标准偏差与地表水、地下水和污水的相差不大，是否考虑了基质效应影响。	水利部国际合作与科技司	采纳。考虑了基质效应影响。在编制说明 7.4.4 中补充不同类别水质样品验证结果的比较说明。	/	编制说明 7.4.4 质控措施确认中添加相关说明。
4	标准文本	7 项标准应按照 2020 年新发布的 GB/T 1.1-2020 要求规范文本编写，具体意见如下： ①调整前言格式。其中，第一段应为起草文件依据，目前写法像引言，目前第 2 段内容属于正文第 1 章的内容，进行调整，文中“本标准”应为“本文本”；最后 3 段应删除，其他段的写法参照 GB/T 1.1-2020。 ②规范性引用文件，引导语应按新要求进行调整。	自然资源部科技发展司	未采纳。本标准严格按照 HJ 168-2020 和 HJ 565-2010 的要求进行编写，标准的技术要求、结构、编写排版规则均满足国家生态环境标准的规范性要求。与最新发布现行生态环境监测分析方法标准保持一致。 本标准规范性引用文件的引导语是根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》	/	/

续表

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
		改。 ③术语和定义为标准必备要素，即使没有需要定义的术语，也应在正文中设置“3 术语和定义”，内容写“本文件没有需要界定的术语和定义”。		(HJ 168-2020) 8.7 规范性引用文件的要求编写的，与最新颁布的生态环境监测分析方法中引文引导语保持一致。 标准文本中已列了术语和定义章节。		
5	标准文本	4 方法原理增加质谱离子化和扫描模式等描述。	自然资源部科技发展司	原则采纳。质谱离子化和扫描模式在 9.1 仪器参考条件进行了描述。	/	/
6	标准文本	12 质量保证和质量控制，对于超过或低于线性范围内的样品，补充说明稀释后或增加样品富集量等。	自然资源部科技发展司	原则采纳。浓度超出线性范围的样品稀释后再分析为检测分析基本要求，文本中未赘述。	/	/
7	标准文本	12 质量保证和质量控制 部分表达保持统一，如是正确度还是基体加标。	自然资源部科技发展司	采纳。编制说明和文本已更改。	12.9 正确度测定	12.9 基体加标
8	标准文本	由于生活污水、工业废水、医院废水和水产养殖业废水水质不同，建议考察采用统一检出限的合理性。	农业农村部科学技术司	采纳。《环境监测分析方法制订技术导则》(HJ 168-2020) 中方法检出限是平行测定空白样品或空白加标，计算标准偏差而确定的，与样品介质类别无关。在编制说明 7.2.1 中增加不同类别水质样品使用统一检出限合理性说明。	/	编制说明 7.2.1 方法检出限、测定下限的验证章节补充了水质样品使用统一检出限合理性说明。
9	标准文本	建议对二噁英类残留含量进行风险评估，以便制定合理的检出限。	农业农村部科学技术司	原则采纳。本方法的检出限严格按照《环境监测分析方法制订技术导则》(HJ 168-2020) 确定，能满足地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中二噁英类的检测需求，方法检出限制定合理。	/	/
二、地方有关部门、科研机构、高等院校、有关企业及其他单位的意见						
10	标准文本	关于 3 术语和定义，建议本章节中二级目录的序号和标题写于一行。	中国环境科学研究院	未采纳。《环境保护标准编制出版技术指南》(HJ 565-2010) 中 5.9 术语和定义排版要求规定条目编号与术语分两行排版。	/	/

续表

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
11	标准文本	关于 7 仪器和设备 建议本章节二级标题格式一致。	中国环境科学研究院	采纳。已将本章节二级标题格式统一。	/	/
12	标准文本	关于 7.3.1, 建议与本章节其他三级标题格式一致。	中国环境科学研究院	采纳。已将本章节三级标题格式统一。	/	/
13	标准文本	关于 8.2.4.3, 建议与本章节其他四级标题格式一致。	中国环境科学研究院	采纳。已将本章节四级标题格式统一。		
14	标准文本	关于 10.4.2 中公式 (9), 建议公式中字母下标与注释中字母下标一致。	中国环境科学研究院	采纳。已将公式中字母下标与注释中字母下标一致。	/	/
15	标准文本	关于 12.2, 建议与本章节其他二级标题格式一致。	中国环境科学研究院	采纳。已将二级标题格式统一。	/	/
16	标准文本	标准名称中提及的“二噁英类”, 是对 17 种二噁英进行的测试, 但术语和定义中的“二噁英类”为全部 210 种同类物, 同时四氯代-八氯代二噁英的定义均包含了同类物, 本标准并未涉及 17 种二噁英之外同类物的测试, 对应附录 B.1 在标准中无实际意义。因此建议进一步完善术语和定义, 并进	中国环境监测总站	原则采纳。编制说明 5.1.1 标准的适用范围章节中本标准既适用于 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类的测定, 也适用于其它氯代二噁英类的测定。由于我国二噁英类毒性当量质量浓度为毒性当量因子非零的 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类的之和, 因此方法文本中仅对 17 种物质的方法检出限、回收率等进行了规定, 其它化合物定性定量要求参照执行。附录 B.1 为资料性附录, 便于理解认识二噁英类物质。方法名称沿用原标准的名称, 不作更改。	/	/

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
		一步核实是否将标准名称修改为 17 种二噁英类的测定。				
17	标准文本	3.16 和 3.17“毒性当量质量浓度”的术语和定义，在文献和学术界均未查到此种表述方式，英文词组中也无“质量”的释义，建议修改为“毒性当量浓度”，与《环境二噁英类监测技术规范》（HJ 916-2017）保持一致。	中国环境监测总站	原则采纳。现行水质环境介质中目标物浓度均表述为质量浓度。毒性当量质量浓度为实测质量浓度与无量纲的毒性当量因子的乘积，为保持前后一致，使用“毒性当量质量浓度”为宜。“毒性当量质量浓度”和“毒性当量浓度”无本质区别。	/	/

续表

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
18	标准文本	建议进一步核实 4 方法原理“加入进样内标并定容”文字表述的准确性，如不采用氮吹近干的方式定容，进样内标应在定容后添加，考虑到各实验室采用定容的方式不同，建议修改此处文字表述。	中国环境监测总站	采纳。修改文字表述。	提取液经净化、分离、浓缩等操作后，加入进样内标并定容。	经萃取、提取、净化、分离、浓缩等操作后，加入进样内标。
19	标准文本	4 方法原理“水样中二噁英类的过滤、提取、净化、分离及仪器分析流程参见附录 D”此句话并未方法原理部分内容，建议进一步调整文字结构。	中国环境监测总站	原则采纳。方法原理包含了方法的基本原理、方法特征及主要步骤。“样品中二噁英类的过滤、提取、净化、分离及仪器分析流程参见附录 D”放在方法原理章节，较为合适。	/	/
20	标准文本	建议将“6.23 全氟煤油（PFK）”和“6.24 全氟三丁胺（PFTBA）”两种试剂进行合并，统一为“质量校准物质”	中国环境监测总站	采纳。物质名称前添加了“质量校准物质”，清晰明确了物质的用途。“全氟煤油（PFK）”和“全氟三丁胺（PFTBA）”为 2 种不同的化学试剂，应	6.23 全氟煤油（PFK）、6.24 全氟三丁胺（PFTBA）	6.23 质量校准物质全氟煤油（PFK）、6.24 质量校准物质全氟三丁胺

