

附件13

《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（报批稿）（二次征求意见）》 编制说明

《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》标准编制组

二〇二五年八月

项目名称：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

项目统一编号：2019-L-25

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：李沐霏、刘劲松、巩宏平、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技术管理负责人：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	8
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	标准制修订基本原则	16
4.2	标准制修订的技术路线	17
5	方法研究报告	18
5.1	方法研究的目标	18
5.2	方法原理	20
5.3	干扰和消除	20
5.4	试剂和材料	20
5.5	仪器设备	24
5.6	样品	25
5.7	试样的制备	35
5.8	分析步骤	45
5.9	结果表示与计算	56
5.10	质量保证和质量控制	104
6	方法比对	112
6.1	方法比对方案	112
6.2	方法比对过程及结论	112
7	方法验证	119
7.1	验证单位概况	119
7.2	方法验证方案	120
7.3	方法验证过程	121
7.4	方法验证结论	121
8	与开题报告差异说明	124
9	标准征求意见稿技术审查情况	124

10	标准征求意见情况	124
11	标准送审稿技术审查情况	124
12	标准实施建议	125
13	参考文献	125
附件一	方法验证报告	129
附件二	国家生态环境标准征求意见情况汇总处理表	460

《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（送审稿）》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》和《中华人民共和国土壤污染防治法》，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，加强土壤和沉积物中二噁英类的污染防治和环境管理，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《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（修订 HJ 77.4-2008）》的制修订任务，项目统一编号为 2019-L-25，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》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，检索了国际标准化组织、我国排放标准及分析方法标准、美国环境保护署、日本及欧盟等国外标准分析方法，搜集了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现有监测情况。同时向全国生态环境监测部门、科研院校等相关单位征求标准使用情况，收集反馈意见。经对比、筛选后初步提出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草案内容介绍，经质询、讨论，针对《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》（HJ 77.4-2008）的制修订工作形成以下论证意见：1、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；2、标准内容与其他3个相关标准保持一致；3、按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168）、《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565）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，根据专家论证会意见及《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，并进行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7月，标准编制组组织6家单位开展方法验证工作，完成编写了《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》方法验证报告。

1.2.6 编写标准征求意见稿和编制说明

2021年8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《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》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，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 49 条意见，采纳及原则采纳 41 条，占 84%；未采纳 8 条，占 16%。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，能满足土壤和沉积物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. 标准文本中完善方法原理、注意事项和附录 G 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 完成送审稿及编制说明

根据技术审查会专家意见，对标准文本中的方法原理、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。在此基础上，完善了标准文本及编制说明。

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分为众多异构体和同系物，包括 75 种 PCDDs 和 135 种 PCDFs^[1]，二噁英类化合物名称及相应异构体数目见表 2-1。

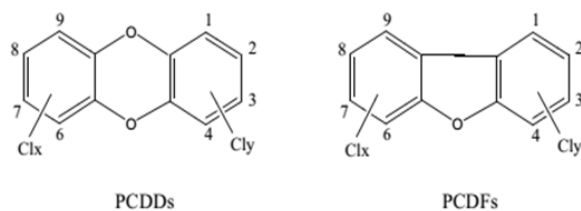


图 2-1 二噁英类的化学结构式

表 2-1 二噁英类物质名称及异构体数目

序号	物质名称	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。				

在室温下，二噁英类呈无色结晶固体，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]。2,3,7,8-氯代二噁英类的理化性质见表 2-2，该类物质化学性质稳定，熔点较高，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 2-2 2, 3, 7, 8-氯代二噁英类的理化参数

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

二噁英类在环境和人体中相对稳定存在,美国环境保护署对二噁英类的健康风险进行研究,结果表明二噁英类对人类具有不可逆的致畸、致癌、致突变毒性,可显著增加癌症死亡率,降低人体免疫能力,进而影响正常荷尔蒙分泌^[5,6]。二噁英类的毒性与氯原子数量及氯原子在苯环上的取代位置有着密切联系,其中 2,3,7,8-四氯代二苯并-对-二噁英(2,3,7,8-T₄CDD)毒性最强。1997 年国际癌症研究中心宣布 2,3,7,8-T₄CDD 为一级致癌物,被公认为是目前人类已知的毒性最强的致癌剂。低浓度的二噁英类就能对动物表现出致癌效应,如 2,3,7,8-T₄CDD 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,易于通过食物链富集在动物和人的脂肪和乳汁中,通过母乳传递给下一代,并且二噁英类也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]对美国密歇根州食用了二噁英类污染鱼类的孕妇进行研究发现,二噁英类可以通过胎盘和在母乳浓缩后转移到婴儿体内,其智商和阅读能力低于正常情况的孩子。二噁英类的致毒机理目前尚未完全研究清楚,普遍接受的观点认为二噁英类主要通过和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。

环境中的二噁英类主要以混合物形式存在，因此在对二噁英类的毒性进行评价时，国际上将各二噁英类同类物与 2,3,7,8-四氯代二苯并-对-二噁英对芳香烃受体（AhR）的亲性能之比，称为毒性当量因子，毒性当量为各二噁英类同类物浓度折算为相当于 2,3,7,8-四氯代二苯并-对-二噁英毒性的等价浓度，毒性当量浓度为实测浓度与对应的毒性当量因子的乘积。各国及组织均可根据其各自试验条件制定相应的 TEF 值，北大西洋公约组织（NATO）率先制定了 2,3,7,8-氯代二噁英类有毒异构体的国际毒性当量因子（I-TEF），世界卫生组织（WHO）于 1997 年针对不同生物体提出了 TEF 并在 2022 年重新修订，2,3,7,8-氯代二噁英类的毒性当量因子如表 2-4 所示^[3,11]。

表 2-4 2, 3, 7, 8-氯代二噁英类的毒性当量因子

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

二噁英类是持久性有机污染物（POPs）的《关于持久性有机污染物的斯德哥尔摩公约》中最重要的化合物，对于二噁英类监控和防治削减已成为各国环境政策研究的重点任务。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排放至环境中，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。通过对持久性有机污染物的调查发现，焚烧和燃烧过程被认为二噁英类首要来源。

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 年颁布了对不同环境介质中二噁英类的监测分析方法，其中包括《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》（HJ 77.4-2008）。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》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类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类污染防治体系和长效监管机制，重点行业二噁英类排放强度降低 10%，基本控制二噁英类排放增长趋势。随着中国生活垃圾焚烧处理能力的快速增长，我国从调查研究、法律法规、技术升级等方面采取各种二噁英类削减控制措施，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类排放状况，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，二噁英类作为土壤中的增测化合物，需对其进行监控。通过监测二噁英类排放源周边土壤环境二噁英类含量水平不仅可了解该区域土壤环境质量现状，也可间接摸清该排放源对周边环境的影响程度，是目前环境管理的需求之一；农田土壤与人们的健康息息相关，目前由于化肥等的使用不当或者受周边环境的影响，二噁英类污染也不容忽视。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在沉积物中，而随着地表径流将含有二噁英类的土壤带进水体，最终也沉积于沉积物中，因此监测沉积物对于了解水体二噁英类污染状况和过程也具有重要意义。

2.2.2 国际履约的需要

在国际履约方面，基于二噁英类的环境危害性，联合国环境规划署将其污染问题列为全球重大环境问题之一，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水平，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，在完成上述目标外，也将对含有二噁英类的土壤及沉积物的监测以及建立二噁英污染场地清单列为具体目标之一。

2.2.3 相关生态环境标准的要求

二噁英类是一类具有很强的生物毒性、难以降解、可在生物体内蓄积的持久性有机污染物，属于非人工合成的有毒有机化合物。二噁英类可通过空气、水等介质在环境中传输、沉积，并长期在生态系统中累积，具有致畸、致癌和致突变作用，1997 年被世界卫生组织国际癌症研究中心认定为一级致癌物，对人类健康和可持续发展构成严重威胁。二噁英类作为迄今为止人类已知毒性最强的污染物已经在世界范围内引起高度重视。2008 年原环境保护部颁布了对不同环境介质中二噁英类的监测分析方法，具体包括《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）、《环境空气和废气 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）和《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》（HJ 77.4-2008），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。针对我国的二噁英类污染状况与变化趋势，我国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规范，具体参见表 2-5。

表 2-5 国内二噁英类相关排放标准规范

类别	标准名称与标准号	二噁英类限值
废气	《生活垃圾焚烧污染控制标准》（GB 18485-2014）及修改单	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
	《危险废物焚烧大气污染物排放标准》（DB 11/503-2007）	0.1 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
	《生活垃圾焚烧大气污染物排放标准》（DB 31/768-2013）	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 毒性物质含量鉴别》（GB 5085.6-2007）	15 μg TEQ/kg
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）	0.3 ng TEQ/L
土壤	《污染场地风险评估技术导则》（DB 33/T 892-2022）	敏感用地筛选值： 0.00001mg TEQ/kg
		非敏感用地筛选值： 0.00004 mg TEQ/kg
	《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 1×10 ⁻⁵ mg TEQ/kg；第二类 用地 4×10 ⁻⁵ mg TEQ/kg
		管制值：第一类用地 1×10 ⁻⁴ mg TEQ/kg；第二类 用地 4×10 ⁻⁴ mg 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
沉积物	《中新天津生态城污染水体沉积物修复限值》（DB 12/499-2013）	100 ng TEQ/kg

另外，当前国际上部分发达国家已将二噁英类纳入到污染风险控制范畴。许多国家给出了土壤中二噁英类浓度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]。荷兰规定，农业用途土壤中二噁英类指导值为 1 pg TEQ/g，牧业用途土壤指导值为 10 pg TEQ/g；德国规定，当土壤中二噁英类浓度小于 5 pg TEQ/g 时，土地用途不受限

制为 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, 可进行果树栽培, 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, 需有相应的保护对策; 在瑞典, 敏感用途和非敏感用途土壤指导值分别为 10 pg TEQ/g 和 250 pg TEQ/g^[13]。日本为全面控制国内二噁英类污染状况, 于 1999 年颁布了《二噁英类对策特别措施法》, 其在调查掌握本国各环境介质二噁英类毒性当量浓度的基础上, 分析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, 具体包括: 公共水域及地下水中二噁英类的标准限值为 1 pg TEQ/L; 公共水域的底泥中二噁英类的标准限值为 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^[14]。美国的二噁英类相关标准类别较多, 标准体系较为完善全面, 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。新西兰环境部和卫生部结合 WHO 的 TDI 值和人体健康的要求, 制定了不同用途的土壤二噁英的阈值, 农业耕作土壤为 10 pg TEQ/g, 住宅区土壤为 1500 pg TEQ/g^[15]。

2.3 现行环境监测分析方法标准的实施情况和存在问题

(1) 现行标准的实施情况

我国于 2008 年颁布了《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)、《环境空气和废气 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)和《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》(HJ 77.4-2008)四项二噁英类的相关分析标准方法。十余年间, 现行使用的 HJ 77.4-2008 方法, 得到了广泛的应用, 解决了之前测定方法缺失困境, 是近些年国家颁布的各类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的监测起到了很好的指导作用, 也为我国了解土壤及沉积物中二噁英类污染物环境现状、污染场地调查、国际履约等做出了贡献。随着我国二噁英类监测工作的大量开展及监测能力的提高以及环境管理的日趋严格, 监测数据已成为环境执法的依据和行政处罚的证据。现行标准主要借鉴美国、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, 实际的分析方法缺少相关数据验证支撑, 该标准体系内部分技术规定已无法满足实际监测工作的开展, 且部分与后期颁布的现行环境质量标准存在内容不匹配的问题; 另外, 监测分析测试技术体系的日新月异, 样品前处理及分析方法也有了较大的变化, 现行标准的适用性和可操作性尚待提高。为保障监测过程的合法性和方法标准的科学性, 急需对该标准系列进行了修订。

(2) 现行标准存在的主要问题

a) 与后续颁布的环境监测技术规范及其他标准不一致

对于土壤和沉积物样品的采集、保存条件与时效性等一些要求与新颁布的标准或者技术规范不一致, 如使用的采集装置材质要求、湖泊或河流沉积物采样监测依据、干物质和水分的测定与 HJ613-2011 存在要求不一致、缺少样品的保存条件及时效相关要求等。

b) 无法满足仪器不断更新的需求

现有土壤中二噁英类的提取、净化技术已经得到极大的发展，一些简单化、快速化的设备已得到广泛应用，但原标准的技术限定上较多，手段单一，对新设备的使用有一定的制约作用，如冷冻干燥仪、加压流体萃取仪、GPC、样品自动净化系统等设备，不利于检测工作的有效开展。

c) 技术要求不够细化

HJ 77.4-2008 中对于样品的取样量描述前后不一致、质量控制措施中有关空白的说明及操作与现行技术规范有冲突，缺少方法准确度相关数据，样品水分的分析方法与过程控制与后发布的标准不一致等，导致检测单位在样品的采集和实验室分析过程中很容易出现与标准的要求不完全一致现象，易被委托方或被检测单位提出方法质疑，怀疑数据的有效性。质量保证与质量控制的手段不够细化，结果计算与表示中毒性当量质量分数的计算与现行规范有出入；缺少空白试样的制备方法等方面。通过对以上技术细节的完善，将非常有利于分析人员的操作和提高样品分析的准确度。

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前处理及分析方法较多，主要分为仪器分析方法和生物分析方法。仪器分析方法主要以高分辨气相色谱-高分辨质谱法为主，但样品前处理方法上存在较大差异。美国环境保护署、日本工业标准调查会和欧盟标准组织以及国家标准化管理委员会相继制订了环境二噁英的监测分析标准。这些标准分析方法包括：（1）欧盟（EN）：EN 1948；（2）日本标准化组织（JIS）：JIS K 0312、JIS K 0311 等；（3）美国环境保护署（EPA）：EPA 1613、23、TO-9、4435 等；（4）国际标准化组织（ISO）：ISO 13914: 2013 等。

近二十年，分子生物学领域的研究异常活跃，取得了巨大成就。其中特异性强、灵敏度高、操作简便且分析时间短的生物监测技术发展迅猛。尤其是在众多学者成功弄清二噁英类的致毒机理之后，基于该机理伴随产生了多种二噁英类生物学检测方法。欧盟（EU）于 2002 年 7 月 26 日颁布的 EC 指令（2002/69/EC）中规定，将生物监测法作为筛选方法来使用。美国环境保护署于 2002 年 10 月颁布了 EPA Method 4000 系列的酶免疫监测方法。日本国土交通省于 2004 年 7 月首次公布了《河流、湖泊底泥中的二噁英类化合物简易测定法》（草案），将生物监测法被定为标准方法。日本工业标准 JIS K 0463 中规定了迄今为止最为详细的二噁英类报告基因检测法。国外标准组织有关二噁英类检测标准^[16-32]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	Tetra through octa-chlorinated dioxins and furans by dilution HRGC/HRMS	水、土壤、底泥、污泥、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。	检出限: 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	Determination of polychlorinated dibenzo-p-dioxins and polychlorinated dibenzofurans from stationary sources	废气	2,3,7,8-氯代二噁英类	采用滤筒加 XAD-2 进行跟踪采样, 样品经提取后, 用改性硅胶、碱性氧化铝净化, 用 HRGC/HRMS 分析。	检出限: TCDD/F: 50 pg。
EPA TO-9A	Determination of polychlorinated, polybrominated and brominated/chlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans in ambient air	大气	四氯代~八氯代二噁英和呋喃	样品提取后, 经酸洗/清洗后硅胶柱、氧化铝柱、碳柱净化, 试样采用 HRGC/HRMS 分析。	采样体积为 300 m ³ ~450 m ³ 时, 方法检出限为 0.2 pg/m ³ 。
EPA 8280、8280A、8280B	EPA 8280 Method of analysis for chlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans; EPA 8280A The analysis of polychlorinated dibenzo-p-dioxins and polychlorinated dibenzofurans by high resolution gas chromatography/low resolution mass spectrometry (HRGC/LRMS); EPA 8280B Polychlorinated dibenzo-p-dioxins (PCDDs) and polychlorinated dibenzofurans (PCDFs) by high-Resolution gas chromatography/low-resolution mass spectrometry	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、浓硫酸、氧化铝及 PX-2活性炭柱净化, 采用 HRGC/LRMS 分析。随着新技术的不断出现, 8280 方法不断地改进, 出现了 8280A 和 8280B, 8280B 比 8280A 多了较先进加压流体萃取方法。	方法测定下限: 10 ng/L~50 ng/L 或 1.0 μg/kg~5.0 μg/kg。
EPA 8290、8290A	Polychlorinated dibenzo-p-dioxins (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, 浓硫酸处理、氧化铝柱及 PX-2活性炭柱净化, 试样采用 HRGC/HRMS 分析。8290 是 8280B 的进一步发展, 主要差别为分析仪器。	方法测定下限可达到 pg 级别。

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 613	Methods organic chemical analysis industrial waste water-2,3,7,8-tetrachloro dibenzo-p-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。	0.002 µg/L。
EN 1948	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、二噁英类多氯联苯	采用滤筒加 XAD-2 进行等速采样，样品经提取后，用改性硅胶、碱性氧化铝净化，试样用 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	固定污染源废气中四至八氯代二苯并-对-二噁英、四至八氯代二苯并呋喃的测定	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	用滤筒和 XAD-2 进行跟踪采样，样品经提取后，用改性硅胶、碱性氧化铝净化，试样用 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	工业水和废水中四至八氯代二苯并-对-二噁英、四至八氯代二苯并呋喃的测定	工业水、废水	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，对 2,3,7,8-T ₄ CDD 的方法检出限为 0.5 pg/L。
ISO 16000-12	Indoor air-Part 12: Sampling strategy for polychlorinated biphenyls (PCBs), polychlorinated dibenzo-p-dioxins (PCDDs), polychlorinated dibenzofurans (PCDFs) and polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs)	室内空气	二噁英类多氯联苯、二噁英类	测定室内空气中的二噁英类物质的布点及仪器使用等采样方法。	/
ISO 16000-13	Indoor air -Part 13: Determination of total (gas and particle-phase) polychlorinated dioxin-like biphenyls (PCBs) and polychlorinated dibenzo-p-dioxins/dibenzofurans (PCDDs/PCDFs) - Collection on sorbent-backed filters	室内空气	二噁英类多氯联苯、二噁英类	采用附着有催化剂的吸附装置采集室内空气中的二噁英类物质的具体操作过程	/
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	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，方法检出限为 0.2 pg/m ³ 。

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 18073	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进行富集，后经过多层硅胶柱净化、活性炭柱分离，最后采用 HRGC/HRMS 测定。	可达 4.4 pg/L。
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)	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 HRGC/HRMS 测定。	可达 1 pg/g。
EPA 4025	Screening for polychlorinated dibenzodioxins and polychlorinated dibenzofurans (PCDD/Fs) by immunoassay	土壤	二噁英类	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	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	将样品进行提取，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。	测定范围：土壤和底质中 100 ng/kg~1 mg/kg 甚至更高；水：4 ng/L~40 µg/L。
EPA 4435	Screening for dioxin-like chemical activity in soils and sediments using the calux bioassay and 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 K 0463	芳基碳氢化合物受体结合报告基因检测指南	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。	5 种报告基因法的检出限范围：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 年代后期我国开始二噁英监测分析。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 年发布了水质、环境空气与废气、固体废物和土壤与沉积物中二噁英类的相关标准，替代并废止了 HJ/T 77-2001 中相关的测定部分，该系列主要借鉴美国和日本相关二噁英检测分析方法，具有灵敏度高、特异性和选择性较高，可以精确定量各种目标化合物，但该套分析方法缺少相关数据验证支撑，部分技术规定已无法满足实际监测工作的开展，且部分存在与后期颁布的现行环境质量标准存在内容不匹配的问题。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标准

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，无具体验证内容。
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，无具体验证内容。
GB 5009.205-2013	食品安全国家标准 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、佛罗里土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 HRGC/HRMS 的前处理步骤是近年来分析方法的主要趋势。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^[33]；在净化流程方面，任明忠等^[34]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，将氧化铝柱和佛罗里硅酸镁柱合并为佛罗里硅酸镁-碱性氧化铝柱，简化后的两步法对土壤和沉积物萃取液净化后，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^[35]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，减少洗胶溶剂量，节省了前处理成本。

在仪器分析方法方面，HRGC/HRMS 方法是目前检测样品中二噁英类的“黄金标准”，具有高灵敏度、高选择性的优点，可实现对 2,3,7,8-氯代二噁英类的定性和定量分析。除了 HRGC/HRMS，其他类型分析仪器，如气相色谱-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）等仪器也已开发出二噁英类的检测方法^[36]。

3.4 说明与本方法标准的关系

二噁英类作为一种持久性有机污染物，其在环境中的浓度属于超痕量存在，同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法（HRGC/HRMS）是公认的定性定量分析超痕量持久性有机污染物的最优方法。美国环境保护署（US EPA）颁布的 1613 方法，被世界各国公认为是二噁英类检测最具权威的仲裁方法，此外欧盟的 EN 1948 方法和日本的 JIS K 0311 及 JIS K 0312 方法也是国际上认可度比较高的二噁英类检测标准。这 4 种方法均采用同位素稀释 HRGC/HRMS 法，是目前能够保证特异性、选择性和灵敏度要求，并可以准确定量二噁英类的方法。目前由于高分辨磁质谱的生产限制，以及质谱/质谱联用技术的快速发展，其他行业或组织有部分气相色谱-质谱/质谱或生物法替代高分辨磁质谱的趋势，但无论如何，目前高分辨质谱分析仍然是当前唯一的法定最终裁定技术。

本标准是对《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》（HJ 77.4-2008）的修订，是在现行标准的基础上，结合新的环境监测技术规范、导则需求，在保留原有的提取、净化、检测技术基础上，将一些新的快速、简单的前处理手段纳入本标准中，参照《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》（HJ 650-2013）增加加压流体萃取法；同时净化方法体系也进行了优化，如样品中含有大量单质硫，提取液须使用铜珠（粉）进行脱硫净化；如提取液颜色较深，须使用硫酸处理，或参照《固体废物 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法》（HJ 891-2017）使用凝胶渗透色谱仪净化；样品净化可以选择多层硅胶柱净化；对干扰物的分离净化可以选择氧化铝柱净化或活性炭硅胶柱净化方法；亦可选择使用样品自动净化系统净化。通过制修订现行标准，建立一套准确、高效的土壤和沉积物中二噁英类的分析方法，使得标准方法更有推广价值，操作人员也更易于接受和使用，保障监测过程的合法性和方法标准的科学性。

4 标准制修订的基本原则和技术路线

4.1 标准制修订基本原则

本方法制修订符合《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的要求。以下为本标准制修订的基本原则：

- （1）方法的检出限和测定范围满足相关国家生态环境标准和生态环境保护工作的要求。
- （2）方法准确可靠，满足各项方法特征指标的要求，进行了 6 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。

(3) 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 77.4-2008 在使用中的反馈，兼顾我国现有监测机构的监测能力和实际情况。

(4) 方法标准内容完整，表述准确，编写规范，易于理解，便于实施。适合我国国情，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规范和控制标准相冲突的章节及叙述进行修订和广泛地征求意见，补充缺少的质量控制数据。标准的编写要考虑污染风险管控标准的配套性，还需兼顾国内分析工作的实际情况和目前国际上关于分析技术的发展趋势，在保证良好的可操作性的基础上，兼顾由分析技术水平的不断提高可能带来的分析方法的持续改进，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。

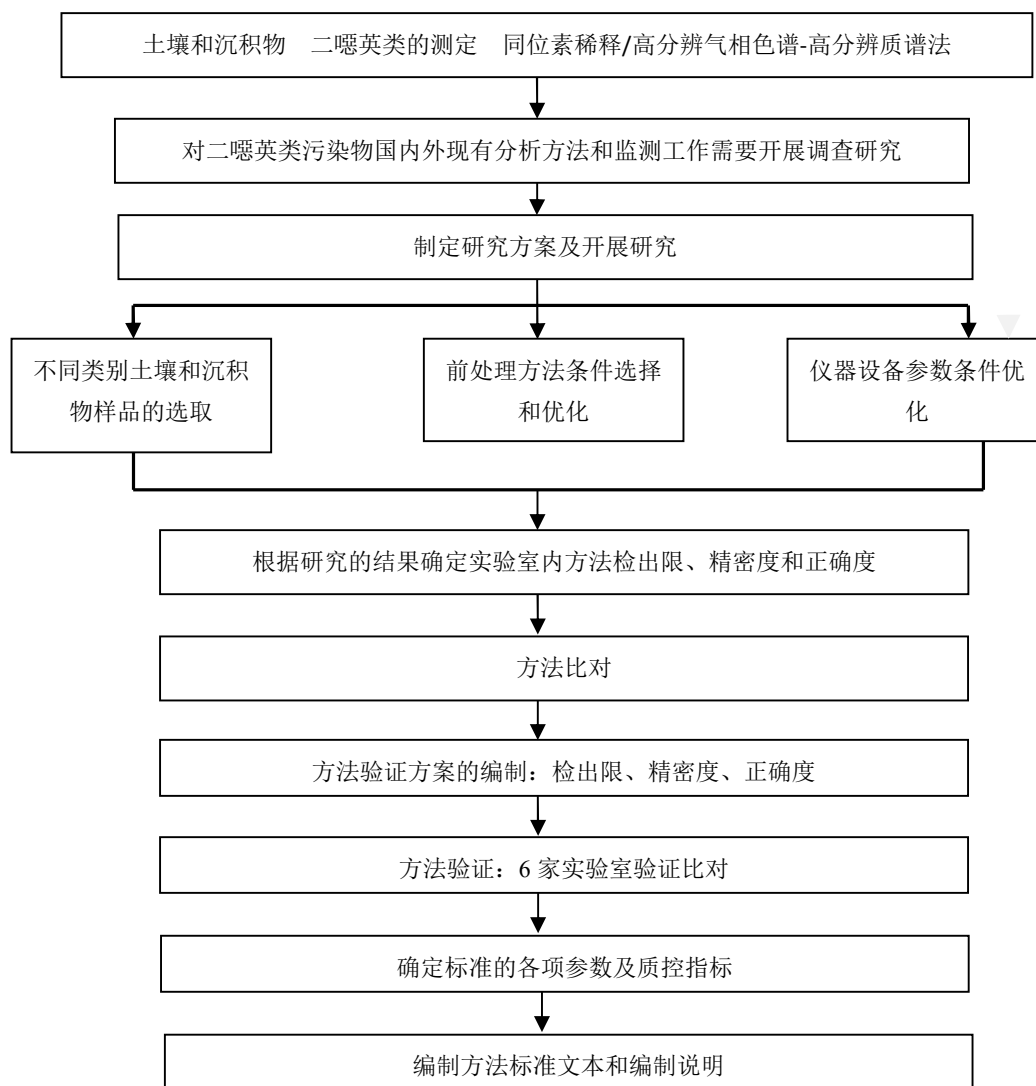


图 4-1 标准制修订的技术路线图

5 方法研究报告

5.1 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 77.4-2008 修订，主要体现在样品、方法性能指标、质量保证与质量控制等方面。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	本标准	修订内容
标准文本	标准文本	标准文本编制参照《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）

原标准	本标准	修订内容
		的相关要求进行修订。
1 适用范围	1 适用范围	根据验证数据,调整样品取样量、方法检出限,增加测定下限数据。
2 规范性引用文件	2 规范性引用文件	增加环境二噁英类监测技术规范、水质采样技术指导,干物质和水分的测定等相关规范的引用,删除数值修约技术规范。
3 术语和定义、符号和缩略语	3 方法原理	方法原理与原标准基本一致,表述内容稍有区别。
/	4 干扰及消除	本标准文本提出干扰的存在及如何通过净化或改变色谱条件减少或降低化合物干扰的方法。
5 试剂和材料	5 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,调整部分溶液配制及净化方法。
6 仪器和设备	6 仪器和设备	增加采样工具、采样容器种类;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、样品自动净化系统及凝胶渗透色谱等仪器设备。
7 采样 8 样品预处理 9 样品前处理 10 样品净化	7 样品	在采集和保存增加规定样品保存条件及保存时间。增加冷冻干燥的样品制备方法;规范土壤和沉积物的水分的测定依据;增加加压流体萃取提取方法;引入除硫、GPC、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;增加空白试样的制备,增加了样品定容体积。
11 仪器分析 12 数据处理	8 分析步骤 9 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的计算方式;完善土壤和沉积物中目标化合物的计算;增加对数值修约和表达的规定,修改了当质量分数低于方法检出限的1/2计算毒性当量质量分数的方式,改为以0计算,有特别指明,可按方法检出限的1/2计算毒性当量质量分数。
13 报告	12 报告	列出了二噁英检测数据报告的基本要求。
/	10 准确度	根据6家实验室验证数据汇总,给出空白石英砂、土壤及沉积物样品的精密度及正确度,有证标准物质的正确度。
14 质量控制和质量保证	11 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。
15 废物处理 16 注意事项	14 注意事项	对废物处置删除,增加玻璃器皿洗涤相关要求。
附录A~附录E	附录A~附录I	增加方法检出限和测定下限规范性附录;选取目前适用本标准的二噁英类标准系列参考浓度并做出推荐;给出样品自动净化系统洗脱过程和净化分离程序;对样品分析流程、标准物质的使用进行完善;增加方法精密度及正确度汇总表,取消仪器设定条件示例。

5.1.1 标准的适用范围

本标准测定对象与原标准(HJ 77.4-2008)一致,与我国现行的土壤和沉积物中二噁英类监测标准《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》

(HJ 650-2013) 选择的目标化合物范围完全一致, 均为具有毒性且国际关注度高的 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, 同时配套生态环境风险管控标准《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准(试行)》(GB 36600-2018) 中规定建设用地土壤中二噁英类的相关要求, 保证了测定结果的评价与现有的国内外环境标准体系的一致性。

本标准适用于土壤与沉积物中二噁英类的测定, 具体包括但不限于全国区域土壤背景、农田土壤环境、建设项目土壤环境评价、土壤污染事故以及河流、湖泊与海洋沉积物的环境调查中的二噁英类测定。研究的主要目的在于建立既适应当前环境保护工作的需要, 又满足当前实验室仪器设备要求的标准分析方法。

5.1.2 方法达到的性能指标

《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准(试行)》(GB 36600-2018) 中对二噁英类总毒性当量给出限值, 二噁英类总毒性当量筛选值至少应满足等于或低于 1×10^{-5} mg TEQ/kg (一类用地) 和 4×10^{-5} mg TEQ/kg (二类用地), 管制值至少应满足等于或低于 1×10^{-4} mg TEQ/kg (一类用地) 和 4×10^{-4} mg TEQ/kg (二类用地)。《污染场地风险评估技术导则》(DB 33/T 892-2022) 中住宅及公共用地筛选值 2 ng TEQ/kg, 商服及工业用地筛选值 20 ng TEQ/kg, 本标准的性能指标应满足现行生态环境风险管控标准的要求。因此本标准达到的性能指标如下: 当样品取样量为 10 g, 定容体积为 30 μ l 时, 目标化合物的方法检出限为 0.08 ng/kg~0.7 ng/kg。

5.2 方法原理

土壤或沉积物样品制备后添加提取内标, 经提取、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。

5.3 干扰和消除

样品提取时, 多氯联苯、多氯二苯醚、多溴二苯醚、部分有机氯农药、硫、腐殖质等常见干扰物会随目标化合物一并提取。采用本方法中推荐的净化分离技术可减少或降低其干扰水平。

样品中存在目标化合物的同分异构体干扰测定时, 可通过改变色谱分离条件或更换不同性能色谱柱提高分离度。

5.4 试剂和材料

除非另有说明, 分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂, 有机溶剂浓缩 1.0×10^4 倍后不得检出二噁英类, 实验用水为新制备的不含目标化合物的纯水。

5.4.1 甲醇 (CH_3OH): 农残级。

5.4.2 丙酮 (CH_3COCH_3): 农残级。

5.4.3 甲苯 (C_7H_8): 农残级。

5.4.4 二氯甲烷 (CH_2Cl_2): 农残级。

- 5.4.5 正己烷 (C_6H_{14})：农残级。
- 5.4.6 壬烷 (C_9H_{20})：优级纯。
- 5.4.7 盐酸 (HCl)： $\rho=1.19\text{ g/ml}$, $w\in[36\%,38\%]$ ，优级纯。
- 5.4.8 硫酸 (H_2SO_4)： $\rho=1.84\text{ g/ml}$, $w\in[95\%,98\%]$ ，优级纯。
- 5.4.9 氢氧化钠 (NaOH)。
- 5.4.10 硝酸银 ($AgNO_3$)：优级纯。
- 5.4.11 氯化钠 (NaCl)：优级纯。
- 380 °C下烘烤 4 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。
- 5.4.12 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)：分析纯。
- 380 °C下烘烤 4 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。
- 5.4.13 二氯甲烷-正己烷溶液 I。
- 二氯甲烷与正己烷以体积比 1:49 混合。
- 5.4.14 二氯甲烷-正己烷溶液 II。
- 二氯甲烷与正己烷以体积比 1:3 混合。
- 5.4.15 二氯甲烷-正己烷溶液 III。
- 二氯甲烷与正己烷以体积比 1:1 混合。
- 5.4.16 盐酸溶液。
- 盐酸和水以体积比 17:83 混合。
- 5.4.17 氢氧化钠溶液： $\rho(NaOH)=40\text{ g/L}$ 。
- 称取 4 g 氢氧化钠溶于少量水中，稀释至 100 ml。
- 5.4.18 氯化钠溶液： $\rho(NaCl)=50\text{ g/L}$ 。
- 称取 5 g 氯化钠溶于少量水中，稀释至 100 ml。
- 5.4.19 硝酸银溶液： $\rho(AgNO_3)=400\text{ g/L}$ 。
- 称取 40 g 硝酸银溶于少量水中，稀释至 100 ml。
- 5.4.20 二噁英类标准溶液。
- 用壬烷（或甲苯）配制的 2,3,7,8-氯代二噁英类的标准溶液，可直接购买市售有证标准溶液，按照标准溶液证书要求保存。
- 5.4.21 二噁英类校准溶液。
- 用壬烷（或甲苯）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，参见表 5-14。可直接购买市售有证标准溶液，按照标准溶液证书要求保存。
- 5.4.22 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 5-14。可直接购买市售有证标准溶液，按照标准溶液证书要求保存。
- 5.4.23 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 5-14。可直接购买市售有证标准溶液，按照标准溶液证书要求保存。
- 5.4.24 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。

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

市售有证标准溶液，按照标准溶液证书要求保存。

5.4.26 凝胶渗透色谱校正标准贮备液。

市售有证标准溶液，包含玉米油（ $\rho=300\text{ mg/ml}$ ）、邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯（ $\rho=15\text{ mg/ml}$ ）、五氯酚（ $\rho=1.4\text{ mg/ml}$ ）、芘（ $\rho=0.1\text{ mg/ml}$ ）、单质硫（ $\rho=0.5\text{ mg/ml}$ ），按照标准溶液证书要求保存。

5.4.27 铜粉（珠）。

于干燥器中保存，使用前用盐酸溶液（5.4.16）浸泡至铜粉（珠）无气泡产生，然后用水、丙酮、甲苯分别清洗，临用前处理。

5.4.28 石墨化炭黑： $150\text{ }\mu\text{m}\sim 178\text{ }\mu\text{m}$ （100目 $\sim$ 80目）。

5.4.29 硅藻土： $20\text{ }\mu\text{m}\sim 100\text{ }\mu\text{m}$ （600目 $\sim$ 150目）。

5.4.30 硅胶： $60\text{ }\mu\text{m}\sim 230\text{ }\mu\text{m}$ （230目 $\sim$ 65目）

用二氯甲烷洗净，待二氯甲烷全部挥发后，摊放在蒸发皿或烧杯中，厚度小于10 mm，在130℃温度下烘烤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。原则上密封干燥较好的活化硅胶可以保存较长时间，但实验室如发现内标回收率出现问题，应将硅胶、酸性硅胶、碱性硅胶、氧化铝等的活性进行排除，确认有问题后需重新配置。

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

取硅胶（5.4.30）67 g，加入氢氧化钠溶液（5.4.17）33 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。