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
				分开列出。		(PFTBA)
21	标准文本	建议进一步明确“6.31 氧化铝”“6.32 活性炭或活性炭硅胶”的配制，文本中应进一步明确哪些类型或等级的氧化铝和活性炭需要经过标准要求的活化操作，哪些类型或等级的氧化铝和活性炭不需要经过标准要求的活化操作。按照目前的表述方式均需要进行复杂的活化过程。	中国环境监测总站	原则采纳。实验室配制活性炭或活性炭硅胶参考 6.32 提供的配制方法及清洗方法。使用任何等级的氧化铝时，首先要确认其活性，失活的氧化铝无法使用，活化后氧化铝尽快使用。氧化铝和活性炭品质未明确要求，但应符合全过程质量控制与质量保证要求。推荐购买市售商品。	/	/
22	标准文本	建议进一步核实“6.33 样品自动净化柱”名称的准确性。目前市售净化柱不完全为自动，也有手工或其他方式的，建议修改为“市售商品净化柱”，同时建议将“7.8 样品自动净化系统”修改为“商品净化柱净化系统”。	中国环境监测总站	未采纳。样品自动净化柱是为配套样品自动净化系统使用的净化柱，手工净化柱或其他方式可纳入 8.2.6.6 其他净化分离方法。	/	/

续表

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
23	标准文本	7.3.2.4 中提及的分辨率应是 5%峰谷定义，建议相关描述中改成稳定 12 h 以上，并参考《环境空气 26 种多溴二苯醚的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》（HJ 1270）定义静态分辨率和动态分辨率的范围。	中国环境监测总站	未采纳。不同仪器对于定义峰高的峰宽方法不同，有的仪器定义为 5%峰高处的峰宽，有的仪器定义为 10%峰高处的峰宽，有的仪器定义为 50%峰高处的峰宽，其中 5%峰谷定义的分辨率严于 10%峰谷定义的分辨率，标准文本中提及的分辨率为 10%峰谷定义。与原标准中动态分辨率大于 1.0×10^4 并至少可稳定 24 h 以上要求一致。静态分辨率指的是仪器调谐时的分辨率；动态分辨率指仪器校正时的分辨率，动态分辨率的要求严于静态分辨率，本标	/	/

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
				准均采用动态分辨率。		
24	标准文本	8.1: 水样在实验室 0℃~10℃的保存条件可操作性较差。单个点位的水样采集量大于 10 L, 因此一个批次的样品量将会特别大, 需要大量冷藏设备用于储存样品。建议编制组进一步补充室温条件下的保存实验, 若可在室温下避光储存样品, 将使得本标准具备更好的可操作性。	中国环境监测总站	未采纳。《水质 样品的保存和管理技术规定》(HJ 493-2009)中要求样品冷藏运输和保存(1℃~5℃), USEPA 1613B 和 JISK0312 也规定样品低温(0℃~10℃)避光保存。由于物理、化学、生物的作用水质会发生不同程度的变化, 为了减缓变化, 低温保存是最常见的手段。室温保存水质样品并不适合, 特别是废水样品。冷藏设备为实验室基本设备, 应充分配置。	/	/
25	标准文本	8.2.2: 建议文字描述中进一步明确根据不同的提取方式选择是否进行水样的过滤处理。《水质 样品的保存和管理技术规定》(HJ 493)中 2.2.7 规定在区分分析物的可溶性和不可溶性的比例时进行过滤, 而水质中二噁英类的检测不需区分可溶性的比例, 通过液液萃取的方式提取水样时, 悬浮物中的二噁英可以被一同	中国环境监测总站	原则采纳。若样品的浊度较大, 采样现场应静置或过滤。实验室分析试样中悬浮物也是样品的一部分。 8.2.2 过滤是可选步骤, 是否选择过滤与水中悬浮物多少有关。对于悬浮物较多样品(造纸废水), 过滤悬浮物目的是提高萃取效率、缩短萃取时间, 不是为了区分目	/	/

续表

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
		提取, 《水质 有机氯农药和氯苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 699)、《水质 多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 909)、《水质 百草清及拟除虫菊酯类农药的测定 气相色谱—质谱法》(HJ 753)等标准在测定水样中有机物时也未要求必须过滤。		标物可溶性和不可溶性的比例。若仅选用液液萃取或固相萃取, 可能造成目标物流失、萃取效率低、萃取时间过长。滤膜中目标物提取后与萃取液合并后一起进行净化处理。	/	/

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
26	标准文本	8.2.3: 建议相关内容中增加“注”, 注明在能够实现本方法质量控制要求的情况下, 可使用其他萃取方法。水质二噁英萃取所需样品量大、萃取操作复杂且时间长, 据调研, 目前已有采用不同于固相萃取圆盘的萃取剂的设备, 能够快速大体积萃取水质样品。	中国环境监测总站	原则采纳。8.2.3 章节列出了 2 种常用的萃取方法。其他萃取方法在满足质量控制要求的情况下, 也可使用。	/	/
27	标准文本	8.2.3.1: 建议液液萃取中进一步给出推荐的二氯甲烷与样品的萃取比例。	中国环境监测总站	采纳。补充二氯甲烷与样品的萃取比例。	/	每 1 L 样品添加约 100 ml 二氯甲烷。
28	标准文本	8.2.4.2: 进行加压流体萃取时, 不建议添加无水硫酸钠或硅藻土。悬浮物吸附于滤膜和固相萃取膜上, 添加分散剂是无作用的; 同时添加无水硫酸钠, 易于堵塞管路; 此外, 提取溶剂如有二氯甲烷, 会生成盐酸腐蚀管路, 在长期不使用的情况下应将管路从溶剂瓶中移出, 相关要求建议补充在编制说明中。	中国环境监测总站	采纳。在编制说明 5.8.6 中补充二氯甲烷溶剂使用注意事项。加压流体萃取时需添加无水硫酸钠或硅藻土充盈萃取池, 主要是吸收样品中水分, 提高萃取效率。选择粒径比较大无水硫酸钠或硅藻土为吸附剂, 可以避免堵塞管路。	/	/
29	标准文本	8.2.6.5: 建议将“自动净化”修改为“商品柱净化”, 由于不同品牌的商品柱和净化设备净化过程不同, 为避免商业宣传, 建议删除附录 G 附件内容, 只在 8.2.6.5 中保留可采用商品柱净化的叙述即可。	中国环境监测总站	原则采纳。附录 G 为资料性附录, 仅列举自动净化方法, 未注明品牌名称, 不涉及商业宣传。	/	/

续表

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
30	标准文本	8.2.7: 浓缩定容的方法, 目前有采用氮吹近干的, 也有采用直接氮吹的, 两种方法在实际检测中均能够满足要求, 因此建议该步骤针对定	中国环境监测总站	采纳。将“浓缩定容”修改为“上机样品制备”, 变更表述方式。	8.2.7 浓缩定容	8.2.7 上机样品的制备

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
		容的方法不作唯一的规定。建议本标准参考 EPA1613 的 14.2“为了防止进样内标与样品中的其他物质吸附、挥发、反应，建议上机前加入上机标”的要求，将相关内容修改为上机前加入上机标。				
31	标准文本	9.2.2: 同位素稀释法检测二噁英定量采用的是平均相对响应因子法，不是标准曲线法，无需建立标准曲线。该部分内容建议编制组参考《环境空气 有机氯农药的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》（HJ 1224）和《环境空气 26 种多溴二苯醚的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》（HJ 1270）等类似标准的写法进行完善。	中国环境监测总站	未采纳。相对响应因子也需要至少 5 个非零质量浓度梯度的校准溶液，通过绘制内标物浓度与峰面积比值的曲线，再根据待测样品的峰面积比值，计算出目标分析物的浓度。虽未使用曲线线性定量，但作用与标准曲线相似，文本与其他标准保持一致，章节名称仍然使用标准曲线。	/	/
32	标准文本	10.1.2: 实际工作中，样品的保留时间与校准溶液保留时间相差 3 s 要求过于严格，一般在 12 s~18 s 也可满足要求，可通过同位素内标辅助确认目标物。	中国环境监测总站	未采纳。若修改为 12 s~18 s，则当样品基质复杂时，会出现干扰误判情况。	/	/
33	标准文本	图 1 中，在 DB-5MS 柱上的色谱柱 ¹³ C-2,3,7,8-TCDF 与 ¹³ C-1,2,3,4-TCDD 是可以分开的，建议编制组进一步核实。一般可实现 ¹³ C-2,3,7,8-TCDF 出峰时间早于 ¹³ C-1,2,3,4-TCDD 约 0.3 min 左右。	中国环境监测总站	原则采纳。使用 DB-5MS 色谱柱可以实现两个物质的分离，但图 1 总离子色谱图是在 BPX-DXN 柱上的分离， ¹³ C-2,3,7,8-TCDF 与 ¹³ C-1,2,3,4-TCDD 在选择离子监测模式下色谱图保留时间略有差别（0.06 min），但总离子流图中缩放后显示无法完全分离，在编制说明 5.9.1 章节表 5-11 中已列出了不同批号色谱柱性能差异。	/	/

续表

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				

序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
34	标准文本 10.4 结果表	修订后的标准不再使用低于检出限，采用半量检出限计算毒性当量的方式，建议在编制说明中进一步说明缘由。为保持与相关控制标准的一致性，建议在低于检出限时毒性当量的计算方式给出 0 和半量检出限的选择。	中国环境监测总站	采纳。在编制说明 5.10.4.2 中进一步补充说明以 0 计理由，并添加若有需求，也可选择半量检出限计算模式。《污水监测技术规范》（HJ 91.1-2019）9.7 监测数据的处理章节中关于某一类污染物的测定技术以及 2019 年部长信箱“关于可吸附有机卤素检出限及计算问题”答复中，均明确规定“如果每个分项项目的监测结果均小于方法检出限，在填报总量的结果时，可表述为“未检出”并备注出每个分项项目的方法检出限；当其中某一个或某几个分项的监测结果大于方法检出限时，总量的结果为所有分项之和，低于方法检出限的分项以 0 计”。参考上述规定，把原计算方式更改为“2,3,7,8-氯代二噁英类实测质量浓度低于方法检出限，计算样品毒性当量质量浓度时该化合物浓度以 0 计”。以半量检出限计算方式，会导致毒性当量质量浓度报出结果偏高。	若实测质量浓度低于方法检出限，则以 0 计算毒性当量质量浓度。	若实测质量浓度低于方法检出限，则以 0 计算毒性当量质量浓度。有特别指明，可按方法检出限 1/2 计算毒性当量质量浓度。
35	标准文本	12.4：建议针对标准曲线的使用期限进一步补充实验，并根据实验数据适当延长。	中国环境监测总站	原则采纳。标准编制组已开展为期 1 年（2021 年 1 月至 2021 年 12 月）的标准曲线的使用期限实验，结果发现 2021 年 4 月 14 日开始，1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF 及 ¹³ C ₁₂ -O ₈ CDD 的质量浓度相对误差大于 ±35%。结合本实验室数据及国内外大部分二噁英实验室实际工作现状，在尽量满足分析规范要求的情况下，明确要求仪器连续开机时，同一台仪器的同一条标准曲线在仪器正常运行下的使用期限不得超过	/	/

续表

标 准 名 称	水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法
---------	---------------------------------

标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
				三个月，一方面保证的数据的准确可靠，另一方面又不至于大幅提高成本。详见编制说明。		
36	标准文本	12.7：编制组根据验证结果对回收率范围进行了放宽，建议补充相关的依据。若严格采用验证的结果作为质控要求，还应考虑各验证单位的验证实验是否包括了不同的提取和净化方式。	中国环境监测总站	采纳。在编制说明 7.4.4 中补充了调整理由，并调整超出原标准限制范围的下限值。提取内标回收率的范围确定严格按照 HJ 168-2020 方法验证要求进行确定，6 家实验室的验证试验已包含了不同的制备、提取、净化方式以及不同品牌分析仪器，结果具有代表性。修订后提取内标回收率范围与 HJ 77.1-2008 等方法中的回收率控制范围进行对比，上限值均低于原限值，下限值中 $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8- H_6CDF 、 $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8- H_6CDD 与原限值相同，其他化合物均高于原限值。	/	在编制说明 7.4.4 中补充了调整理由，并调整超出原标准限制范围的下限值
37	标准文本	12.8：建议进一步明确所给出的平行样之间的相对偏差，是单个化合物还是化合物总量的偏差。	中国环境监测总站	原则采纳。平行样之间的相对偏差为单个化合物的偏差。编制说明和文本中已说明。	/	/
38	编制说明	建议进一步提升文字撰写的规范性，如 1.2.4 标题中多了一个“验”，2.2.3 第一段内容在 2.1 中有所体现，建议进一步简化文字描述。	中国环境监测总站	采纳。1.2.4 标题中多的“验”和 2.2.3 第一段内容已删除。	/	/
39	编制说明	2.3.2 提出现行标准文本中对内标量规定不够细致，建议进一步核实本标准文本中是否存在对低浓度样品与高浓度样品内标添加量的差异化说明。	中国环境监测总站	采纳。在编制说明 2.3.2 中完善了该内容的说明，减少歧义。水质中二噁英类浓度低，修订后 HJ 77.1 降低了内标添加量。	标准文本中对内标量规定不够细致，提取内标、进样内标等添加量未差异化说明，低浓度样品与高浓度样品内	原标准 HJ 77.1～HJ 77.4 系列中内标添加量范围相同，未依据环境介质中二噁英浓度水平存在差异而适当调整内标添加量。