原标准中碱性硅胶为氢氧化钾硅胶，修后订标准选用氢氧化钠硅胶。编制组选用沉积物有证标准物质对两种碱性硅胶净化效果开展了验证，具体结果见表5-2。

表 5-2 不同碱性硅胶净化试验结果

序号	化合物简称	氢氧化钾硅胶（ $n=7$ ）			氢氧化钠硅胶（ $n=7$ ）			参考值 (ng/kg)
		测定结果 (ng/kg)	RE (%)	RSD (%)	测定结果 (ng/kg)	RE (%)	RSD (%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	56.3±6.4	7.3	11.4	52.8±5.4	0.5	10.2	52.5±16
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	14.0±1.6	11	11.3	13.1±1.6	3.6	12.7	12.6±5.0
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	16.0±1.6	—13	9.7	16.7±1.3	—9.5	7.6	18.5±6.1
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	58.5±2.4	—13	4.1	60.5±3.0	—10	4.9	67.3±24
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	21.6±3.9	6.6	18.1	22.7±3.9	12	17.1	20.3±8.7
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	16.2±1.8	1.3	11.0	15.9±2.6	—0.4	16.1	16±8.0
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	2.8±0.3	3.9	10.7	2.7±0.3	1.8	9.6	2.68±4.0
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	301±11.8	0.5	3.9	298±12.9	—0.3	4.3	299±73
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	16.2±1.6	7.0	9.9	17.0±1.4	13	8.0	15.1±4.6
10	O ₈ CDF	505±15.9	—0.8	3.2	495±24.3	—2.8	4.9	509±157
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	19.4±2.2	9.8	11.1	20.1±1.9	13	9.3	17.7±5.6

序号	化合物简称	氢氧化钾硅胶 ($n=7$)			氢氧化钠硅胶 ($n=7$)			参考值 (ng/kg)
		测定结果 (ng/kg)	RE (%)	RSD (%)	测定结果 (ng/kg)	RE (%)	RSD (%)	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	7.8±1.5	-1.9	19.6	8.0±1.4	0.5	17.5	7.96±2.8
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	7.0±0.6	-19	8.7	7.8±1.2	-10	14.7	8.66±2.7
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	19.8±1.8	-4.8	9.2	19.2±1.4	-7.9	7.5	20.8±4.8
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	21.4±3.2	24	15.0	18.8±3.4	8.4	17.8	17.3±8.0
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	294.8±30.2	0.6	10.3	305.9±22.5	4.4	7.4	293±63
17	O ₈ CDD	1866±225	-1.7	12.0	2009±236	5.8	11.7	1899±456

结果表明两种硅胶性能相似,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 JISK 0312 样品前处理过程中碱性硅胶为氢氧化钾硅胶,美国环保局 US EPA 1613 样品前处理过程中碱性硅胶为氢氧化钠硅胶。US EPA 1613 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。

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

取硅胶(5.4.30) 56 g,加入硫酸(5.4.8) 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。

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

硝酸银硅胶推荐使用市售商品,于干燥器中避光密封保存。也可以选用原标准提供的配制方法手工配制。取硅胶(5.4.30) 90 g,加入用硝酸银溶液 25 ml,使用旋转蒸发装置在约 50 °C 下减压充分脱水。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。

5.4.34 氧化铝。

层析填充柱用氧化铝(碱性,活性度 I),可以直接使用活性氧化铝。必要时可以如下步骤活化。将氧化铝在烧杯中铺成厚度小于 10 mm 的薄层,在 130 °C 温度下烘烤 18 h,或者在培养皿中铺成厚度小于 5 mm 的薄层,在 500 °C 温度下灼烧 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。原则上使用任何氧化铝时,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。近年来有超活性氧化铝粉末商品进行销售,可以不需要进行活化处理,但实验室使用后,发现保存不妥当很容易失活导致内标回收率下降。因此文本中增加了推荐购买市售商品,并根据商品说明操作。

5.4.35 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 9.0 g 石墨化炭黑(5.4.28)与 41 g 硅藻土(5.4.29)混合均匀,配制成活性炭硅胶,并于 130 °C 下烘烤 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,在 180 °C 烘烤下 4 h,再用旋转蒸发装置在 50 °C 下减压干燥 1 h,在干燥器中密封保存备用。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都购买商品化的实验耗

材, 选用自动样品净化系统。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, 编制组推荐选购市售的商品。

5.4.36 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。

5.4.37 石英砂: 250 μm ~380 μm (60 目~40 目)。

450 $^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 4 h, 置于干燥器中冷却至室温, 转移至玻璃瓶中密封保存。

5.4.38 石英棉。

使用前用二氯甲烷回流提取 6 h, 也可在 200 $^{\circ}\text{C}$ 烘烤 2h, 干燥后保存于密闭玻璃容器中。烘烤方式处理石英棉适合去除挥发性有机物, 对一些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, 建议使用溶剂清洗, 溶剂可选用二氯甲烷、甲苯、正己烷等。

5.4.39 石英纤维滤筒。

在 400 $^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 6 h, 置于干燥器中保存。

5.4.40 氮气: 纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5.4.41 氦气: 纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5.5 仪器设备

5.5.1 采样设备: 采样设备应符合 GB 17378.3、HJ/T 166、HJ 494、HJ 442.4 及 HJ 916 等要求, 选用不锈钢 (木质)、采土 (泥) 器等。

5.5.2 样品容器: 应符合 HJ/T 166、HJ 494、HJ 442.4、HJ 916 及 GB 17378.3 要求, 并使用棕色玻璃、不锈钢等材质, 容器可密封。

5.5.3 分析仪器, 实验室配备高分辨气相色谱-双聚焦磁质谱仪。目前国际上用于二噁英类分析的设备品牌包括美国 Waters 公司的 Autospec Premier 型号双聚焦质谱仪、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 磁质谱仪 3 种型号设备。

5.5.3.1 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。高分辨气相色谱仪参考条件:

a) 进样口: 具有分流/不分流进样功能, 使用温度不低于 280 $^{\circ}\text{C}$ 。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 $^{\circ}\text{C}$ ~350 $^{\circ}\text{C}$ 温度区间内进行调节。

c) 色谱柱: 60 m (柱长) $\times$ 0.25 mm (内径) $\times$ 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。2,3,7,8-氯代二噁英类分离效果良好, 并能分辨目标化合物的色谱峰流出顺序。为保证对所关注的 2,3,7,8-氯代二噁英类具有良好的分离度, 在有干扰时可选择不同性能的毛细管色谱柱进行校核。

5.5.3.2 高分辨质谱仪

高分辨质谱仪参考条件：

- a) 高分辨质谱仪为双聚焦磁质谱，具有气质联机接口，使用温度不低于280 ℃。
- b) 具有电子轰击（EI）离子源，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。

5.5.4 冷冻干燥仪。冷阱温度 $\leq -65\text{ }^\circ\text{C}$ ，真空度 $\leq 5\text{ Pa}$ ，配置一定体积的搁板和歧管。

5.5.5 提取装置：索氏提取器或加压流体萃取仪（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，实验室配备热电 ASE 350 型号加压流体萃取仪）或其他性能相当的提取装置。使用加压流体萃取时，应注意脱水剂无水硫酸钠或者硅藻土的使用，如果实验室添加无水硫酸钠作为干燥剂，不建议直接在湿基土壤样品中添加，而应该在冻干后的土壤样品中少量添加无水硫酸钠，否则会形成无水硫酸钠的结晶，易堵塞管路；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。

5.5.6 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。目前市场上有德国 LC-TECH 公司全自动样品净化系统（DEXTech +）、美国 FMS 公司全自动样品净化系统、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。

5.5.7 凝胶渗透色谱仪：配有紫外检测器（波长 254 nm）及凝胶柱，装填约 70 g 多孔聚苯乙烯二乙烯基苯生物活性微球体填料，5 ml～10 ml 样品定量环。

5.5.8 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。

5.5.9 填充柱：内径 8 mm～15 mm，长 100 mm～300 mm 的不同规格的玻璃填充柱管，可根据填充试剂的量选择不同内径或长度的玻璃填充柱。

5.5.10 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。

5.5.11 一般实验室常用仪器和设备。

5.6 样品

5.6.1 采集与保存

土壤和沉积物监测点位布设、样品采样频次、样品数量、采样方法和采样记录参照 HJ 916 执行。土壤样品按照 HJ/T 166 的相关要求进行采集和保存，水体沉积物样品按照 HJ 494 的相关要求进行采集和保存，海洋沉积物样品按照 GB 17378.3 和 HJ 442.4 的相关要求进行采集和保存。采样工具应保持清洁，采样前应使用水和有机溶剂清洗，避免采集的样品间交叉污染。样品应于洁净的棕色广口玻璃瓶中保存，尽快送至实验室进行样品制备和样品分析。

根据 EPA 1613 相关要求，样品采集后，应于棕色广口玻璃瓶中保存，运输过程中应于 4 ℃ 以下冷藏、密封、避光保存，并尽快运回实验室分析。若不能及时分析，样品可于 -10 ℃ 以

下避光保存1 a，样品提取液于-10 ℃以下避光保存1 a。EPA 8290中要求，土壤样品4 ℃以下冷藏、避光保存，于30 d内提取，提取后45 d内完成样品分析。《土壤质量 土壤样品长期和短期保存指南》（GB/T 32722-2016）中规定，二噁英类在干燥室温和干燥4 ℃下可保存3 m~6 m，潮湿-4 ℃下可保存1 y，潮湿-18 ℃和潮湿-80 ℃下可保存10 y。

为验证上述样品保存条件对实际样品和样品提取液中的二噁英类的影响，标准编制组进行了保存试验。具体实验操作如下：

（1）考虑到新鲜土壤或沉积物样品的不均匀性对结果的影响较大因素，同时也考虑到新鲜土壤样品中微生物等活性因素可能加强对二噁英的降解作用，标准编制组没有直接取新鲜土壤样品进行不同保存时间下的平行样测定，而是采用在同一批新鲜土壤中加入同量的¹³C₁₂标记的二噁英类的方法，观察同位素标记的二噁英类随着时间的降解情况，来判定二噁英类的新鲜样品保存时间。具体试验为：分别称取经初步混匀后的28份约10 g的新鲜土壤样品于烧杯中，加入足量的无水硫酸钠混匀干燥，转移样品至不同石英纤维滤筒中，然后在每一个样品中分别添加同量的¹³C₁₂标记的2,3,7,8-氯代二噁英类标准溶液（加标浓度为四氯代~七氯代二噁英类0.5 ng，八氯代二噁英类1.0 ng），密封置于避光保存。对不同密封避光保存时间（7 d、15 d、30 d和1 a）的土壤中¹³C₁₂标记的2,3,7,8-氯代二噁英类回收率变化进行观察。¹³C₁₂标记的2,3,7,8-氯代二噁英类回收率结果见表5-3。

（2）将沉积物有证标准物质（WMS-01）室温下于干燥器中密封避光保存1 a，按照本标准规定的条件，称取7份该样品按照本标准方法规定的条件进行样品分析，结果见表5-4。

（3）称取7份沉积物有证标准物质（WMS-01），按照本标准规定的提取条件进行提取，将提取液于-10 ℃以下密封避光保存1 a，再按照本标准方法规定的条件进行样品分析，结果见表5-4。

（4）将3个制备后样品置于室温下密封避光保存1 a后，每个样品分别称取2份，按照本标准规定的条件进行分析，进行样品保存条件实验，比较样品中2,3,7,8-氯代二噁英类质量分数及二噁英类毒性当量质量分数差异，结果见表5-5。

表 5-3 新鲜土壤样品中同位素标记的二噁英类随保存天数的变化情况

序号	提取内标	7 d 回收率 (%) (n=7)	15 d 回收率 (%) (n=7)	30 d 回收率 (%) (n=7)	1 a 回收率 (%) (n=7)
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	101±3.3	101±2.3	98.8±3.4	99.5±2.7
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	100±3.0	102±3.0	99.4±4.2	100±3.9
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	102±3.1	101±3.0	98.7±3.3	99.3±2.2
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	99.7±2.4	98.9±3.3	98.3±1.9	101±2.6
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	99.0±2.9	102±3.0	100±3.0	100±2.3
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	101±3.2	99.9±3.2	98.7±3.7	99.6±2.8
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	100±3.3	98.1±1.6	97.3±4.2	99.4±2.6
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	101±2.1	98.0±2.2	99.9±3.8	98.8±3.3
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	102±2.8	101±2.2	97.6±4.6	98.1±3.3
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	99.2±3.7	99.1±2.7	97.6±3.6	99.9±2.3
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	98.8±2.8	99.9±2.8	97.7±4.1	99.0±2.4
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	100±2.8	100±3.0	96.8±3.2	97.7±3.6

序号	提取内标	7 d 回收率 (%) (n=7)	15 d 回收率 (%) (n=7)	30 d 回收率 (%) (n=7)	1 a 回收率 (%) (n=7)
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	99.3±2.1	102±2.2	96.5±3.8	99.4±2.8
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	100±2.4	101±1.3	98.0±3.4	99.7±2.2
15	¹³ C ₁₂ - O ₈ CDD	101±3.7	101±1.9	99.2±2.7	99.6±1.4

由表 5-3 可以发现,新鲜土壤样品制备保存 1 a 后,¹³C₁₂ 标记的二噁英类回收率变化范围为 97.7%±3.6%~101%±2.6%,同组样品间标准偏差较小。说明新鲜土壤采集制备后,在室温密封避光保存条件下,1 a 内二噁英类含量变化很小。

表 5-4 样品及提取液保存时间 1 a 试验结果

序号	化合物简称	-10 ℃ 以下避光保存提取液 (n=7)			室温避光保存样品 (n=7)			参考值 (ng/kg)
		测定结果 (ng/kg)	平均值 (ng/kg)	相对误差 (%)	测定结果 (ng/kg)	平均值 (ng/kg)	相对误差 (%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	60.1	57.8	10	57.6	56.8	8.2	52.5±16
		61.9			59.7			
		55.2			56.1			
		60.3			56.2			
		55.8			58.3			
		55.0			50.3			
		56.3			59.4			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	13.0	13.4	6.7	13.3	12.5	-0.52	12.6±5.0
		13.9			11.4			
		15.8			11.5			
		12.2			14.9			
		14.5			12.5			
		11.6			12.3			
		13.1			11.8			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	15.7	17.5	-5.5	17.7	17.4	-5.7	18.5±6.1
		19.7			20.3			
		15.6			17.1			
		18.6			17.0			
		19.5			15.9			
		17.7			16.8			
		15.6			17.3			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ C DF	60.3	61.6	-8.5	69.6	62.3	-7.4	67.3±24
		61.9			62.2			
		65.3			61.2			
		62.6			60.6			
		63.2			65.7			
		62.2			61.4			
		55.4			55.6			

序号	化合物简称	-10℃以下避光保存提取液 (n=7)			室温避光保存样品 (n=7)			参考值 (ng/kg)
		测定结果 (ng/kg)	平均值 (ng/kg)	相对误差 (%)	测定结果 (ng/kg)	平均值 (ng/kg)	相对误差 (%)	
5	1,2,3,6,7,8- H ₆ CDF	20.0	21.5	5.7	18.6	18.9	-7.0	20.3±8.7
		25.8			21.0			
		23.7			21.3			
		19.6			17.2			
		20.2			18.6			
		19.8			17.8			
		21.2			17.7			
6	2,3,4,6,7,8- H ₆ CDF	18.5	15.9	-0.77	17.6	16.9	5.5	16±8.0
		12.8			16.6			
		16.7			17.6			
		18.2			17.0			
		15.0			15.7			
		15.0			19.6			
		14.9			14.2			
7	1,2,3,7,8,9- H ₆ CDF	2.4	2.59	-3.5	3.0	2.74	2.4	2.68±4.0
		2.5			3.2			
		2.3			2.3			
		2.4			2.3			
		3.0			2.9			
		3.1			2.8			
		2.4			2.7			
8	1,2,3,4,6,7,8- H ₇ CDF	300	295	-1.3	320	312	4.4	299±73
		305			316			
		287			302			
		300			318			
		286			316			
		282			296			
		305			317			
9	1,2,3,4,7,8,9- H ₇ CDF	15.3	16.4	8.8	15.8	15.6	3.2	15.1±4.6
		17.2			15.3			
		17.4			15.0			
		15.9			15.5			
		16.8			17.9			
		15.3			14.9			
		17.1			14.7			
10	O ₈ CDF	537	497	-2.4	504	489	-3.9	509±157
		472			486			
		536			516			
		466			480			
		489			474			

序号	化合物简称	-10℃以下避光保存提取液 (n=7)			室温避光保存样品 (n=7)			参考值 (ng/kg)
		测定结果 (ng/kg)	平均值 (ng/kg)	相对误差 (%)	测定结果 (ng/kg)	平均值 (ng/kg)	相对误差 (%)	
		476			485			
		501			479			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	20.3	19.0	7.5	21.6	20.4	15	17.7±5.6
		18.5			22.0			
		20.1			20.2			
		19.3			20.6			
		16.5			18.9			
		19.8			21.9			
		18.7			17.6			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	8.6	8.08	1.5	6.6	6.71	-16	7.96±2.8
		8.6			9.0			
		7.5			5.8			
		6.5			7.0			
		7.5			5.6			
		9.4			6.1			
		8.5			6.9			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	9.2	8.04	-7.1	7.8	8.34	-3.7	8.66±2.7
		6.7			7.0			
		7.4			9.9			
		8.2			6.7			
		7.3			8.2			
		8.8			9.0			
		8.7			9.8			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	20.2	18.8	-9.8	21.1	20.8	0.21	20.8±4.8
		18.0			20.7			
		18.8			22.7			
		18.1			19.6			
		20.0			19.5			
		17.9			20.6			
		18.4			21.7			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	18.7	17.7	2.4	15.8	18.2	5.1	17.3±8.0
		15.3			18.7			
		16.6			23.6			
		17.7			16.8			
		19.5			16.6			
		15.4			16.2			
		20.8			19.6			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	333	317	8.2	297	290	-1.0	293±63
		345			281			
		281			276			

序号	化合物简称	-10℃以下避光保存提取液 (n=7)			室温避光保存样品 (n=7)			参考值 (ng/kg)
		测定结果 (ng/kg)	平均值 (ng/kg)	相对误差 (%)	测定结果 (ng/kg)	平均值 (ng/kg)	相对误差 (%)	
		280			327			
		338			280			
		348			287			
		296			283			
17	O ₈ CDD	1695	1996	5.1	1755	2082	9.6	1899±456
		1740			2257			
		2150			1837			
		2128			2350			
		1909			2064			
		1998			2017			
		2349			2293			
18	二噁英类毒性 当量质量分数 (ng TEQ/kg)	/	61.6	1.7	/	62.4	2.9	60.6