续表

标 准 名 称	水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法
---------	---------------------------------

标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
					标添加量范围相同。	
40	编制说明	根据表 3-2 的描述，其表达的含义是文本里涉及的所有的的方法都应进行验证。但实际方法开发过程中，只是将常用的方法进行验证，其余方法只要达到方法性能参数要求即可，因此建议进一步完善对其余方法评价的表达方式，进行客观评价。	中国环境监测总站	采纳。修订了表述方式，避免歧义。	“无具体验证内容”。	“缺少验证数据或操作说明。”
41	编制说明	建议进一步完善表 5-4 针对样品的表述。样品 1-6 为水样原液，样品 1R~样品 4R 为样品提取液，样品保存实验应是水样原液 30 d 浓度变化比较和样品 1R~样品 4R 提取液 1 年的浓度变化比较，建议在编制说明中进一步完善相关表述。	中国环境监测总站	采纳。在编制说明 5.7.3 中进一步完善表述。	/	/
42	编制说明	5.6.2.1：目前尚无高分辨气相色谱设备，使用高分辨气相色谱的名称主要是与国外标准保持一致（HRGC/HRMS）并延续上一版标准的名称，建议编制说明中进一步对此进行解释和说明。	中国环境监测总站	采纳。编制说明 5.6.2.1 中补充高分辨气相色谱设备名称的说明。	/	目前尚无高分辨气相色谱概念，但高分辨气相色谱高分辨质谱为整套设备，且目前国内现行有效的标准，如 HJ 1270-2022、HJ1224-2021，名称均为高分辨气相色谱-高分辨质谱法；参考 EPA Method 1613、EPA Method1668、EPA Method1614 等涉及高分辨分析方法目前也是用

续表

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
						HRGC-HRMS 的写法, 因此, 本标准制修订仍沿用高分辨气相色谱-高分辨质谱法 (HRGC/HRMS) 名称, 保持标准的一致性。
43	编制说明	5.12.3: 编制组在 3 个月的时间内对单点进行了连续校准, 确定曲线满足使用要求, 建议进一步核实是否可以在更长的时间尺度对连续稳定运行的磁质谱进行曲线评价, 并核实曲线的使用期可否继续延长。	中国环境监测总站	原则采纳。标准编制组已开展为期 1 年 (2021 年 1 月至 2021 年 12 月) 的标准曲线的使用期限实验, 结果发现 2021 年 4 月 14 日开始, 1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF 及 ¹³ C ₁₂ -O ₈ CDD 的质量浓度相对误差大于 ±35%。结合本实验室数据及国内外大部分二噁英实验室实际工作现状, 在尽量满足分析规范要求的情况下, 明确要求仪器连续开机时, 同一台仪器的同一条标准曲线在仪器正常运行下的使用期限不得超过三个月, 一方面保证的数据的准确可靠, 另一方面又不至于大幅提高成本。	/	/
44	编制说明	建议进一步完善编制说明中文字表达, 如将“3.3 文献资料研究”中“此外, 张素坤等在此基本上进一步将以上两步净化流程简化为复合层析柱净化流程”修改为“此外, 张素坤等在此基础上进一步将以上两步净化流程简化为复合层析柱净化流程”。	中国环境监测总站	采纳。	基本	基础
45	标准文本	“10.4.4 数值修约与表达”中, 建议明确样品 TEQ 总量的数据修约方式。	天津市生态环境局	采纳。标准文本和编制说明已修了表述方式。	测定结果小数点后位数应与检出限一致, 最多保	测定结果最多保留 3 位有效数字, 小数点后的位数与方

续表

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
					留3位有效数字。	法检出限一致。
46	标准文本	建议删除 12.4 中标准曲线使用期限，连续校准符合要求即可继续使用。	天津市生态环境局	未采纳。根据《环境监测质量管理技术导则》（HJ 630-2011）5.5.1.2 中明确规定，校准曲线不得长期使用，不得互相借用。综合考虑同位素稀释内标法、实验室内对标准曲线的数据质量情况及国内外大部分二噁英实验室实际工作现状，在满足分析规范要求的情况下，明确要求仪器连续开机时，同一台仪器的同一条标准曲线在仪器正常运行下的使用期限不得超过三个月，一方面保证的数据的准确可靠，另一方面又不至于大幅提高成本。	/	/
47	标准文本	建议明确 12.5 中连续校准内标质量变化是否也需要在±35%以内，通常进样口或离子源污染会导致内标测定浓度变化较大。	天津市生态环境局	采纳。文本中明确目标化合物、内标均需要满足±35%以内。	测定结果峰面积应不低于初始标准曲线在该点峰面积的 70%，质量浓度变化应在±35%以内，否则应查找原因。	目标化合物及内标测定结果峰面积应不低于初始标准曲线在该点峰面积的 70%，质量浓度变化应在±35%以内，否则应查找原因，解决后重新连续校准，或者重新绘制标准曲线计算相对响应因子。
48	标准文本	建议删除 12.6，标准中未明确样品中内标浓度是否需要校准曲线中一致，且由于仪器稳定性、定容体积误差、样品基质影响，很难保证在 70% 以内。	天津市生态环境局	未采纳。12.6 中已明确在同一浓度水平下，样品进样内标的峰面积应不低于二噁英类校准溶液中进样内标峰面积的 70%，当大于 70%时候，仪器的灵敏度认为可正常工作，当低于 70%时应查找原因，重	/	/