沉积物有证标准物质 (WMS-01) 样品室温密封、避光保存及提取液在-10℃以下密封、避光保存 1 a 后测定分析, 结果表明, 实际样品和提取液中 2,3,7,8-氯代二噁英类质量分数均在有证标准物质参考值范围内, 提取液中 2,3,7,8-氯代二噁英类质量分数的相对误差范围为-9.8%~10%, 实际样品中 2,3,7,8-氯代二噁英类质量分数的相对误差范围为-16%~15%, 提取液和实际样品中二噁英类毒性当量质量分数相对误差分别为 1.7%和 2.9%, 说明有证标准物质实际样品可在室温下密封、避光保存 1 a, 其提取液可在-10℃以下密封、避光保存 1 a。

表 5-5 制备后样品室温保存 1 a 测定结果

序号	化合物简称	样品 1 测定结果均值 (n=2) (ng/kg)			样品 2 测定结果均值 (n=2) (ng/kg)			样品 3 测定结果均值 (n=2) (ng/kg)		
		初始 浓度	室温 1 a 后	相对偏 差 (%)	初始 浓度	室温 1 a 后	相对偏 差 (%)	初始 浓度	室温 1 a 后	相对偏 差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.070	0.074	2.8	5.25	6.43	10.1	1.50	1.22	-10.3
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.47	0.50	3.1	9.57	8.88	-3.7	8.88	8.82	-0.3
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.55	0.52	-2.8	5.67	5.22	-4.1	9.85	10.4	2.7
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.04	1.02	-1.0	12.61	12.0	-2.5	19.9	21.4	3.6
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.09	1.03	-2.8	8.34	7.79	-3.4	14.4	15.4	3.4
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	22.5	20.8	-3.9	99.0	95.2	-2.0	176	173	-0.9
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1483	1486	0.1	341	290	-8.1	711	564	-11.5
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.95	1.19	11.2	26.1	25.1	-2.0	18.1	14.0	-12.8
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.73	1.71	-0.6	29.6	26.2	-6.1	36.6	31.3	-7.8
10	O ₈ CDF	1.12	1.45	12.8	28.0	25.5	-4.7	64.7	62.4	-1.8

11	2,3,7,8-T ₄ CDD	2.35	2.27	-1.7	22.4	19.8	-6.2	101	99.8	-0.6
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.29	1.66	12.5	25.4	22.2	-6.7	91.6	94.4	1.5
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.05	1.22	7.5	18.8	17.5	-3.6	114	123	3.8
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.39	0.52	14.3	6.64	5.99	-5.1	50.2	47.8	-2.4
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	4.82	5.32	4.9	94.1	81.3	-7.3	2169	1832	-8.4
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.47	0.62	13.8	6.87	6.13	-5.7	75.8	81.9	3.9
17	O ₈ CDD	3.05	3.57	7.9	26.8	20.8	-12.6	3002	2331	-12.6
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	3.6	3.8	2.7	40	39	-1.3	110	105	-2.3

取 3 个制备后样品置于室温下密封避光保存 1 a 后测定分析, 结果表明, 不同样品中 2,3,7,8-氯代二噁英类质量分数的相对偏差范围为-12.8%~14.3%, 二噁英类毒性当量质量分数相对偏差范围为-2.3%~2.7%, 制备后的样品可于室温下避光保存 1 a。

5.6.2 样品的制备

土壤或沉积物样品中的水分影响有机溶剂与目标化合物的充分接触, 进而影响萃取效率, 对分析结果有影响。同时, 萃取液中的过多水分影响后续净化、浓缩等前处理过程的效果, 容易造成样品回收率不符合质量管理的要求。因此必须对样品进行脱水。由于二噁英类性质非常稳定, 因此可以采用自然风干法、冷冻干燥法或干燥剂法。经生态环境部组织开展的两次全国性农用土壤调查及工业用地土壤调查实践发现, 类似于半挥发性有机物的实际样品制备处理, 由于土壤或者沉积物取样的多点混合特点, 样品中目标化合物的均匀程度较差, 虽按照 GB 17378.5、HJ/T 166 或 HJ 442.4 等标准要求经过现场混匀并分样处理, 但样品的均匀性依然很难得到保证。因此, 样品回实验室后直接采用湿样搅拌混合再取少量的土壤或者沉积物采用干燥剂法进行干燥匀化处理, 同样达不到有效混合样品的效果, 甚至工作人员为简化操作, 直接从样品瓶中一次性取少量的样品分析, 导致后期测定的检测结果偏差明显。因此本方法推荐采用风干法或者冷冻干燥法对全部样品进行风干或冻干处理, 磨碎、匀化并筛分, 再取少量的样品进行样品前处理, 将更好地保证样品的均匀性, 提高分析的准确度。本标准不推荐使用干燥剂法, 但对于应急监测等特殊需要时可以使用该方法进行脱水干燥。同时, 样品风干及筛分时应避光, 防止样品间的交叉污染。样品的过筛要求参照 GB 17378.5、HJ/T 166 和 HJ 442.4 相关要求, 其中 HJ/T 166 中规定用于农药或有机质、全氮量等项目分析的样品需过 60 目筛; GB 17378.5 中规定供测定油类、有机碳、有机氯农药及多氯联苯的分析样品需过 80 目筛; HJ 442.4 中规定有机物样品的制备需过 80 目金属筛。二噁英类样品的过筛可参照以上要求进行。目前生态环境部正在开展 HJ/T166 方法的修订, 在修订后的文本中明确半挥发性有机物和难挥发性有机物应过 60 目筛, 本方法不再做明确规定。

取某垃圾焚烧厂厂界土壤样品, 实验室内充分搅拌混合后分别选择自然风干和冷冻干燥两种方法制备, 按照本标准方法规定的实验条件进行样品分析, 考察不同样品制备方法间 2,3,7,8-氯代二噁英类的测定结果是否有显著性差异。具体结果见表 5-6。

表 5-6 样品制备方法显著性检验汇总表

序号	化合物简称	风干法制 备样品 (ng/kg)	冻干法制 备样品 (ng/kg)	配对 差值	平均值 (ng/kg)	S_d (ng/kg)	t 值 ($t_{(6,0.95)}=2.45$)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	68.6	69.7	1.1	0.16	2.38	0.17
		67.3	70.0	2.7			
		69.7	67.3	-2.4			
		66.8	67.7	0.9			
		68.7	65.0	-3.7			
		66.6	68.9	2.3			
		65.1	65.3	0.2			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	115	112	-3.0	-1.73	6.98	0.65
		106	102	-3.5			
		119	109	-9.8			
		104	103	-1.3			
		103	112	9.3			
		108	114	5.2			
		120	111	-9.0			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	338	372	33.5	-3.20	16.8	0.51
		375	362	-12.4			
		361	358	-2.5			
		376	371	-4.9			
		348	337	-10.5			
		369	359	-10.3			
		351	335	-15.3			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	211	221	9.4	17.0	20.6	2.19
		219	230	10.4			
		212	244	32.0			
		235	222	-13.0			
		218	236	17.2			
		224	235	10.4			
		191	244	52.7			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	233	241	8.0	2.89	17.5	0.44
		254	239	-15.2			
		220	246	26.5			
		228.	234	5.9			
		232	254	22.1			
		251	235	-15.6			
		233	221.	-11.5			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	465	467	2.0	5.13	6.45	2.11
		463	471	8.2			
		453	458	5.5			
		480	492	11.3			
		465	462	-2.8			

序号	化合物简称	风干法制 备样品 (ng/kg)	冻干法制 备样品 (ng/kg)	配对 差值	平均值 (ng/kg)	S_d (ng/kg)	t 值 ($t_{(6,0.95)}=2.45$)
		487	485	-2.1			
		465	479	13.9			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	177	193	15.7	8.29	15.0	1.47
		174	176	1.6			
		185	203	17.9			
		175	192	16.9			
		208	220	11.9			
		201	178	-23.1			
		191	208	17.1			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	576	562	-14.0	0.91	24.8	0.10
		576	591	14.8			
		561	596	35.2			
		563	587	24.3			
		593	562	-30.5			
		589	566	-23.1			
		576	575	-0.3			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	115	93.6	-21.2	-2.83	13.4	0.56
		107	108	1.4			
		117	105	-12.0			
		93.1	102	8.6			
		98.0	91.9	-6.1			
		95.6	114	18.6			
		108.2	99.1	-9.1			
10	O ₈ CDF	145	141	-4.2	-2.55	2.95	2.29
		149	142	-6.6			
		144	144	-0.1			
		145	140	-4.3			
		150	147	-2.9			
		144	146	2.3			
		150	148	-2.0			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	5.6	5.0	-0.6	-0.10	1.46	0.18
		4.7	4.5	-0.2			
		6.8	5.2	-1.6			
		4.5	6.6	2.1			
		4.4	6.0	1.6			
		6.3	6.0	-0.3			
		6.9	5.2	-1.7			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	51.7	44.1	-7.6	-0.63	4.90	0.34
		40.1	42.1	2.0			
		43.0	45.1	2.1			

序号	化合物简称	风干法制 备样品 (ng/kg)	冻干法制 备样品 (ng/kg)	配对 差值	平均值 (ng/kg)	S_d (ng/kg)	t 值 ($t_{(6,0.95)}=2.45$)
		47.2	51.7	4.5			
		50.3	44.7	-5.6			
		40.6	44.5	3.9			
		49.6	45.9	-3.7			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	55.0	54.6	-0.4	0.17	7.27	0.06
		50.9	57.2	6.3			
		52.4	50.5	-1.9			
		52.8	52.5	-0.3			
		47.7	50.6	2.9			
		45.0	53.5	8.5			
		59.0	45.1	-13.9			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	81.0	79.4	-1.6	-0.46	3.13	0.39
		78.4	81.2	2.8			
		83.0	79.8	-3.2			
		82.5	77.3	-5.2			
		78.8	82.3	3.5			
		82.7	83.3	0.6			
		80.8	80.7	-0.1			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	66.0	70.1	4.1	1.73	4.55	1.00
		70.4	73.1	2.7			
		71.9	65.3	-6.6			
		73.8	73.0	-0.8			
		66.0	72.4	6.4			
		66.9	67.2	0.3			
		68.1	74.1	6.0			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	286	292	5.4	6.16	21.6	0.75
		317	285	-31.5			
		290	303	12.9			
		300	299	-0.8			
		285	318	32.7			
		304	300	-3.9			
		291	319	28.3			
17	O ₈ CDD	262	266	4.6	-2.80	23.6	0.31
		261	258	-2.9			
		248	251	2.2			
		236	279	43.1			
		267	243	-23.6			
		253	236	-17.3			
		263	237	-25.7			

实验结果表明，同一批样品分别采用自然风干法和冷冻干燥法 2 种脱水方式，样品中 2,3,7,8-氯代二噁英类的测定结果的双侧检验 t 值均小于 $t_{6,0.95}=2.45$ ，说明 2 种脱水干燥方式无显著性差异。

结合 5.6.1 与 5.6.2 研究内容，标准编制组认为样品采集后，置于样品容器(6.2)中，4℃ 下避光、密封保存，30 d 内完成样品提取。如不能及时分析，样品可在制备后避光、密封，常温下保存 1 a。样品提取液可于-10℃ 以下避光、密封保存 1 a。

5.6.3 水分的测定

土壤样品干物质含量的测定按照 HJ 613 执行，沉积物样品的含水率按照 GB 17378.5 执行。

5.7 试样的制备

5.7.1 提取

环境样品二噁英类的提取方法除了有传统的索氏提取、液液萃取外，还有近年逐步发展完善的加压流体萃取、微波辅助萃取和二氧化碳超临界流体萃取法等样品提取技术。采集的样品，可选择索氏提取或加压流体萃取等任意一种方式进行提取，也可以用其他实验室通过验证的方式进行提取。索氏提取是一种适用多环境介质中的二噁英类提取方法，其优点为提取方法简单、稳定可靠、提取效率高，但需要使用大量溶剂，提取过程费时费力。加压流体萃取目前已广泛应用于土壤和沉积物中的有机物的提取，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土壤和沉积物中部分半挥发性和不挥发有机物的提取方法^[37]。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，但设备购置成本相对较高，且设备的管路清洗难度较大，容易造成样品交叉污染。

一般情况下，在样品提取前应添加提取内标。当样品量满足方法检出限要求时，可根据样品中二噁英类预期质量分数的高低分取 25%~100%（整数比例）的样品溶液作为分析样品，剩余样品溶液转移至棕色密封储液瓶中-10℃ 以下避光密封保存。当测定结果出现回收率不达标、超出标准曲线范围等现象时，可根据实际情况使用备份液进行再次净化。如果样品提取液需要分割使用（如样品中二噁英类预期质量浓度过高需要加以控制或者需要预留保存样），提取内标添加量则应适当增加，添加量要根据仪器响应、样品分取比例等情况来确定，推荐量为四氯代~七氯代二噁英类 0.4 ng~2.0 ng，八氯代二噁英类 0.8 ng~4.0 ng。

若样品含碳状物，还需用盐酸溶液处理。具体措施如下：称取一定量样品于石英纤维滤筒中，用盐酸溶液处理。盐酸的用量为每 1 g 样品至少加 10 ml 盐酸溶液。搅拌样品，使其与盐酸溶液充分接触并观察发泡情况，必要时再添加盐酸溶液，直到不再发泡为止。用布氏漏斗过滤盐酸溶液处理液，并用水充分冲洗石英纤维滤筒，再用少量甲醇或丙酮冲洗去除石英纤维滤筒及样品中的水分，将冲洗后的石英纤维滤筒放入烧杯中转移至洁净的干燥器中充分干燥。将冲洗液与盐酸溶液处理液合并后，用按照 10:1 比例用二氯甲烷液液萃取，重复 3 次，萃取液使用无水硫酸钠脱水。将石英纤维滤筒及样品充分干燥后，按照索氏提取或加压流体萃取进行提取。合并萃取液和提取液，浓缩至 1 ml~2 ml 待净化。

为考察索氏提取与加压流体萃取 2 种提取方法的提取效率，对沉积物有证标准物质（WMS-01）进行提取，按照下述标准方法进行净化处理分析，考察两种提取方法下的样品检测结果。称取 7 份样品于石英纤维滤筒中，按 1:1 的比例加入无水硫酸钠，转移至索氏提取器中，加入提取内标后进行索氏提取，用甲苯为溶剂提取 16 h 以上，回流速度控制在 4 次/h~6 次/h。同时称取 7 份样品转移至加压流体萃取仪合适的萃取池中，参照《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》（HJ 650-2013）方法^[38]，使用萃取条件为：压力 10.3 MPa，温度 120 ℃，萃取溶剂为甲苯，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。2 种提取方法下的样品测定结果见表 5-7。测定结果表明，2 种提取方式的样品中 2,3,7,8-氯代二噁英类的测定浓度均在参考值范围内，索氏提取的相对误差范围为-4.2%~9.7%，相对标准偏差为 2.7%~17.5%；加压流体萃取的相对误差范围为-10%~15%，相对标准偏差为 3.3%~23.8%；2 种提取方法均能充分提取样品中的目标化合物，满足定量分析要求。在满足本方法质量控制要求的情况下，也可使用其他提取溶剂，加压流体萃取相关注意事项可参照《土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法》HJ783-2016 中 8 注意事项小节。

表 5-7 样品提取方式试验结果

序号	化合物简称	索氏提取 (n=7)			加压流体萃取 (n=7)			参考值 (ng/kg)
		测定结果 (ng/kg)	RE (%)	RSD (%)	测定结果 (ng/kg)	RE (%)	RSD (%)	
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	56.4±7.52	7.4	13.3	53.7±6.98	2.3	13.0	52.5±16
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	12.7±1.48	0.6	11.7	12.3±1.76	-2.0	14.2	12.6±5.0
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	17.7±1.11	-4.2	6.3	17.3±1.43	-6.7	8.3	18.5±6.1
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	65.1±2.39	-3.3	3.7	64.0±3.36	-5.0	5.3	67.3±24
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	21.5±2.65	6.1	12.3	23.3±3.18	15	13.7	20.3±8.7
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	16.6±2.91	3.8	17.5	16.4±1.19	2.8	7.2	16±8.0
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	2.80±0.31	4.5	11.1	2.69±0.30	0.2	11.3	2.68±4.0
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	298±11.00	-0.3	3.7	304±10.2	1.5	3.3	299±73
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	16.5±1.63	9.1	9.9	15.6±1.65	3.2	10.6	15.1±4.6
10	O ₈ CDF	502±13.69	-1.3	2.7	506±16.4	-0.6	3.3	509±157
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	17.1±0.73	-3.5	4.3	18.4±1.36	4.2	7.4	17.7±5.6
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	8.19±1.15	2.8	14.1	7.97±1.89	0.1	23.8	7.96±2.8
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	8.59±1.07	-0.9	12.4	7.79±1.39	-10	17.8	8.66±2.7
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	20.3±1.89	-2.3	9.3	20.6±1.51	-1.0	7.3	20.8±4.8
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	18.6±2.69	7.5	14.5	19.2±2.89	11	15.0	17.3±8.0
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	305±28.0	4.0	9.2	291±21.1	-0.6	7.2	293±63
17	O ₈ CDD	2083±155	9.7	7.4	2093±135	10	6.5	1899±456

5.7.2 样品净化及分离

由于二噁英类分析为超痕量分析，样品中的基质会对分析结果产生较大的干扰，一些性质类似的化合物如多氯联苯等也对分析结果有一定的影响，因此必须对二噁英类样品进行深度净化，并将干扰物尽可能分离。如样品中含有大量单质硫，提取液须使用铜粉（珠）进行脱硫净化；如存在大分子干扰时，可使用 GPC 净化。初步净化后的样品需要进一步进行硫酸处理-硅胶柱、多层硅胶柱深度净化。同时，为防止多氯联苯、多溴联苯、多溴二苯醚等有机物的干扰，需要采用氧化铝柱或活性炭硅胶柱对干扰物进一步分离净化。净化分离方法可以采用手工净化分离，也可选择使用样品自动净化系统完成。

5.7.2.1 硫的处理

部分土壤或沉积物样品含硫，将影响后面的分离及样品分析，需要首先进行脱硫净化。本方法直接采用《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》（HJ 650-2013）方法规定，采用下述措施进行处理：将样品提取液（5.7.1）浓缩至 50 ml 左右，加入适量处理后的铜粉（珠），直至铜粉（珠）不变色，静置 30 min，过滤，收集滤液，浓缩至 1 ml~2 ml，待下一步净化分析。10%的硝酸银硅胶也可用来除硫，但该方法效率较低，无法去除大量硫。