续表

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
				新测定。		
49	标准文本	建议删除 12.9 基体加标，提取内标回收率可以指征样品正确度。	天津市生态环境局	原则采纳。方法中基体加标变更为宜确认的质控指标。	每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）测定 1 个基体加标样品。	每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）宜分析 1 个基体加标样品。
50	标准文本	建议 3 术语和定义去除 3.1~3.12 仅保留二噁英类污染物的说明。	国家海洋环境监测中心	未采纳。 HJ 77.1 作为 HJ 77 系列第一个标准，有必要对二噁英类基本概念说明。	/	/
51	标准文本	建议 6 试剂和材料补充二噁英类标准溶液、提取内标和进样内标的中间液、使用液配制过程以及补充氢氧化钠的纯度。	国家海洋环境监测中心	原则采纳。二噁英类标准溶液、提取内标及进样内标多数为商品化产品，无需进行配制，购置后稀释使用。可根据样品实际情况自行选择浓度。第 6 章引语中已对未标注纯度的试剂和材料提出了说明“除非另有说明，分析时均使用符合国家标准分析纯试剂”，未再重复列出氢氧化钠的纯度。		
52	标准文本	建议补充分液漏斗和固相萃取膜盘规格。	国家海洋环境监测中心	原则采纳。在编制说明 5.8.4 和 5.8.5 章节中已分别对分液漏斗和固相萃取膜常用规格进行说明。样品取样量比较大，需要分批次提取，分析者根据实验室配置情况选择使用。	/	/
53	标准文本	由于水样取样量为 10 L，应注明是否进行分批次液液萃取。若分批次液液萃取是否可能出现单批次样品实测浓度低于检测限情况。	国家海洋环境监测中心	采纳。文本中已表明液液萃取 10 L 样品需要分批次萃取。单批次的萃取液为样品的一部分，所有萃取液合并为一个样品。	/	/
54	标准文本	建议 12.4 中补充符合质控要求的标准曲线相关系数值。	国家海洋环境监测中心	原则采纳。本标准采用同位素稀释内标法进行定量分析，未采用线性拟合曲线进行校正，对线性系数不做要求。对平均相对响应因子的相对标准偏差进行要求，平均	/	/

续表

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
				相对响应因子相对标准偏差不大于 20%。		
55	标准文本	试剂和材料 6.27、6.28、6.29 和 6.30 中，前处理所使用的各类硅胶建议给出干燥器储存条件下的保存时间。	湖北省生态环境监测中心站	原则采纳。由于各实验室使用的硅胶的品牌及批次各不相同，干燥器种类、保存条件等也不一致，最长保存时间无法统一。建议各实验室在使用硅胶时采用标准品或有证标准物质进行确认。	/	/
56	标准文本	“8.2.5 分取”中的净化分析样品，剩余样品建议修改为“净化分析试样，剩余试样”	湖北省生态环境监测中心站	采纳。文本和编制说明中已更改。	净化分析样品。	净化分析试样。
57	标准文本	因本标准为同位素稀释高分辨质谱法，每个样品在分析过程中都添加了同位素提取内标，并在 12.7 中明确了每个提取内标的回收率要求，确保了每个样品每个目标物监测结果的正确度。基体加标样品的目的也是为了确保样品结果的正确度，每批做一个，还不如提取内标能代表每个样品的正确度，而且对实际样品加标也有可能引起器具等实验室本底的污染，还提高了分析成本，增加了工作量，没起到应有的作用。因此，建议删去 12.9 正确度测定的要求。	湖北省生态环境监测中心站	原则采纳。水质二噁英分析方法中基体加标变更为推荐性质控指标。	每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）测定 1 个基体加标样品。	每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）宜分析 1 个基体加标样品。
58	标准文本	“10.4.2 小节”以及《土壤和沉积物 二噁英类的测定 同位素/稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法（征求意见稿）》“9.4.2 小节”的描述中“若实测质量分数低于方法检出限，则以 0 计算毒性当量质量分数”。考虑到历史数据的可比性，该规定是否可以与现行相关标准中“对于低于样品检出限的测定结果 如无特别指明，使用样品检出限的 1/2 计算毒性当量（TEQ）	陕西省生态环境厅	采纳。在编制说明中进一步补充变更理由，并添加若有需求，也可选择半量检出限计算模式。 《污水监测技术规范》（HJ 91.1-2019）9.7 监测数据的处理章节中关于某一类污染物的测定技术以及 2019 年部长信箱“关于可吸附有机卤素检出限及计算问题”答复中，均明确规定“如果每个分项的监测结果均小于方法检出限，	若实测质量浓度低于方法检出限，则以 0 计算毒性当量质量浓度。	若实测质量浓度低于方法检出限，则以 0 计算毒性当量质量浓度；有特别指明，可按方法检出限 1/2 计算毒性当量质量浓度。

续表

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
		质量分数。”描述保持一致：“若实测质量分数低于方法检出限，则以检出限 1/2 计算毒性当量质量分数”。		在填报总量的结果时，可表述为“未检出”并备注出每个分项项目的方法检出限；当其中某一个或某几个分项的监测结果大于方法检出限时，总量的结果为所有分项之和，低于方法检出限的分项以 0 计”。参考上述规定把原计算方式更改为“2,3,7,8-氯代二噁英类实测质量浓度低于方法检出限，计算样品毒性当量质量浓度时该化合物浓度以 0 计”。以 1/2 检出限计算方式，会导致毒性当量质量浓度报出结果偏高。		
59	标准文本	“12.7 提取内标回收率”小节以及《土壤和沉积物 二噁英类的测定 同位素/稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法（征求意见稿）》“11.7 提取内标回收率”小节中提取内标回收率范围由参加比对的 6 家实验室统计结果确定。作为重要的质控手段，6 家实验室的统计数据是否能够反映目前国内二噁英实验室提取内标回收率，该统计数据的样本量是否需要进一步增加以提高代表性？	陕西省生态环境厅	采纳。提取内标回收率的范围确定严格按照 HJ 168-2020 方法验证要求进行确定，6 家实验室的验证试验已包含了不同的制备、提取、净化方式以及不同品牌分析仪器，结果具有代表性。最终确定的回收率是在实际范围的基础上，考虑和其它标准的适配性，在满足原标准提取内标回收率控制要求前提下，为保证修订文本广泛性，做了一定的调整。修订后提取内标回收率范围与 HJ 77.1-2008、EPA Method 1613 等方法中的回收率控制范围进行对比，并未有明显收窄或放宽趋势。	/	/
60	标准文本	“表 J.1 报告格式示例”以及《土壤和沉积物 二噁英类的测定 同位素/稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法（征求意见稿）》“表 I.1 报告格式示例”中，“18-26”行四氯、五氯、六氯、七氯和八氯代 PCDD/Fs 是否为各自的总量?建	陕西省生态环境厅	采纳。术语和定义章节中已经对四氯、五氯、六氯等化合物简称进行定义说明，此处为相应的总量。表 J.1 报告格式示例为资料性附录，内容格式供参考。不同氯代物二噁英类总量的形态分布数据有利于	/	表 J.1 报告格式示例表格中已作标注。