5.7.2.2 凝胶渗透色谱（GPC）净化

自动凝胶渗透色谱主要用于清除样品中大分子干扰物，因此，当检测的样品中可能含有大量的大分子干扰物时，使用 GPC 能够有效去除基体中的干扰物。但在使用该方法之前首先用校正液进行校正。

参照《固体废物 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法》（HJ 891-2017）方法，标准组采用 70 g 中性、多孔的聚苯乙烯二乙烯基苯微球体（Bio-Beads™ S-X3 Support）填料进行装填，净化操作步骤如下：

- a) 使用二氯甲烷淋洗自动凝胶渗透色谱仪，弃去淋洗液；
- b) 注入凝胶渗透色谱校正标准贮备液于样品定量环中，使用二氯甲烷自动洗脱校正标准溶液，记录紫外检测器响应信号。正常色谱流出峰顺序依次为玉米油、邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯、五氯酚、萘和硫。设置二噁英类收集时间段，以 85%以上玉米油信号峰流出、且 85%以上邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯能被收集的时间点为样品开始收集时间，硫最高信号峰时间点为样品结束收集时间。（见图 5-1 凝胶渗透色谱校正标准溶液色谱图）；
- c) 将浓缩后的提取液（5.7.1）转移至于定量环中；
- d) 使用二氯甲烷洗脱，收集二噁英类时间段内的洗脱液；
- e) 浓缩洗脱液至 10 ml，加入 3 ml 正己烷，继续浓缩至 1 ml~2 ml，待下一步净化分离。

自动凝胶渗透色谱净化过程中，在满足本方法质量控制要求的前提下，也可选择使用其他淋洗溶剂。每处理 20 个样品后需要进行凝胶渗透色谱校正标准混合贮备液确认，如五氯酚的回收率高于 85%，则认为净化有效，反之，则需对前一处理批次样品重新提取净化。

部分 GPC 自动净化设备由于不是 100%收集模式，在使用 GPC 净化后需要注意校正样品定容体积。

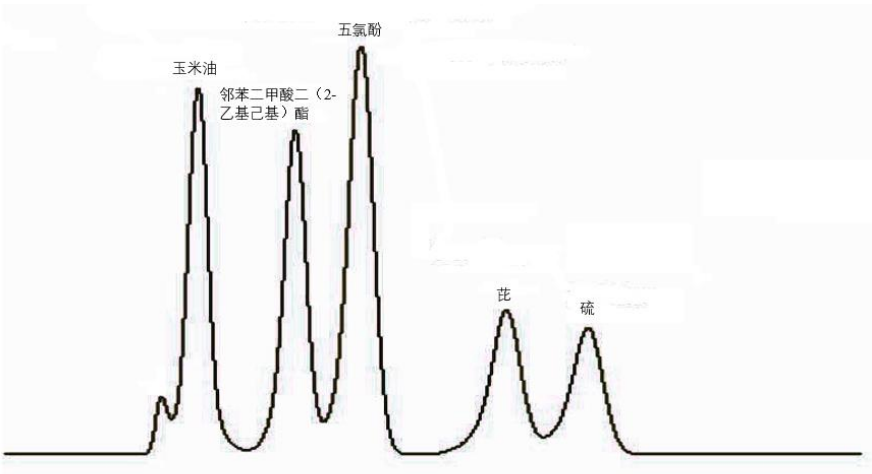


图5-1 凝胶渗透色谱校正标准溶液色谱图

为验证 GPC 净化流程的可靠性，取一定量 $^{13}\text{C}_{12}$ 标记 2,3,7,8-氯代二噁英类标准物质，用二氯甲烷定容至 10.0 ml，准确移取 5.00 ml 于定量环中，使用二氯甲烷洗脱，收集二噁英类时间段内的洗脱液，观察 15 种同位素内标回收率。具体结果见表 5-8。

表5-8 凝胶渗透色谱系统回收率考察

序号	提取内标	回收率 (%) ($n=7$)	回收率范围 (%)
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	81.7±1.5	80.2~84.3
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	86.6±2.4	84.1~91.8
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	89.3±2.0	87.1~92.2
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	96.3±2.4	93.5~100
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	94.6±2.0	92.4~98.7
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	93.3±2.3	90.4~97.5
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	93.6±2.6	90.7~97.2
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	87.4±3.6	82.1~94.8
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	95.1±3.6	91.5~102
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	89.6±1.3	88.1~92.2
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	87.7±1.5	86.2~90.8
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	94.7±2.4	92.1~98.7
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	86.4±2.4	83.2~90.1
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	83.1±3.6	78.3~90.2
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	74.1±3.3	70.1~81.5

实验结果表明，在给定的条件下，经凝胶渗透色谱净化后， $^{13}\text{C}_{12}$ 标记 2,3,7,8-氯代二噁英类回收率分别为 $74.1\% \pm 3.3\% \sim 96.3\% \pm 2.4\%$ ，回收率范围为 $70.1\% \sim 102\%$ ，可满足 2,3,7,8-氯代二噁英类定量分析的要求。

5.7.2.3 硫酸处理-硅胶柱净化

参照现行 HJ 77.4-2008 方法，将提取液（5.7.1）或经除硫（5.7.2.1）、GPC 净化（5.7.2.2）后的提取液用 50 ml~150 ml 正己烷洗入分液漏斗中，再加入适量（10 ml~20 ml）硫酸，轻微振荡，静置分层，弃去硫酸层，重复操作至硫酸层变浅或无色。加入适量氯化钠溶液洗涤有机相，重复数次洗至中性，有机相经无水硫酸钠脱水后，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。

在填充柱（内径 8 mm~12 mm）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 正己烷进行样品淋洗，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~2 ml，待下一步净化分析。

5.7.2.4 多层硅胶柱净化

近年来，多层硅胶柱净化手段应用于二噁英类的净化处理越来越见诸于报道，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。本方法中二噁英类多层硅胶柱淋洗片段的收集是样品净化的一个重要节点，为此本研究对实验室空白的降低及淋洗片段进行了研究^[39,40]。以不同片段流分编号为横坐标，提取内标在总检出物所占比例为纵坐标建立目标化合物淋洗验证洗脱曲线，每 10 ml 为一流分，结果见图 5-2。研究发现，提取内标在前 8 个流分中基本洗脱下来，第 1、2 个流分未检出目标化合物。二噁英类主要集中在第 3、4 个流分中。因此，100 ml 的正己烷能够完全洗脱下所有目标化合物。同时也可以发现，使用 100 ml 的正己烷对层析柱进行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化合物。

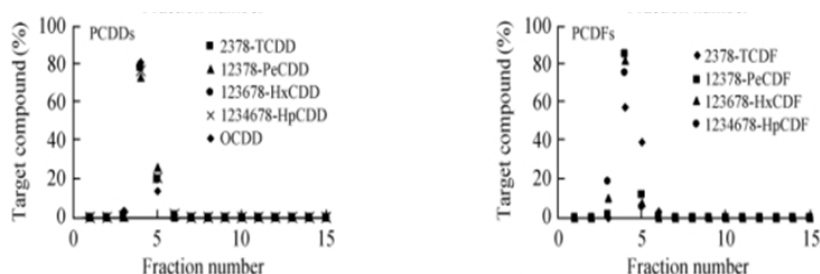


图 5-2 正己烷洗脱多层硅胶柱中二噁英类各流分百分比

具体研究参数及步骤如下：

- 在填充柱（内径 12 mm~15 mm）底部添加一些石英棉，依次称取 3 g 硅胶、5 g 33% 氢氧化钠硅胶、2 g 硅胶、10 g 44% 硫酸硅胶、2 g 硅胶、3 g 10% 硝酸银硅胶和 5 g

无水硫酸钠填充。填充柱的 44%硫酸硅胶使用量可以根据样品的杂质干扰情况进行一定量的调整；

- b) 用 100 ml 正己烷预淋洗并压实填料，保持液面在硫酸钠层。该过程可以最大可能地将试剂中的多氯联苯、二噁英类等去除，减少实验室试剂空白；
- c) 将提取液（5.7.1）或经除硫、GPC 净化后的提取液（5.7.2.1 或 5.7.2.2）缓慢注入玻璃柱中，液面保持在柱子填充部分的上端；
- d) 用 1 ml~2 ml 的正己烷洗净提取液的容器，洗液沿着玻璃柱的内壁边洗边注入，洗净操作反复进行 2 次~3 次；
- e) 将 100 ml 正己烷装入分液漏斗置于硅胶柱上方，以约 2.5 ml/min（每秒 1 滴）的流速缓慢滴入柱中进行淋洗；
- f) 淋洗液用浓缩器浓缩至 1 ml~2 ml，待下一步净化。

5.7.2.5 氧化铝柱净化分离

参照现行 HJ 77.4-2008 方法，在填充柱（内径 8 mm~12 mm）底部垫一小团石英棉，自下而上依次干法装填约 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（5.7.2.3）或多层硅胶柱净化（5.7.2.4）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，调节淋洗速度均约为 2.5 ml/min（大约 1 滴/s），弃去淋洗液。再用 150 ml 二氯甲烷-正己烷溶液 III 淋洗，收集该组分淋洗液。将淋洗液浓缩至 1 ml 以下，待制备后分析。

5.7.2.5 活性炭硅胶柱净化分离

活性炭硅胶柱可正向淋洗，也可反向淋洗。

a) 活性炭硅胶柱正向淋洗

参照现行 HJ 77.4-2008，在玻璃管（内径 8 mm）一端加入石英棉，依次装填约 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，使活性炭硅胶处于玻璃管中间的位置。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（5.7.2.3）或多层硅胶柱净化（5.7.2.4）的样品浓缩液转移到活性炭硅胶柱上。依次使用 25 ml 正己烷、200 ml 二氯甲烷-正己烷溶液 II 正向淋洗活性炭硅胶柱，待淋洗液全部流出后，弃去淋洗液。再以 200 ml 甲苯正向淋洗活性炭硅胶柱，调节淋洗流速约 2.5 ml/min（大约 1 滴/s），收集该部分淋洗液。将淋洗液 1 ml 以下，待制备后分析。

b) 活性炭硅胶柱反向淋洗

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，对每个片段中目标化合物进行测定。如图 5-3 所示，目标化合物已在前 4 个流分中基本洗脱下来，因此，40 ml 的甲苯能够将所有目标化合物完全洗脱。考虑实际样品环境介质中样品的基质复杂性，活性炭反向淋洗甲苯用量选择 60 ml。

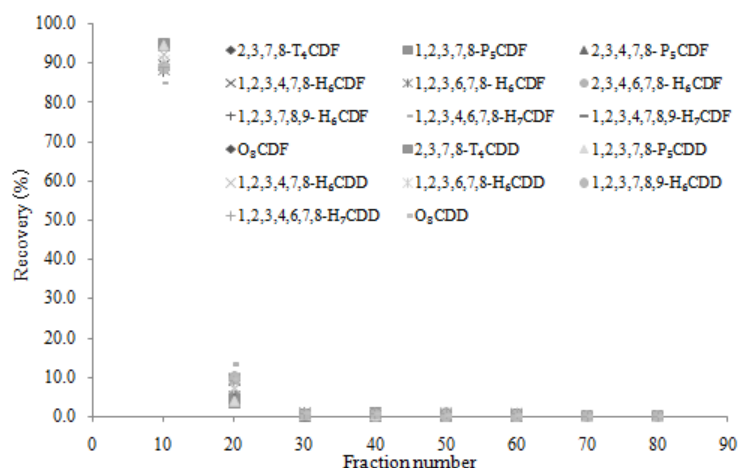


图 5-3 活性炭硅胶柱中二噁英类各流分百分比

在玻璃管（内径 8 mm）一端加入石英棉，依次装填约 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，在另一端填上石英棉使活性炭硅胶处于合适的位置。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（5.7.2.3）或多层硅胶柱净化（5.7.2.4）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以 2.5 ml/min（大约 1 滴/s）的流速正向淋洗活性炭硅胶柱，待淋洗液全部流出后，弃去淋洗液，共平面多氯联苯主要存在于该片段溶液中。然后将活性炭硅胶柱进行反转，使用 60 ml 甲苯溶液以 2.5 ml/min（大约 1 滴/s）的流速淋洗进行反向淋洗，收集该组分淋洗液。将淋洗液浓缩至 1 ml 以下，待制备后分析。

经过大量试验验证该净化方式相比于正向活性炭硅胶柱淋洗可以节省大量的溶剂，并可节约时间。标准编制组推荐采用反向淋洗手段进行二噁英类的净化分离。

5.7.2.6 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差。现在市售的二噁英自动净化处理装置比较多，但是大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。为解决该问题，本实验室和仪器制造商改进硅胶柱容量、淋洗溶剂及淋洗容量，优化净化方式组合等。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自动净化分离方式，净化环境介质中的二噁英样品。目前该设备已经在国内多家实验室得到广泛使用，并且同类产品也较多，包括 FMS 自动净化系统、国产的二噁英自动净化系统、复合层析柱净化系统^[27]等。土壤样品的淋洗情况见图 5-4。

样品自动净化分离原理与传统的柱色谱方法相同，该系统使用四根一次性商业化净化柱，依次为多层硅胶柱、硅酸镁柱和 2 根活性炭硅胶柱，其中多层硅胶柱内填物同手工柱要求。整个净化过程按照设定程序控制往复泵和阀门进行。仪器使用说明要求，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，设定洗脱程序。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，对样品进行净化、分离，收集含有二噁英类的淋洗液组分。样品自动净化系统的具体流程如下：

- a) 溶剂的准备：方法中使用正己烷、50%二氯甲烷-正己烷、甲苯，每一个样品消耗约 250 ml 的正己烷、180 ml 的 50%二氯甲烷-正己烷、215 ml 的甲苯，总消耗溶剂量约 645 ml；
- b) 如果样品提取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，再净化分离，此过程可以防止仪器管路堵塞；
- c) 将提取液（5.7.1）或经除硫（5.7.2.1）、GPC 净化（5.7.2.2）后的提取液注入样品定量环。首先用 70 ml 正己烷、70 ml 二氯甲烷-正己烷溶液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 1 和活性炭硅胶柱 2；然后将样品环中的提取液自动输送至多层硅胶柱中，按照仪器设定顺序依次用 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 1，50 ml 二氯甲烷-正己烷溶液Ⅲ反向淋洗硅酸镁柱，60 ml 二氯甲烷-正己烷溶液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，浓缩至 1 ml 以下，待制备后分析。

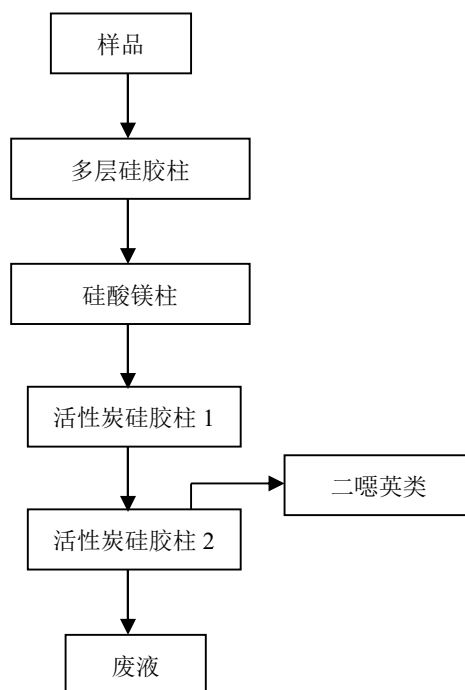


图 5-4 样品自动净化系统洗脱过程和净化分离程序

为考察样品自动净化系统的准确度和稳定性，称取 7 份沉积物有证标准物质（WMS-01），转移至加压流体萃取仪萃取池中，采用样品自动净化系统对样品进行净化分析。样品自动净化效果统计见表 5-9。

表 5-9 样品自动净化效果统计表

序号	化合物简称	测定结果 (ng/kg) (<i>n</i> =7)	有证标准物质 参考值 (ng/kg)	相对误差 (%)	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	54.6±4.50	52.5±16	3.9	8.3
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	12.7±1.25	12.6±5.0	0.5	9.9
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	17.9±0.77	18.5±6.1	-3.3	4.3
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	61.5±3.07	67.3±24	-8.6	5.0
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	20.3±2.05	20.3±8.7	0.0	10.1
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	15.6±1.57	16±8.0	-2.2	10.0
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	2.67±0.15	2.68±4.0	-0.3	5.6
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	302±8.15	299±73	1.0	2.7
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	15.4±0.90	15.1±4.6	1.7	5.8
10	O ₈ CDF	504±15.7	509±157	-1.0	3.1
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	19.3±1.65	17.7±5.6	9.1	8.5
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	8.42±1.00	7.96±2.8	5.7	11.9
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	8.53±0.74	8.66±2.7	-1.5	8.7
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	20.0±2.20	20.8±4.8	-3.7	11.0
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	18.1±1.56	17.3±8.0	4.6	8.6
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	315±28.7	293±63	7.5	9.1
17	O ₈ CDD	2013±224	1899±456	6.0	11.1

根据实验结果统计表,显示样品中 2,3,7,8-氯代二噁英类测定浓度均在参考值范围内,样品自动净化系统的相对误差范围为-8.6%~9.1%,相对标准偏差为 2.7%~11.9%。采用样品自动净化系统进行净化,方法稳定、可靠。

5.7.2.7 其他净化分离方法

可以使用其他方法或装置等进行样品的净化分离处理。使用前应用有证标准物质或标准溶液进行净化和分离效果试验,并确认满足本方法质量保证和质量控制的要求。

结合 5.7.1 和 5.7.2 不同的提取、净化手段,土壤与沉积物样品中二噁英类的提取、净化、分离及仪器分析流程如图 5-5 所示:

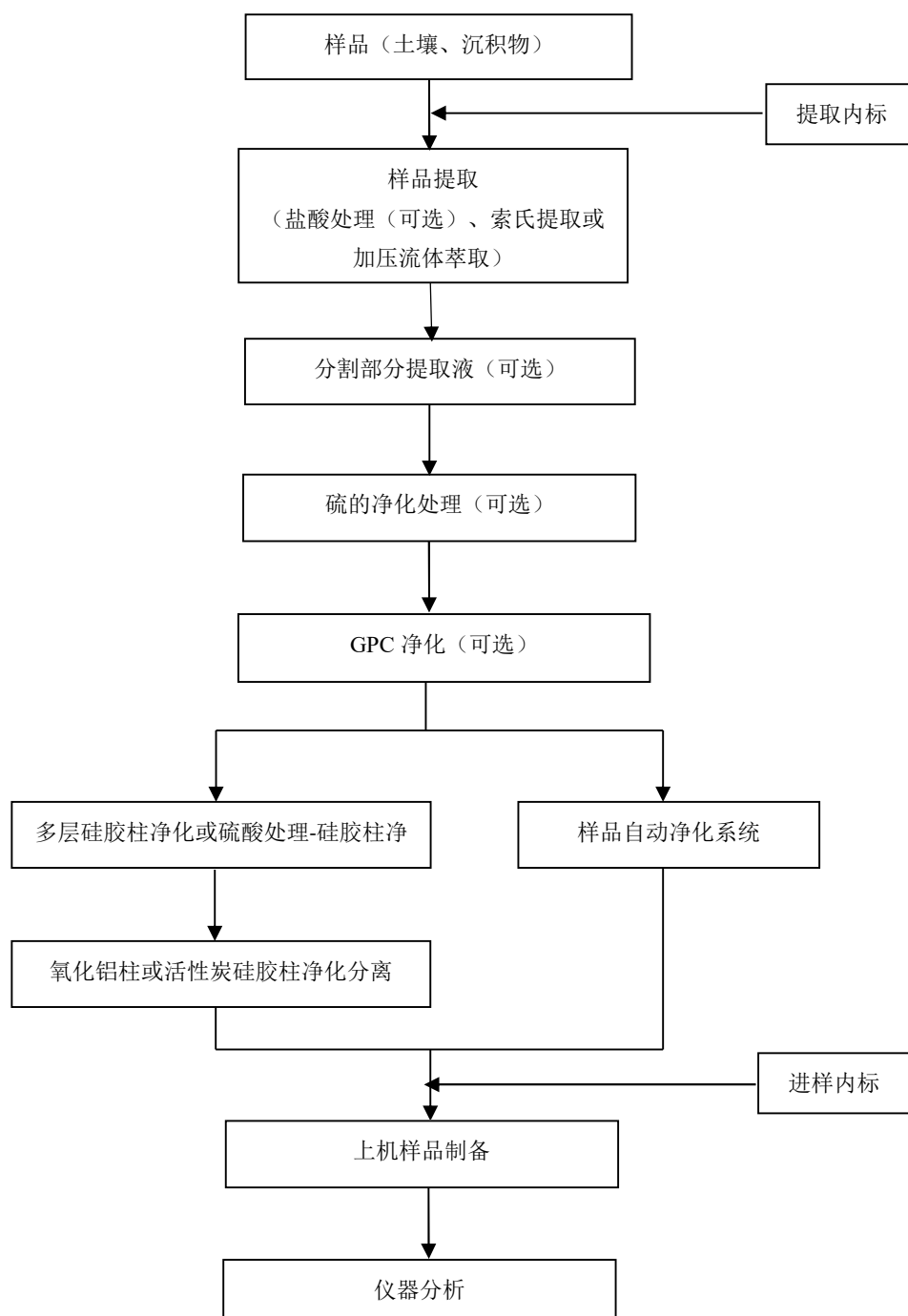


图 5-5 样品提取、净化、分离及仪器分析流程图

5.7.2.8 上机样品的制备

将净化后的淋洗液（5.7.2.5、5.7.2.6 或 5.7.2.7）采用浓缩装置（氮吹仪）进一步浓缩至近干。添加进样内标，加入壬烷或甲苯，将样品制备至 20 μl ~50 μl ，混匀后转移至样品瓶中，待测。进样内标的添加量和最终定容体积以保证仪器具有足够的响应为宜，推荐进样内标添加量为 0.2 ng~2.0 ng，将样品混匀后转移至样品瓶后作为最终分析样品。

5.8 分析步骤

5.8.1 仪器参考条件

选择适当操作条件来分离 2,3,7,8-氯代二噁英类，气相参考条件为：进样方式，不分流进样；进样量，1 μ l；进样口温度，280 $^{\circ}$ C；载气：氦气；流量：1.2 ml/min。色谱柱（BPX-DXN）：固定相为 5%苯基-95%甲基聚硅氧烷，柱长 60 m，内径 0.25 mm，膜厚 0.25 μ m。程序升温：初始温度 130 $^{\circ}$ C，保持 1 min 后以 15 $^{\circ}$ C/min 的速度升温至 210 $^{\circ}$ C，以 3 $^{\circ}$ C/min 的速度升温至 310 $^{\circ}$ C，以 5 $^{\circ}$ C/min 升温至 320 $^{\circ}$ C，保持 5 min。质谱参考条件为：离子源，电子轰击（EI）离子源；离子源温度，280 $^{\circ}$ C；传输线温度，280 $^{\circ}$ C；电子能量，35 eV；监测方式，选择离子监测模式（SIM）；质量校准物质气化温度，130 $^{\circ}$ C。

使用 SIM 法选择待测化合物的两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。时间窗、选择离子及质谱参数设定如表 5-10。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 5-10 中各质量范围内锁峰离子的动态分辨率大于 10000，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 12000。

表 5-10 二噁英类及质量校准物质的监测离子质量数

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）		
		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）		

序号	化合物简称	M^{+}	$(M+2)^{+}$	$(M+4)^{+}$
		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。				

一般来说,分析二噁英常用商用毛细管色谱柱多为 DB-5MS (60 m×0.25 mm×0.25 μm) (EPA 1613 方法)、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 5-11。一般来说,用同一根色谱柱很难将 210 种二噁英类进行完全分离,更多的分析方法是将两种不同极性的色谱柱同时使用以达到最佳有效分离,但这种方法费时费力,所以选择一种能 2,3,7,8-氯代二噁英类得到较好分离的色谱柱相当重要。本方法选择 BPX-DXN (60 m×0.25 mm×0.25 μm) 柱,它既有较好的分离效率,又可以大大缩短分析时间。采用本毛细管色谱柱在上述条件下对二噁英类校准溶液进行分析,2,3,7,8-氯代二噁英类在 45 min 左右基本上能得到较好的分离。

表 5-11 市售常见色谱柱的规格和使用条件

序号	色谱柱	柱长 (m)	内径 (mm)	膜厚 (μm)	色谱升温条件	适合分离对象
1	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
2	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
3	CP-Sil 88(Chrom pack)	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
4	DB-17 (J&W)	30	0.32	0.25	120 °C (1min) → (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
5	DB-210 (J&W)	30	0.32	0.25	120 °C (0min) → (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

序号	色谱柱	柱长 (m)	内径 (mm)	膜厚 (μm)	色谱升温条件	适合分离对象
6	DB-225 (J&W)	30	0.32	0.25	120 $^{\circ}\text{C}$ (0 min) $\rightarrow$ (20 $^{\circ}\text{C}$ /min) $\rightarrow$ 160 $^{\circ}\text{C}$ $\rightarrow$ (2 $^{\circ}\text{C}$ /min) $\rightarrow$ 240 $^{\circ}\text{C}$	T ₄ CDDs,P ₅ CDDs,H ₆ CDDs, T ₄ CDFs,P ₅ CDFs,H ₆ CDFs
7	DB-5MS (J&W)	30	0.32	0.25	120 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) $\rightarrow$ (50 $^{\circ}\text{C}$ /min) $\rightarrow$ 180 $^{\circ}\text{C}$ $\rightarrow$ (3 $^{\circ}\text{C}$ /min) $\rightarrow$ 280 $^{\circ}\text{C}$	T ₄ CDDs,P ₅ CDDs,H ₆ CDDs, T ₄ CDFs,P ₅ CDFs,H ₆ CDFs
8	OV-17 (Quadrex)	50	0.32	0.25	120 $^{\circ}\text{C}$ (1min) $\rightarrow$ (20 $^{\circ}\text{C}$ /min) $\rightarrow$ 160 $^{\circ}\text{C}$ $\rightarrow$ (3 $^{\circ}\text{C}$ /min) $\rightarrow$ 280 $^{\circ}\text{C}$	T ₄ CDDs,P ₅ CDDs,H ₆ CDDs, T ₄ CDFs,P ₅ CDFs,H ₆ CDFs
9	RH-12MS (Inventx)	60	0.25	/	130 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) $\rightarrow$ (15 $^{\circ}\text{C}$ /min) $\rightarrow$ 210 $^{\circ}\text{C}$ $\rightarrow$ (3 $^{\circ}\text{C}$ /min) $\rightarrow$ 310 $^{\circ}\text{C}$ $\rightarrow$ (5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$) $\rightarrow$ 320 $^{\circ}\text{C}$	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
10	SP-2331 (Supelco)	60	0.25	0.20	120 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) $\rightarrow$ (50 $^{\circ}\text{C}$ /min) $\rightarrow$ 200 $^{\circ}\text{C}$ $\rightarrow$ (2 $^{\circ}\text{C}$ /min) $\rightarrow$ 260 $^{\circ}\text{C}$	T ₄ CDDs,P ₅ CDDs,H ₆ CDDs, T ₄ CDFs,P ₅ CDFs,H ₆ CDFs

如果单纯用一根 BPX-DXN 色谱柱对于 2,3,4,7,8-P₅CDF 和 1,2,3,7,8,9-H₆CDF 很难做到完全分离。同时,也考虑到后期的对二噁英类多氯联苯的有效分离,标准编制组使用 RH-12MS 色谱柱作为辅助色谱柱,它将与 BPX-DXN 有很好的互补效果。不同色谱柱 2,3,7,8-氯代二噁英类分离情况见表 5-12, 2,3,4,7,8-P₅CDF 和 1,2,3,7,8,9-H₆CDF 双柱分离效果对比如图 5-6 所示。设定的气相色谱-质谱参数与 BPX-DXN 柱相同。

表 5-12 不同色谱柱分离情况

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	○	○	×	×	×	×

序号	化合物简称	RH-12MS	BPX-DXN	DB-5MS	SP-2331	DB-225	CP-Sil 88
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。

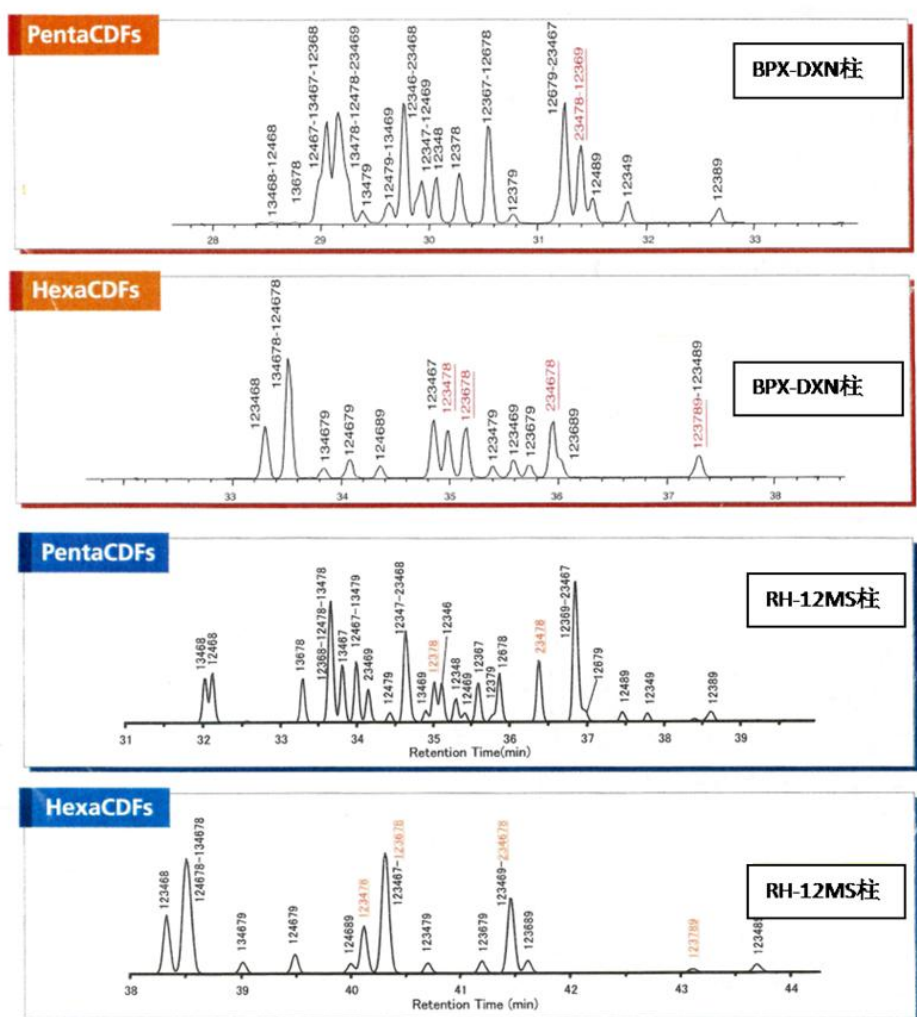


图 5-6 双柱分离效果对比色谱图

在样品分析过程中，考虑到二噁英类的数量达到 210 种以及具有毒性当量的 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，标准编制组采用双柱对受污染的垃圾焚烧厂的厂界土壤进行了分析，使用的色谱柱型号为 BPX-DXN 和 RH-12MS，对其中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 5-7，实际测定结果见表 5-13。

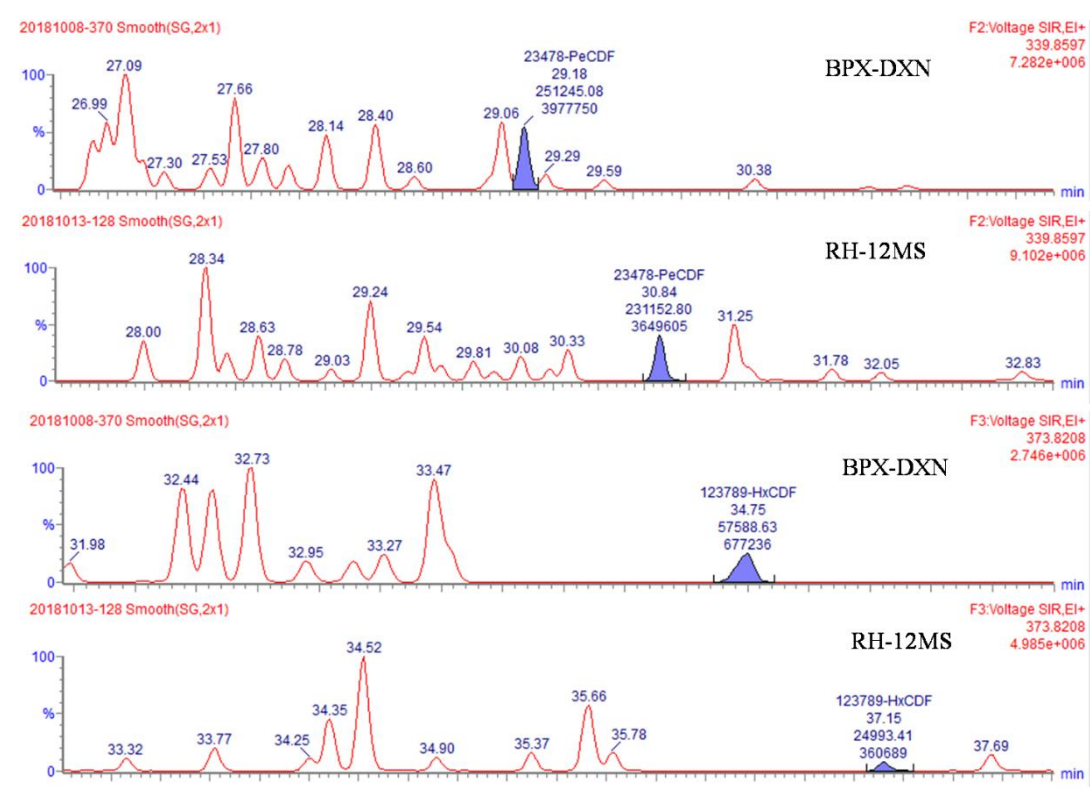


图 5-7 2, 3, 4, 7, 8-P₅CDF 和 1, 2, 3, 7, 8, 9-H₆CDF 在不同色谱柱上出峰情况

表 5-13 污染土壤样品不同色谱分离后的分析结果

序号	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)
1	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	59.6±7.88	46.8±3.98
2	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	20.0±2.09	7.02±1.13

结果显示，RH-12MS 柱对这 2 个单体分离度较好，为保证对所关注的 2,3,7,8-氯代二噁英类化合物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。

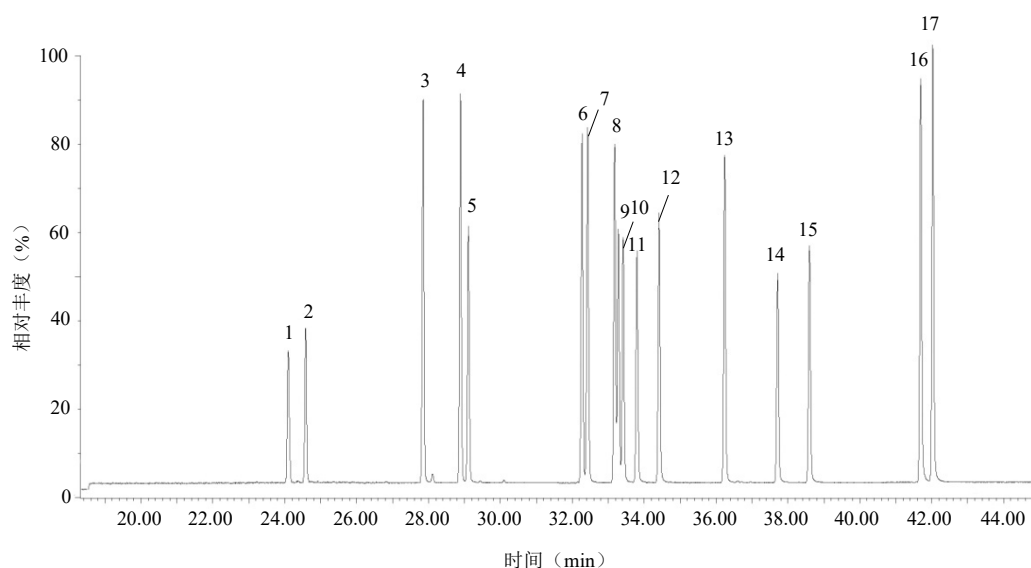
5.8.2 校准

5.8.2.1 仪器性能检查

仪器使用前，应调谐高分辨质谱仪，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 1.0×10⁴，且峰形呈正态分布。当使用的内标包含 ¹³C₁₂-O₈CDF 时，动态分辨率应大于 1.2×10⁴。

5.8.2.2 标准曲线的测定

目前市售二噁英类校准溶液系列可选择性较多,浓度范围非常广,各实验室可根据实际情况进行选用,但二噁英类校准溶液浓度系列至少应有5个非零质量浓度梯度,具体如表5-14。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监测离子质谱峰的峰面积。原标准 HJ 77.4-2008 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“相对响应因子相对标准偏差应在 $\pm 20\%$ 以内”。编制组查阅 US EPA 1613 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5-15和表5-16。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5-8,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 5-8 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，柱长 60 m，内径 0.25 mm，膜厚 0.25 μm)

表 5-14 二噁英类校准溶液系列示例（商用编号）

序号	化合物简称	质量浓度（ng/ml）				
		STD1	STD 2	STD 3	STD 4	STD 5
目标化合物						
1	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.100	0.500	2.00	10.0	40.0
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.500	2.50	10.0	50.0	200
3	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	0.500	2.50	10.0	50.0	200
4	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	0.500	2.50	10.0	50.0	200
5	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	0.500	2.50	10.0	50.0	200
6	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	0.500	2.50	10.0	50.0	200
7	O ₈ CDD	1.00	5.00	20.0	100	400
8	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.100	0.500	2.00	10.0	40.0
9	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.500	2.50	10.0	50.0	200
10	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.500	2.50	10.0	50.0	200
11	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.500	2.50	10.0	50.0	200
12	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.500	2.50	10.0	50.0	200
13	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.500	2.50	10.0	50.0	200
14	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.500	2.50	10.0	50.0	200
15	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	0.500	2.50	10.0	50.0	200
16	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	0.500	2.50	10.0	50.0	200
17	O ₈ CDF	1.00	5.00	20.0	100	400
提取内标						
18	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	100	100	100	100	100
19	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	100	100	100	100	100
20	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	100	100	100	100	100
21	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	100	100	100	100	100
22	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	100	100	100	100	100
23	¹³ C ₁₂ -O ₈ CDD	200	200	200	200	200
24	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	100	100	100	100	100
25	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	100	100	100	100	100
26	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	100	100	100	100	100
27	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	100	100	100	100	100
28	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	100	100	100	100	100
29	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	100	100	100	100	100
30	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	100	100	100	100	100
31	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	100	100	100	100	100
32	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	100	100	100	100	100
进样内标						
33	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-T ₄ CDD	100	100	100	100	100
34	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	100	100	100	100	100

表 5-15 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 ₅ 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 ₅ 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 ₅ 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 ₅ 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

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 ₃ 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 ₃ 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 5-16 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	CS1RRF	CS2RRF	CS3RRF	CS4RRF	CS5RRF	RSD (%)
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

校准溶液中目标化合物的 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 5-17）±15%以内。

表 5-17 二噁英类监测离子理论离子丰度比

序号	化合物简称	<i>M</i>	<i>M</i> +2	<i>M</i> +4	<i>M</i> +6	<i>M</i> +8	<i>M</i> +10	<i>M</i> +12	<i>M</i> +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: <i>M</i> 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。									

5.8.2.3 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。二噁英类标准物质使用示例见表 5-18。

表 5-18 二噁英类标准物质使用示例

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 CDF		
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
16	P ₅ CDF	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

序号	化合物简称	提取内标	进样内标
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 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
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 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
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 监测离子峰面积的平均值代替。			

5.8.3 试样测定

将待测样品（5.7.2.8）按照与标准曲线建立相同条件测定。

5.8.4 空白试验

按照与试样测定（5.8.3）相同条件测定空白试样。

5.9 结果表示与计算

5.9.1 定性分析

5.9.1.1 二噁英类

在色谱图上，对信噪比大于 3 的色谱峰视为有效峰。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（表 5-15）±15% 以内。同时满足上述条件的色谱峰定性为二噁英类。

5.9.1.2 2,3,7,8-氯代二噁英类

除满足 5.9.1.1 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。

5.9.2 定量分析

根据监测离子的峰面积，采用同位素稀释法定量。

5.9.2.1 结果计算

（1）平均相对响应因子

目标化合物相对于提取内标的相对响应因子，根据公式（1）计算。

$$RRF_{es,i} = \frac{m_{es,i}}{m_{s,i}} \times \frac{A_{s,i}}{A_{es,i}} \quad (1)$$

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（2）计算。

$$RRF_{rs,i} = \frac{m_{rs,i}}{m_{es,i}} \times \frac{A_{es,i}}{A_{rs,i}} \quad (2)$$

式中：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（3）计算。

$$\overline{RRF}_{es} = \frac{\sum_{i=1}^n RRF_{es,i}}{n} \quad (3)$$

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

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。

目标化合物相对于提取内标的相对响应因子的相对标准偏差，按照公式（4）计算。

$$RSD = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RRF_{es,i} - \overline{RRF}_{es})^2}{n-1}}}{\overline{RRF}_{es}} \times 100 \quad (4)$$

式中：RSD——目标化合物相对于提取内标的相对响应因子的相对标准偏差，%；

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；

$\overline{RRF}_{es}$ ——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。

提取内标相对于进样内标的平均相对响应因子，按照公式（5）计算。

$$\overline{RRF}_{rs} = \frac{\sum_{i=1}^n RRF_{rs,i}}{n} \quad (5)$$

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

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。

（2）提取内标回收率

试样中提取内标回收率，按照公式（6）计算。

$$R = \frac{A'_{\text{es}}}{A'_{\text{rs}}} \times \frac{m'_{\text{rs}}}{m'_{\text{es}}} \times \frac{100}{\text{RRF}_{\text{rs}}} \quad (6)$$

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；

RRF_{rs} ——提取内标相对于进样内标的平均相对响应因子。

(3) 目标化合物的量

试样中目标化合物的量，按照公式（7）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 RRF_{es} 计算（见表 5-16）。

$$m_j = \frac{A_j}{A'_{\text{es}}} \times \frac{m'_{\text{es}}}{\text{RRF}_{\text{es}}} \quad (7)$$

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；

RRF_{es} ——目标化合物相对于提取内标的平均相对响应因子。

土壤样品中目标化合物的质量分数，按照公式（8）计算。

$$w_{1,j} = \frac{m_j}{m_1 \times w_{\text{dm}}} \times D \quad (8)$$

式中： $w_{1,j}$ ——土壤样品中目标化合物 j 的质量分数， ng/kg；

m_j ——试样中目标化合物 j 的绝对量， pg；

m_1 ——样品的称取量， g；

w_{dm} ——土壤样品的干物质含量， %；

D ——稀释倍数。

沉积物样品中目标化合物的质量分数，按照公式（9）计算。

$$w_{2,j} = \frac{m_j}{m_2 \times (1 - w_{\text{H}_2\text{O}})} \times D \quad (9)$$

式中： $w_{2,j}$ ——沉积物样品中目标化合物 j 的质量分数， ng/kg；

m_j ——试样中目标化合物 j 的绝对量， pg；

m_2 ——样品的称取量， g；

$w_{\text{H}_2\text{O}}$ ——沉积物样品的含水率， %；

D ——稀释倍数。

5.9.2.2 结果表示

(1) 质量分数

2,3,7,8-氯代二噁英类质量分数大于方法检出限，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分数根据各氯代异构体质量分数累加计算。

(2) 毒性当量质量分数

2,3,7,8-氯代二噁英类的质量分数进一步换算为等价毒性当量质量分数，毒性当量质量分数为质量分数与对应的毒性当量因子的乘积。样品的毒性当量质量分数为 2,3,7,8-氯代二噁英类化合物毒性当量质量分数之和。可以根据监测的要求使用不同版本的毒性当量因子来计算 2,3,7,8-氯代二噁英类的毒性当量质量分数，在监测报告中须注明使用的毒性当量因子的版本。（根据我国的环境管理要求，在不单独说明的情况下使用的 TEF 为 I-TEF）。若质量分数低于方法检出限，则以 0 计算毒性当量质量分数，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 计算毒性当量质量分数。

样品二噁英类毒性当量质量分数为 17 种 2,3,7,8-氯代二噁英类毒性当量质量分数之和。按照公式（10）计算。

$$w = \sum_{j=1}^{17} w_{1或2,j} \times \text{TEF}_j \quad (10)$$

式中： w ——样品中二噁英类毒性当量质量分数，ng TEQ/kg；

$w_{1或2,j}$ ——土壤或沉积物样品中目标化合物 j 的质量分数，ng/kg；

TEF_j ——目标化合物 j 的毒性当量因子，使用时应注明毒性当量因子的版本。

(3) 数值修约与表达

测定结果最多保留 3 位有效数字，小数点后的位数应与方法检出限一致。

5.9.3 方法参数

5.9.3.1 检出限

(1) 仪器检出限

选择计算相对响应因子的最低质量浓度的二噁英类校准溶液进行 n ($n \geq 7$) 次重复测定，对 2,3,7,8-氯代二噁英类进行定量，计算测定值的标准偏差 S ，根据公式（11）计算仪器检出限（IDL），修约为 1 位有效数字，结果见表 5-19。原标准 HJ 77.4-2008 中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，且原有仪器检出限满足本标准性能指标，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）， $t_{60.99} = 3.143$ ；

S —— n 次平行测定的标准偏差，pg。

表 5-19 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)	<i>t</i> 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

（2）方法检出限和测定下限

根据 HJ 168-2020，分别称取 7 份 10.0 g 的石英砂，石英砂中未检出目标化合物，添加毒性当量质量分数 2.50 ng TEQ/kg（加标质量分数：四氯代二噁英类为 0.250 ng/kg，五氯代～七氯代二噁英类为 1.25 ng/kg，八氯代二噁英类为 2.50 ng/kg），提取内标添加量为 500 pg～1000 pg（四氯代～七氯代二噁英类为 500 pg，八氯代二噁英类为 1000 pg），样品经加压流体萃取、样品自动净化系统净化，净化后的 7 份浓缩样品分别加入 500 pg 进样内标定容至 30 μ l，仪器测定。以 7 次平行测定的结果计算方法检出限，以 4 倍方法检出限作为测定下限。检出限和测定下限结果见表 5-20。

表 5-20 实验室内方法检出限、测定下限测试数据表

序号	化合物简称	测定结果（ng/kg）							检出限 （ng/kg）	测定下限 （ng/kg）
		1	2	3	4	5	6	7		
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.24	0.23	0.24	0.24	0.23	0.23	0.26	0.04	0.16
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.30	1.13	1.21	1.14	1.15	1.32	1.29	0.3	1.2
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.14	1.33	1.25	1.15	1.34	1.34	1.33	0.3	1.2
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.26	1.32	1.22	1.14	1.35	1.24	1.11	0.3	1.2
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.27	1.34	1.22	1.22	1.17	1.24	1.19	0.2	0.80
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.17	1.12	1.11	1.27	1.10	1.18	1.26	0.3	1.2
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.29	1.28	1.29	1.32	1.30	1.26	1.25	0.07	0.28
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.19	1.32	1.35	1.16	1.21	1.12	1.28	0.3	1.2
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.24	1.28	1.25	1.31	1.28	1.10	1.31	0.3	1.2
10	O ₈ CDF	2.52	2.48	2.65	2.49	2.50	2.74	2.71	0.4	1.6
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.26	0.25	0.24	0.26	0.23	0.24	0.25	0.04	0.16
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.11	1.14	1.33	1.13	1.17	1.16	1.28	0.3	1.2
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.11	1.16	1.28	1.14	1.25	1.20	1.14	0.2	0.80
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.26	1.18	1.28	1.22	1.32	1.25	1.25	0.2	0.80
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.29	1.13	1.34	1.28	1.22	1.17	1.20	0.3	1.2
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.12	1.35	1.21	1.15	1.19	1.25	1.23	0.3	1.2
17	O ₈ CDD	2.66	2.34	2.49	2.26	2.57	2.51	2.61	0.5	2.0

5.9.3.2 准确度

实验室内，选用基体中目标化合物均未检出的背景点土壤、河流沉积物、海洋沉积物样品作为基体加标样品。分取 10.0 g 不同样品进行加标实验，添加量分别为：低浓度加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg（加标质量分数：四氯代二噁英类为 0.250 ng/kg，五氯代～七氯代二噁英类为 1.25 ng/kg，八氯代二噁英类为 2.50 ng/kg）；中浓度加标毒性当量质量分数为 50.0 ng TEQ/kg（加标质量分数：四氯代二噁英类为 5.00 ng/kg，五氯代～七氯代二噁英类为 25.0 ng/kg，八氯代二噁英类为 50.0 ng/kg）；高浓度加标毒性当量质量分数为 501 ng TEQ/kg（加标质量分数：四氯代二噁英类为 50.0 ng/kg，五氯代～七氯代二噁英类为 250 ng/kg，八氯代二噁英类为 500 ng/kg）。每个样品中的提取内标添加量均为 500 pg～

1000 pg（四氯代～七氯代二噁英类为 500 pg，八氯代二噁英类为 1000 pg）。样品经加压流体萃取、样品自动净化系统净化，浓缩至近干，加入 500 pg 进样内标，定容至 30 μ l，制备后的样品经仪器测定分析，分别计算各类型加标样品的精密度及正确度。由表 5-21～表 5-26 可知，实验室内目标化合物相对标准偏差为 0.75%～18.6%，目标化合物加标回收率范围为 83.9%～108%。

表 5-21 土壤样品精密度测试数据

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.26	0.25	0.01	5.9	5.0	5.2	5.0	0.25	5.0	50	51	51	1.2	2.4
			0.25					5.2					49			
			0.26					5.0					51			
			0.26					4.9					51			
			0.23					5.3					51			
			0.23					4.7					52			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.38	1.22	0.16	13.3	25	23.3	24.5	1.39	5.7	250	260	255	11.3	4.4
			1.35					25.5					261			
			1.10					24.7					238			
			1.36					26.5					264			
			1.05					24.0					243			
			1.06					22.8					262			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.37	1.27	0.07	5.7	25	23.4	24.0	0.82	3.4	250	244	247	3.7	1.5
			1.28					23.5					241			
			1.31					24.1					251			
			1.26					24.6					249			
			1.16					25.3					249			
			1.22					23.3					250			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.39	1.29	0.13	9.7	25	24.9	25.5	1.31	5.1	250	261	252	7.8	3.1

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.35					26.6					248			
			1.14					26.9					255			
			1.43					26.2					255			
			1.30					23.3					239			
			1.14					25.4					255			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.05	1.22	0.14	11.8	25	26.6	24.8	1.28	5.2	250	262	248	8.9	3.6
			1.23					23.6					250			
			1.39					23.7					244			
			1.24					26.2					251			
			1.06					24.6					246			
			1.36					24.2					235			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.16	1.27	0.14	11.2	25	25.9	25.0	1.33	5.3	250	241	243	4.1	1.7
			1.38					25.8					239			
			1.14					25.9					248			
			1.41					23.1					245			
			1.39					23.4					247			
			1.11					25.7					239			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.26	1.23	0.13	10.8	25	24.7	24.6	1.08	4.4	250	247	251	8.0	3.2
			1.06					24.3					250			
			1.24					23.5					251			
			1.24					23.8					263			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.45					26.6					239			
			1.13					24.6					253			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.23	1.34	0.08	5.9	25	25.1	24.2	1.36	5.6	250	240	253	8.0	3.2
			1.40					23.9					257			
			1.27					24.3					248			
			1.36					22.6					260			
			1.44					22.9					261			
			1.36					26.2					251			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.21	1.30	0.10	7.4	25	23.8	25.3	1.50	5.9	250	262	253	9.9	3.9
			1.20					23.1					256			
			1.42					26.5					244			
			1.37					25.9					240			
			1.24					26.7					255			
			1.37					25.7					264			
10	O ₈ CDF	2.5	2.68	2.26	0.36	15.9	50	54.0	49.1	3.78	7.7	500	512	495	23.7	4.8
			2.20					53.4					467			
			2.52					45.2					471			
			1.89					45.8					488			
			2.49					48.5					528			
			1.80					47.7					503			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.23	0.23	0.01	4.4	5.0	4.8	5.0	0.23	4.7	50	49	51	1.1	2.2

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			0.23					5.3					51			
			0.24					4.8					51			
			0.23					5.1					51			
			0.22					5.1					51			
			0.25					4.8					49			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	1.15	1.27	0.10	7.7	25	25.9	25.2	1.07	4.3	250	239	247	10.3	4.2
			1.20					24.2					237			
			1.38					26.3					263			
			1.24					25.0					256			
			1.25					23.6					247			
			1.39					25.9					242			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.41	1.35	0.11	8.3	25	27.0	25.0	1.69	6.7	250	263	252	11.9	4.7
			1.42					24.2					242			
			1.13					25.4					265			
			1.36					22.9					236			
			1.36					26.9					247			
			1.43					23.7					258			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.08	1.32	0.15	11.3	25	22.5	24.3	1.27	5.2	250	252	251	10.6	4.2
			1.45					25.4					261			
			1.44					25.6					242			
			1.43					23.4					250			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.23					25.2					238			
			1.27					23.5					265			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.44	1.27	0.11	8.6	25	26.0	24.8	1.18	4.8	250	250	248	10.4	4.2
			1.21					25.4					256			
			1.36					24.4					244			
			1.21					24.6					263			
			1.15					22.8					237			
			1.24					25.9					238			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.35	1.23	0.09	7.1	25	26.5	23.9	1.54	6.4	250	239	249	10.6	4.2
			1.25					23.1					259			
			1.30					24.7					252			
			1.12					23.5					246			
			1.22					23.4					263			
			1.15					22.0					236			
17	O ₈ CDD	2.5	1.76	2.24	0.37	16.4	50	49.6	49.8	3.14	6.3	500	490	496	22.3	4.5
			2.57					46.2					489			
			2.04					46.3					484			
			2.38					50.4					469			
			1.99					51.8					529			
			2.70					54.3					517			
18	二噁英类毒性当量	2.5	2.5	2.5	0.05	2.1	50	50	49.5	0.37	0.7	501	495	499	7.1	1.4