续表

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
		议明确。如是总量，建议将其作为报告可选项目		判断监测结果合理性，在数据报告中作为可选项列出。		
61	标准文本	“表 F.1 二噁英类标准物质使用示例”以及《土壤和沉积物 二噁英类的测定 同位素/稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法（征求意见稿）》“表 F.1 二噁英类标准物质使用示例”中建议将备注内容更加具体，改为“计算 1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD 结果时，其相对响应因子由 1.2.3.7,8,9-H ₆ CDD 监测离子峰面积之和与 ¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD 监测离子峰面积之和与 ¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD 监测离子峰面积之和平均值计算得来。”	陕西省生态环境厅	采纳。已修改。	计算 1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD 结果时，其相对响应因子由 1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD 和 1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD 的相对响应因子的平均值代替计算。	计算 1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD 结果时，其内标峰面积由 ¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD 和 ¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD 监测离子峰面积的平均值代替。
三、生态环境部有关归口业务司局的意见						
62	标准文本	建议在“6 试剂和材料”中补充二噁英类标准溶液、提取内标和进样内标的中间液、使用液配制过程以及补充氢氧化钠的纯度；	生态环境部海洋生态环境司	原则采纳。二噁英类标准溶液、提取内标及进样内标多数为商品化产品，基本无需进行配置与稀释，可根据样品实际情况自行选择浓度。第 6 章引语中已对未标注纯度的试剂和材料提出了说明“除非另有说明，分析时均用符合国家标准和分析纯试剂”，未再重复列出氢氧化钠的纯度。		
63	标准文本	在 7.5 水样萃取装置中补充分液漏斗和固相萃取膜盘规格	生态环境部海洋生态环境司	采纳。在编制说明 5.8.4 和 5.8.5 章节中已分别对分液漏斗和固相萃取膜常用规格进行说明。水质样品取样量比较大，需要分批次提取，分析者根据实验室配置情况选择分液漏斗和固相萃取膜盘规格。	/	/
64	标准文本	在 12.4 标准曲线中建议补充符合质控要求的标准曲线相关系数值	生态环境部海洋生态环境司	原则采纳。本标准采用同位素稀释内标法进行定量分析，未采用线性拟合曲线进行校正，对线性系数不做要求。对平均相对	/	/

续表

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
				响应因子的相对标准偏差进行要求，平均相对响应因子相对标准偏差不大于 20%。		
65	标准文本	标准附录 C 中所列 WHO-TEF (2005) 在附录 J 表 J.1 中未涉及，建议明确列出的必要性。如确有必要列出，鉴于 WHO 已于 2022 年重新评估二噁英类毒性当量因子，与 2005 年版本差别较大，建议按照最新评估结果对该参数进行更新。	生态环境部水生态环境司	采纳。标准附录 C 中 WHO-TEF 进行了更新，附录 J 表 J.1 为资料性附录，仅以 I-TEF 为例进行说明。	/	标准附录 C 中补充了 WHO-TEF (2022)。
66	标准文本	本标准标题为“水质 二噁英类的测定”，术语和定义中明确二噁英类包含 210 种同类物，但本标准仅对 17 种二噁英类化合物开展测试与验证，建议补充说明其他种类二噁英类化合物测试与验证结果。	生态环境部水生态环境司	未采纳。依据我国二噁英类相关控制标准，二噁英类浓度是 17 种具有毒性当量因子的二噁英类化合物浓度之和，术语和定义 3.17 也对二噁英类毒性当量质量浓度进行了明确定义。其他种类二噁英类化合物毒性当量因子为零，对总毒性当量浓度无贡献。	/	/
四、通过生态环境部政府网站留言、寄送信函等方式提出的意见						
67	标准文本	气相色谱没有高低分辨率之分，是否标准名称更名为气相色谱-高分辨质谱法。	赵开	原则采纳。编制说明中补充使用高分辨气相色谱名称的说明。	/	目前尚无高分辨气相色谱概念，但高分辨气相色谱高分辨质谱为整套设备，且目前国内现行有效的标准，如 HJ 1270-2022、HJ1224-2021，名称均为高分辨气相色谱-高分辨质谱法；参考 EPA Method 1613、1668、1614、

续表

标准名称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
						1669 等涉及高分辨分析方法目前也是用 HRGC-HRMS 的写法，因此，本标准制修订仍沿用高分辨气相色谱-高分辨质谱法（HRGC/HRMS）名称，保持标准的一致性。
68	标准文本	征求意见稿为“二噁英”，是否与原标准、HJ 916 等标准保持一致为“二（口+恶）英”？	赵开	采纳。《通用规范汉字表》中“噁”为规范字，编号为 7519，“噁”为其繁体字。因此应改为“二噁英”。因字体兼容问题，最终编辑排版时再替换。	二噁英	二噁英
69	标准文本	PFK 建议规定使用低沸点。	赵开	原则采纳。低沸点与高沸点的 PFK 只是沸点与密度稍有区别，作为质量校准物质，各有优缺点，文本中未作规定，推荐使用低沸点。	/	/
70	标准文本	石英棉预处理使用二氯甲烷，因其沸点较低，索氏提取不好控制，且提取时间 6 h 较长，建议继续使用原标准方法 200 °C 烘 2 h 更为快捷。	赵开	采纳。在编制说明 5.5.34 中进行补充选用溶剂萃取的原因，并保留烘烤加热的处理方式。烘烤方式处理石英棉适合去除挥发性有机物，对难挥发有机物效果不显著，为确保去除石英棉中二噁英类物质，建议优先选用溶剂清洗，溶剂可选用二氯甲烷、甲苯、正己烷等。	使用前用二氯甲烷回流提取 6 h，干燥后保存于密闭玻璃容器中。	使用前用二氯甲烷回流提取 6 h，或 200 °C 烘烤 2 h，于密闭玻璃容器中保存。

续表

标 准 名 称		水质 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心、国家环境分析测试中心				
序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	修改前内容	修改后内容
71	标准文本	HJ 77.1 中 8.2.3.1, 液液萃取中, 萃取液使用量及萃取时间是否对结果有影响? 是否需要明确相关信息?	赵开	采纳。液液萃取中单次萃取溶剂的使用量及萃取时间会影响萃取效率。文本中明确了相关内容。	/	每 1 L 样品添加约 100 ml 二氯甲烷, 振荡萃取 10 min, 萃取 3 次。
72	标准文本	HJ 77.1 中正确度基体加标是否可以用纯水加标? 如果用实际样品加标, 样品采样量会翻倍。另外因二噁英类是剧毒物质, 这类检测做加标实验是否可行?	赵开	原则采纳。二噁英分析过程基体加标是可行, 添加的二噁英类目标物提取至试样中, 分析后的试样和分析过程中有毒有害物质作为危废处置。基体加标应选用实际样品加标, 该质控措施, 不可避免的会增加采样量。送审稿中基体加标变更为推荐性质控指标。	/	/
73	标准文本	HJ 77.1 中表 F.1 化合物简称的多氯代二噁英/呋喃总和与提取内标的关系选取, 是否应该杠掉?	赵开	原则采纳。附表 F.1 为资料性附录, 计算四氯、五氯、六氯、七氯代二噁英类的总量时可参考表中相应的提取内标和进样内标。	/	/
五、征求意见单位名单及返回意见情况						
序号	发送征求意见稿单位名称		是否复函	是否提出书面意见	备注	
1	生态环境部法规与标准司		是	否		
2	生态环境部水生态环境司		是	是		
3	生态环境部海洋生态环境司		是	是		
4	生态环境部土壤生态环境司		是	否		
5	生态环境部固体废物与化学品司		是	否		
6	生态环境部环境影响评价与排放管理司		否	否		
7	生态环境部生态环境执法局		否	否		

续表

序号	发送征求意见稿单位名称	是否复函	是否提出书面意见	备注
8	水利部办公厅	否	否	
9	水利部国际合作与科技司	是	是	
10	自然资源部办公厅	否	否	
11	自然资源部科技发展司	是	是	
12	农业农村部办公厅	否	否	
13	农业农村部科学技术司	是	是	
14	国家海洋环境监测中心	是	是	
15	中国环境科学研究院	是	是	
16	北京市生态环境局	否	否	
17	江西省生态环境厅	是	否	
18	内蒙古自治区生态环境厅	是	否	
19	天津市生态环境局	是	是	
20	西藏自治区生态环境厅	是	否	
21	云南省生态环境厅	是	否	
22	青海省生态环境厅	是	否	
23	山东省生态环境厅	是	否	
24	安徽省生态环境厅	是	否	
25	河北省生态环境厅	否	否	
26	山西省生态环境厅	是	否	
27	辽宁省生态环境厅	是	否	
28	吉林省生态环境厅	是	否	
29	黑龙江省生态环境厅	否	否	
30	上海市生态环境局	是	否	
31	江苏省生态环境厅	是	否	

续表

序号	发送征求意见稿单位名称	是否复函	是否提出书面意见	备注
32	浙江省生态环境厅	否	否	
33	福建省生态环境厅	是	否	
34	河南省生态环境厅	是	否	
35	湖北省生态环境厅	否	否	
36	湖南省生态环境厅	是	否	
37	广东省生态环境厅	是	否	
38	广西壮族自治区生态环境厅	是	否	
39	海南省生态环境厅	否	否	
40	重庆市生态环境厅	否	否	
41	四川省生态环境厅	否	否	
42	贵州省生态环境厅	是	否	
43	陕西省生态环境厅	是	是	
44	甘肃省生态环境厅	否	否	
45	宁夏回族自治区生态环境厅	是	否	
46	新疆维吾尔自治区生态环境厅	是	否	
47	新疆生产建设兵团生态环境厅	是	否	
48	生态环境部长江流域生态环境监督管理局	是	否	
49	生态环境部黄河流域生态环境监督管理局	是	否	
50	生态环境部淮河流域生态环境监督管理局	是	否	
51	生态环境部海河流域北海海域生态环境监督管理局	否	否	
52	生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局	是	否	
53	生态环境部松辽流域生态环境监督管理局	是	否	
54	生态环境部太湖流域东海海域生态环境监督管理局	否	否	
55	生态环境部长江流域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心	否	否	

续表

序号	发送征求意见稿单位名称	是否复函	是否提出书面意见	备注
56	生态环境部黄河流域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心	否	否	
57	生态环境部松辽流域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心	否	否	
58	生态环境部淮河流域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心	否	否	
59	生态环境部海河流域北海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心	否	否	
60	生态环境部珠江流域南海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心	否	否	
61	生态环境部太湖流域东海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心	否	否	
62	广西壮族自治区生态环境监测中心	否	否	
63	北京市生态环境监测中心	否	否	
64	天津市生态环境监测中心	否	否	
65	河北省生态环境监测中心	是	否	
66	山西省生态环境监测中心	否	否	
67	内蒙古自治区生态环境监测中心站	否	否	
68	辽宁省生态环境监测中心	否	否	
69	吉林省生态环境监测中心	否	否	
70	黑龙江省生态环境监测中心	否	否	
71	上海市环境监测中心	否	否	
72	江苏省环境监测中心	否	否	
73	浙江省生态环境监测中心	否	否	
74	安徽省生态环境监测中心	否	否	
75	福建省环境监测中心站	否	否	
76	江西省生态环境监测中心	否	否	

续表

序号	发送征求意见稿单位名称	是否复函	是否提出书面意见	备注
77	山东省生态环境监测中心	否	否	
78	河南省生态环境监测中心	否	否	
79	湖北省生态环境监测中心站	是	是	
80	湖南省生态环境监测中心	否	否	
81	广东省生态环境监测中心	否	否	
82	海南省生态环境监测中心	否	否	
83	重庆市生态环境监测中心	否	否	
84	四川省生态环境监测总站	否	否	
85	贵州省生态环境监测中心	否	否	
86	云南省生态环境监测中心	否	否	
87	西藏自治区生态环境监测中心	否	否	
88	陕西省环境监测中心站	否	否	
89	甘肃省环境监测中心站	否	否	
90	青海省生态环境监测中心	否	否	
91	宁夏回族自治区生态环境监测中心	否	否	
92	新疆维吾尔自治区环境监测总站	否	否	
93	新疆生产建设兵团生态环境第一监测站	否	否	
94	河北省石家庄环境监测中心	否	否	
95	太原市环境监测中心站	否	否	
96	内蒙古自治区环境监测总站呼和浩特分站	否	否	
97	辽宁省沈阳生态环境监测中心	否	否	
98	吉林省长春生态环境监测中心	否	否	
99	黑龙江省哈尔滨生态环境监测中心	否	否	
100	浙江省杭州生态环境监测中心	是	否	

续表

序号	发送征求意见稿单位名称	是否复函	是否提出书面意见	备注
101	安徽省合肥生态环境监测中心	否	否	
102	福建省福州环境监测中心站	否	否	
103	江西省南昌市生态环境监测中心	否	否	
104	山东省济南生态环境监测中心	否	否	
105	河南省郑州生态环境监测中心	否	否	
106	上海市浦东新区环境监测站	是	否	
107	武汉市生态环境监控中心	否	否	
108	湖南省长沙生态环境监测中心	否	否	
109	广东省广州生态环境监测中心站	是	否	
110	广西壮族自治区南宁生态环境监测中心	否	否	
111	海口市生态环境监测站	否	否	
112	四川省成都生态环境监测中心	是	否	
113	贵阳环境监测中心	否	否	
114	云南省生态环境厅驻昆明生态环境监测站	否	否	
115	拉萨市环境监测站	否	否	
116	西安市环境监测站	否	否	
117	甘肃省兰州生态环境监测中心	否	否	
118	西宁市生态环境监测站	否	否	
119	银川市生态环境监测站	否	否	
120	乌鲁木齐市环境监测中心站	否	否	
121	辽宁省大连生态环境监测中心	否	否	
122	山东省青岛生态环境监测中心	是	否	
123	浙江省宁波生态环境监测中心	否	否	
124	福建省厦门环境监测中心站	否	否	
125	广东省深圳生态环境监测中心站	否	否	

续表

序号	发送征求意见稿单位名称	是否复函	是否提出书面意见	备注
126	秦皇岛市环境监控中心	否	否	
127	唐山市环境监控中心	否	否	
128	保定市环境监控中心	否	否	
129	邯郸市环境监控中心	否	否	
130	山西省长治生态环境监测中心	否	否	
131	山西省临汾生态环境监测中心	否	否	
132	山西省阳泉生态环境监测中心	否	否	
133	山西省大同生态环境监测中心	否	否	
134	内蒙古自治区环境监测总站包头分站	否	否	
135	内蒙古自治区环境监测总站赤峰分站	否	否	
136	辽宁省鞍山生态环境监测中心	否	否	
137	辽宁省抚顺生态环境监测中心	否	否	
138	辽宁省本溪生态环境监测中心	否	否	
139	辽宁省锦州生态环境监测中心	否	否	
140	黑龙江省牡丹江生态环境监测中心	否	否	
141	黑龙江省齐齐哈尔生态环境监测中心	否	否	
142	黑龙江省大庆生态环境监测中心	否	否	
143	江苏省苏州环境监测中心	否	否	
144	江苏省南通环境监测中心	否	否	
145	江苏省连云港环境监测中心	否	否	
146	江苏省无锡环境监测中心	否	否	
147	江苏省常州环境监测中心	否	否	
148	江苏省扬州环境监测中心站	否	否	
149	江苏省徐州环境监测中心	否	否	

续表

序号	发送征求意见稿单位名称	是否复函	是否提出书面意见	备注
150	江苏省宿迁环境监测中心	否	否	
151	江苏省淮安环境监测中心	否	否	
152	江苏省盐城环境监测中心	否	否	
153	江苏省镇江环境监测中心	否	否	
154	浙江省温州生态环境监测中心	否	否	
155	浙江省嘉兴生态环境监测中心	否	否	
156	浙江省绍兴生态环境监测中心	否	否	
157	浙江省台州生态环境监测中心	否	否	
158	浙江省湖州生态环境监测中心	否	否	
159	安徽省马鞍山生态环境监测中心	否	否	
160	安徽省芜湖生态环境监测中心	否	否	
161	福建省泉州环境监测中心	否	否	
162	江西省九江生态环境监测中心	否	否	
163	山东省烟台生态环境监测中心	否	否	
164	山东省淄博生态环境监测中心	是	否	
165	山东省泰安生态环境监测中心	否	否	
166	山东省威海生态环境监测中心	否	否	
167	山东省枣庄生态环境监测中心	否	否	
168	山东省济宁生态环境监测中心	否	否	
169	山东省潍坊生态环境监测中心	否	否	
170	山东省日照生态环境监测中心	否	否	
171	河南省洛阳生态环境监测中心	否	否	
172	河南省安阳生态环境监测中心	否	否	
173	河南省焦作生态环境监测中心	否	否	
174	河南省开封生态环境监测中心	否	否	

续表

序号	发送征求意见稿单位名称	是否复函	是否提出书面意见	备注
175	河南省平顶山生态环境监测中心	否	否	
176	河南省生态环境监测和安全中心	否	否	
177	湖北省生态环境厅荆州生态环境监测中心	否	否	
178	湖北省生态环境厅宜昌生态环境监测中心	否	否	
179	湖南省岳阳生态环境监测中心	否	否	
180	湖南省湘潭生态环境监测中心	否	否	
181	湖南省张家界生态环境监测中心	否	否	
182	湖南省株洲生态环境监测中心	否	否	
183	湖南省常德生态环境监测中心	否	否	
184	广东省湛江生态环境监测中心站	否	否	
185	广东省珠海生态环境监测站	否	否	
186	广东省汕头生态环境监测站	否	否	
187	广东省佛山生态环境监测站	否	否	
188	广东省中山生态环境监测站	否	否	
189	广东省韶关生态环境监测中心站	否	否	
190	广西壮族自治区桂林生态环境监测中心	否	否	
191	广西壮族自治区北海生态环境监测中心	否	否	
192	广西壮族自治区柳州生态环境监测中心	否	否	
193	三亚市生态环境监测站	否	否	
194	四川省绵阳生态环境监测中心站	否	否	
195	四川省攀枝花生态环境监测中心站	否	否	
196	四川省泸州生态环境监测中心站	否	否	
197	四川省宜宾生态环境监测中心站	否	否	
198	遵义生态环境监测中心	否	否	
199	云南省生态环境厅驻曲靖市生态环境监测站	否	否	

续表

序号	发送征求意见稿单位名称	是否复函	是否提出书面意见	备注
200	咸阳市环境监测站	否	否	
201	延安市环境保护监测站	否	否	
202	宝鸡市环境监测中心站	否	否	
203	铜川市环境监测站	否	否	
204	甘肃省金昌生态环境监测中心	否	否	
205	石嘴山市生态环境监测站	否	否	
206	克拉玛依市环境科研监测中心站	否	否	
207	中国科学院生态环境研究中心	否	否	
208	生态环境部环境应急与事故调查中心	是	否	
209	中国环境监测总站	是	是	
210	生态环境部环境发展中心	是	否	
211	生态环境部南京环境科学研究所	是	否	
212	生态环境部华南环境科学研究所（生态环境部生态环境应急研究所）	否	否	
213	生态环境部环境工程评估中心	是	否	
214	国家环境分析测试中心	否	否	
215	河北环境工程学院	否	否	
216	中国计量科学研究院 环境计量中心 宋小卫 13070167531	是	否	
217	吉林大学 新能源与环境学院 高松 13620781507	是	否	
218	中检（深圳）环境技术服务有限公司 李军 13699770916	是	否	
219	赵开 电话：18210528605	是	是	
六、附加情况				
征求意见单位数量：219 家；复函单位：55 家；复函提出意见单位：12 家；征求意见数目：73 条；采纳及原则采纳 62 条，占 85%；未采纳 11 条，占 15%。				