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
	质量分数 (ng TEQ/kg)		2.5					49					492			
			2.6					50					509			
			2.5					50					507			
			2.4					49					494			
			2.5					49					496			

表 5-22 河流沉积物样品精密度测试数据

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.22	0.24	0.02	8.3	5.0	5.0	5.0	0.19	3.7	50	49	50	1.1	2.3
			0.23					4.9					50			
			0.27					5.2					50			
			0.23					5.2					49			
			0.23					4.8					52			
			0.26					5.0					50			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.25	1.29	0.14	10.6	25	24.4	24.2	0.86	3.6	250	240	248	10.1	4.1
			1.43					23.5					257			
			1.45					24.7					259			
			1.33					25.1					255			
			1.13					24.5					238			
			1.15					22.8					239			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.45	1.28	0.12	9.3	25	24.7	25.3	0.68	2.7	250	252	253	9.9	3.9
			1.10					26.0					238			
			1.30					26.3					259			
			1.24					25.0					263			
			1.35					25.0					261			
			1.23					24.7					245			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.07	1.23	0.13	10.9	25	26.4	24.0	1.57	6.5	250	252	247	10.8	4.4

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.17					24.4					264			
			1.41					22.7					235			
			1.29					22.3					236			
			1.32					23.2					246			
			1.10					25.2					248			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.12	1.15	0.10	8.5	25	26.2	25.0	1.55	6.2	250	249	246	10.5	4.3
			1.12					23.4					264			
			1.11					25.9					236			
			1.14					26.8					246			
			1.35					23.0					241			
			1.08					24.6					237			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.18	1.27	0.11	9.0	25	26.1	24.2	1.75	7.2	250	259	257	3.9	1.5
			1.18					26.6					252			
			1.21					23.1					259			
			1.42					22.7					256			
			1.21					22.7					263			
			1.41					23.9					254			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.35	1.28	0.12	9.1	25	23.8	23.5	1.04	4.4	250	256	250	8.4	3.3
			1.16					23.9					251			
			1.14					22.6					255			
			1.45					25.0					243			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.30					22.1					236			
			1.29					23.9					256			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.15	1.18	0.09	8.0	25	25.9	24.8	1.54	6.2	250	241	247	6.7	2.7
			1.15					22.1					254			
			1.08					26.0					248			
			1.33					25.9					237			
			1.12					24.8					247			
			1.26					23.8					253			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.41	1.30	0.13	9.9	25	22.8	24.0	1.20	5.0	250	238	250	10.9	4.4
			1.45					25.6					257			
			1.32					24.9					262			
			1.19					22.9					243			
			1.32					24.5					239			
			1.11					23.0					260			
10	O ₈ CDF	2.5	2.47	2.14	0.28	13.1	50	52.3	47.4	2.46	5.2	500	525	502	23.9	4.8
			1.78					45.3					502			
			2.02					46.7					483			
			1.94					47.0					474			
			2.45					47.2					535			
			2.15					46.1					492			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.25	0.25	0.02	7.2	5.0	4.9	5.1	0.25	4.9	50	51	51	1.1	2.2

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			0.26					5.3					52			
			0.23					5.3					51			
			0.23					5.3					49			
			0.27					5.3					52			
			0.23					4.7					51			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	1.07	1.21	0.15	12.7	25	22.5	24.4	1.87	7.7	250	263	247	9.7	3.9
			1.08					22.6					242			
			1.10					24.6					249			
			1.22					23.7					236			
			1.37					26.8					251			
			1.42					26.4					242			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.09	1.18	0.11	9.6	25	23.7	25.3	1.25	4.9	250	259	250	9.9	3.9
			1.14					26.8					241			
			1.07					24.7					259			
			1.37					25.8					251			
			1.17					26.4					236			
			1.26					24.3					255			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.22	1.22	0.09	7.4	25	23.6	25.0	1.52	6.1	250	250	252	10.6	4.2
			1.15					26.3					238			
			1.13					23.4					243			
			1.26					25.6					265			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.16					24.0					263			
			1.37					27.0					251			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.36	1.24	0.11	8.9	25	22.1	25.0	2.00	8.0	250	239	246	10.3	4.2
			1.34					22.9					238			
			1.05					26.8					237			
			1.23					26.1					251			
			1.23					25.5					247			
			1.22					26.6					264			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.06	1.18	0.16	13.4	25	25.9	25.2	1.20	4.8	250	239	250	10.7	4.3
			1.07					25.7					258			
			1.05					24.7					262			
			1.43					24.8					238			
			1.17					23.3					258			
			1.32					26.7					244			
17	O ₈ CDD	2.5	2.03	2.25	0.42	18.6	50	50.2	49.0	2.83	5.8	500	473	501	24.4	4.9
			2.75					49.0					469			
			1.81					46.5					501			
			2.50					45.5					525			
			2.61					53.5					520			
			1.81					49.3					517			
18	二噁英类毒性当量	2.5	2.5	2.5	0.11	4.6	50	48	49.7	0.82	1.7	501	510	502	6.5	1.3

序号	化合物简称	低浓度（ng/kg）					中浓度（ng/kg）					高浓度（ng/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
	质量分数 （ng TEQ/kg）		2.3					49					493			
			2.4					50					504			
			2.5					50					499			
			2.6					50					507			
			2.6					50					497			

表 5-23 海洋沉积物样品精密度测试数据

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.22	0.24	0.02	7.0	5.0	4.6	4.9	0.2	4.9	50	49	50	1.0	2.0
			0.24					4.7					50			
			0.24					5.1					52			
			0.23					4.7					51			
			0.24					5.1					51			
			0.27					5.1					51			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.34	1.26	0.14	10.8	25	22.8	23.3	0.9	3.8	250	254	249	9.1	3.7
			1.32					22.2					239			
			1.07					23.4					245			
			1.44					24.8					248			
			1.14					22.8					246			
			1.27					23.6					265			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.22	1.24	0.10	8.3	25	23.2	23.9	1.0	4.3	250	236	247	10.8	4.4
			1.30					24.0					236			
			1.19					24.4					255			
			1.18					23.2					243			
			1.42					22.8					255			
			1.14					25.6					261			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.44	1.26	0.11	8.8	25	24.0	25.1	1.3	5.3	250	264	248	9.7	3.9

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.26					23.5					237			
			1.19					25.6					241			
			1.16					26.4					246			
			1.18					24.3					253			
			1.35					26.7					245			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.28	1.20	0.11	9.6	25	24.8	24.5	1.2	4.8	250	255	248	9.9	4.0
			1.15					26.5					259			
			1.15					24.3					239			
			1.09					23.6					236			
			1.12					23.2					244			
			1.39					24.3					255			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.14	1.24	0.16	13.0	25	23.7	24.3	1.1	4.7	250	238	248	10.2	4.1
			1.44					23.7					235			
			1.17					25.1					250			
			1.13					25.9					253			
			1.44					24.8					247			
			1.09					22.8					263			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.22	1.27	0.15	11.9	25	23.9	24.1	1.5	6.4	250	243	242	5.6	2.3
			1.13					24.7					252			
			1.39					22.2					242			
			1.42					22.4					238			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.07	1.29	0.13	10.3	25	25.7	24.5	1.5	6.0	250	243	251	9.5	3.8
			1.39					25.7					236			
			1.09					22.5					263			
			1.27					25.7					258			
			1.30					25.0					254			
			1.43					26.3					247			
			1.20					23.1					237			
			1.43					24.6					248			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.39	1.21	0.11	9.3	25	24.9	24.9	0.6	2.6	250	254	254	7.1	2.8
			1.30					24.2					259			
			1.13					24.6					252			
			1.16					25.4					242			
			1.14					25.9					262			
			1.12					24.4					256			
			1.70					47.0					470			
			2.00					54.2					517			
10	O ₈ CDF	2.5	2.47	2.30	0.38	16.5	50	52.3	51.8	2.8	5.4	500	535	498	25.0	5.0
			2.66					54.8					490			
			2.36					51.6					504			
			2.63					50.8					475			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.23	0.24	0.02	6.6	5.0	5.2	4.9	0.2	4.4	50	52	50	1.2	2.3

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			0.26					5.1					50			
			0.24					4.9					49			
			0.24					4.9					52			
			0.22					4.6					51			
			0.26					4.8					51			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	1.27	1.33	0.10	7.3	25	23.7	24.5	1.6	6.5	250	264	245	10.0	4.1
			1.44					22.8					244			
			1.20					22.8					236			
			1.29					26.2					243			
			1.44					25.7					238			
			1.32					25.8					246			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.19	1.17	0.06	5.5	25	22.3	23.5	1.7	7.2	250	264	250	11.3	4.5
			1.27					23.1					246			
			1.11					26.6					239			
			1.09					22.5					239			
			1.17					22.3					248			
			1.19					24.3					263			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.40	1.27	0.11	8.7	25	23.2	25.1	1.3	5.2	250	252	251	10.0	4.0
			1.13					25.8					261			
			1.32					26.0					259			
			1.29					25.1					259			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.34					26.8					238			
			1.14					24.1					240			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.31	1.21	0.09	7.2	25	23.8	25.2	1.9	7.3	250	240	251	9.9	3.9
			1.11					26.3					242			
			1.21					26.9					264			
			1.11					26.1					251			
			1.29					26.2					247			
			1.25					22.1					261			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.39	1.28	0.14	10.9	25	26.0	25.2	0.6	2.6	250	251	252	6.3	2.5
			1.11					24.5					256			
			1.45					25.3					246			
			1.35					25.9					243			
			1.18					25.2					255			
			1.17					24.5					260			
17	O ₈ CDD	2.5	2.63	2.10	0.33	15.5	50	53.1	51.1	2.7	5.3	500	467	504	27.3	5.4
			2.13					51.2					514			
			2.18					50.5					500			
			1.79					46.4					478			
			2.13					51.2					531			
			1.72					54.2					534			
18	二噁英类毒性当量	2.5	2.5	2.5	0.09	3.5	50	48	48.8	0.8	1.7	501	503	496	7.2	1.4

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
	质量分数 (ng TEQ/kg)		2.6					48					488			
			2.4					49					493			
			2.4					49					492			
			2.6					49					495			
			2.5					50					507			

表 5-24 土壤样品加标测试数据

序号	化合物简称	样品质量 分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样品 质量分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.26	104	99.3	5.0	5.2	104	101	50	51	102	102
		ND		0.25	100			5.2	104			49	97.2	
		ND		0.26	104			5.0	99.2			51	103	
		ND		0.26	104			4.9	97.0			51	103	
		ND		0.23	92.0			5.3	106			51	102	
		ND		0.23	92.0			4.7	93.0			52	104	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.38	110	97.3	25	23.3	93.3	97.9	250	260	104	102
		ND		1.35	108			25.5	102			261	104	
		ND		1.10	88.0			24.7	98.6			238	95.0	
		ND		1.36	109			26.5	106			264	105	
		ND		1.05	84.0			24.0	96.1			243	97.2	
		ND		1.06	84.8			22.8	91.3			262	105	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.37	110	101	25	23.4	93.6	96.1	250	244	97.7	98.9
		ND		1.28	102			23.5	93.8			241	96.6	
		ND		1.31	105			24.1	96.5			251	100	
		ND		1.26	101			24.6	98.4			249	99.4	
		ND		1.16	92.8			25.3	101			249	99.7	
		ND		1.22	97.6			23.3	93.0			250	99.9	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.39	111	103	25	24.9	99.6	102	250	261	104	101

序号	化合物简称	样品质量 分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样品 质量分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)
		ND		1.35	108			26.6	106			248	99.2	
		ND		1.14	91.2			26.9	108			255	102	
		ND		1.43	114			26.2	105			255	102	
		ND		1.30	104			23.3	93.2			239	95.4	
		ND		1.14	91.2			25.4	101			255	102	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.05	84.0	97.7	25	26.6	106	99.3	250	262	105	99.2
		ND		1.23	98.4			23.6	94.4			250	100	
		ND		1.39	111			23.7	94.9			244	97.6	
		ND		1.24	99.2			26.2	105			251	100	
		ND		1.06	84.8			24.6	98.5			246	98.4	
		ND		1.36	109			24.2	96.7			235	94.2	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.16	92.8	101	25	25.9	104	99.8	250	241	96.4	97.2
		ND		1.38	110			25.8	103			239	95.5	
		ND		1.14	91.2			25.9	104			248	99.2	
		ND		1.41	113			23.1	92.4			245	97.9	
		ND		1.39	111			23.4	93.6			247	98.9	
		ND		1.11	88.8			25.7	103			239	95.7	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.26	101	98.4	25	24.7	98.7	98.2	250	247	98.6	100
		ND		1.06	84.8			24.3	97.0			250	100	
		ND		1.24	99.2			23.5	94.0			251	100	
		ND		1.24	99.2			23.8	95.1			263	105	

序号	化合物简称	样品质量 分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样品 质量分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)
		ND		1.45	116			26.6	106			239	95.5	
		ND		1.13	90.4			24.6	98.2			253	101	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.23	98.4	108	25	25.1	100	96.6	250	240	96.1	101
		ND		1.40	112			23.9	95.4			257	103	
		ND		1.27	102			24.3	97.1			248	99.3	
		ND		1.36	109			22.6	90.3			260	104	
		ND		1.44	115			22.9	91.6			261	104	
		ND		1.36	109			26.2	105			251	100	
		ND												
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.21	96.8	104	25	23.8	95.1	101	250	262	105	101
		ND		1.20	96.0			23.1	92.4			256	102	
		ND		1.42	114			26.5	106			244	97.4	
		ND		1.37	110			25.9	104			240	95.8	
		ND		1.24	99.2			26.7	107			255	102	
		ND		1.37	110			25.7	103			264	106	
		ND												
10	O ₈ CDF	ND	2.5	2.68	107	90.5	50	54.0	108	98.2	500	512	102	98.9
		ND		2.20	88.0			53.4	107			467	93.5	
		ND		2.52	101			45.2	90.3			471	94.2	
		ND		1.89	75.6			45.8	91.6			488	97.5	
		ND		2.49	99.6			48.5	97.0			528	106	
		ND		1.80	72.0			47.7	95.3			503	100	
		ND												
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.23	92.0	93.3	5.0	4.8	95.4	99.8	50	49	98.8	101

序号	化合物简称	样品质量 分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样品 质量分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)
		ND		0.23	92.0			5.3	107			51	103	
		ND		0.24	96.0			4.8	96.4			51	103	
		ND		0.23	92.0			5.1	103			51	103	
		ND		0.22	88.0			5.1	102			51	102	
		ND		0.25	100			4.8	95.6			49	97.8	
12	1,2,3,7,8-P ₃ CDD	ND	1.25	1.15	92.0	102	25	25.9	103	101	250	239	95.7	99.0
		ND		1.20	96.0			24.2	97.0			237	94.7	
		ND		1.38	110			26.3	105			263	105	
		ND		1.24	99.2			25.0	100			256	103	
		ND		1.25	100			23.6	94.4			247	98.7	
		ND		1.39	111			25.9	104			242	96.9	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.41	113	108	25	27.0	108	100	250	263	105	101
		ND		1.42	114			24.2	96.7			242	96.7	
		ND		1.13	90.4			25.4	102			265	106	
		ND		1.36	109			22.9	91.6			236	94.2	
		ND		1.36	109			26.9	108			247	99.0	
		ND		1.43	114			23.7	94.9			258	103	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.08	86.4	105	25	22.5	90.1	97.0	250	252	101	101
		ND		1.45	116			25.4	102			261	104	
		ND		1.44	115			25.6	102			242	96.6	
		ND		1.43	114			23.4	93.6			250	100	

序号	化合物简称	样品质量 分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样品 质量分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)
		ND		1.23	98.4			25.2	101			238	95.0	
		ND		1.27	102			23.5	94.0			265	106	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.44	115	102	25	26.0	104	99.4	250	250	100	99.2
		ND		1.21	96.8			25.4	102			256	102	
		ND		1.36	109			24.4	97.6			244	97.7	
		ND		1.21	96.8			24.6	98.3			263	105	
		ND		1.15	92.0			22.8	91.4			237	94.8	
		ND		1.24	99.2			25.9	104			238	95.0	
		ND		1.35	108			26.5	106			239	95.8	
		ND		1.25	100			23.1	92.3			259	104	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.30	104	98.5	25	24.7	98.9	95.5	250	252	101	99.6
		ND		1.12	89.6			23.5	94.0			246	98.2	
		ND		1.22	97.6			23.4	93.7			263	105	
		ND		1.15	92.0			22.0	88.1			236	94.4	
		ND		1.76	70.4			49.6	99.2			490	97.9	
		ND		2.57	103			46.2	92.5			489	97.8	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	2.04	81.6	89.6	50	46.3	92.5	99.5	500	484	96.8	99.2
		ND		2.38	95.2			50.4	101			469	93.8	
		ND		1.99	79.6			51.8	104			529	106	
		ND		2.70	108			54.3	108			517	103	
		ND		1.76	70.4			49.6	99.2			490	97.9	
		ND		2.57	103			46.2	92.5			489	97.8	
18	二噁英类毒性当量	ND	2.5	2.5	100	101	50	50	99.4	99.1	501	495	98.8	99.5

序号	化合物简称	样品质量 分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样品 质量分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)
	质量分数 (ng TEQ/kg)	ND		2.5	101			49	98.6			492	98.1	
		ND		2.6	104			50	100			509	102	
		ND		2.5	102			50	99.2			507	101	
		ND		2.4	97.5			49	98.8			494	98.6	
		ND		2.5	102			49	98.2			496	99.0	

表 5-25 河流沉积物样品加标测试数据

序号	化合物简称	样品质量分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.22	88.0	96.0	5.0	5.0	99.2	100	50	49	97.0	99.7
		ND		0.23	92.0			4.9	97.0			50	99.4	
		ND		0.27	108			5.2	105			50	99.8	
		ND		0.23	92.0			5.2	105			49	98.4	
		ND		0.23	92.0			4.8	96.0			52	104	
		ND		0.26	104			5.0	99.4			50	99.8	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.25	100	103	25	24.4	97.4	96.6	250	240	96.0	99.2
		ND		1.43	114			23.5	93.9			257	103	
		ND		1.45	116			24.7	99.0			259	104	
		ND		1.33	106			25.1	100			255	102	
		ND		1.13	90.4			24.5	97.8			238	95.2	
		ND		1.15	92.0			22.8	91.2			239	95.4	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.45	116	102	25	24.7	99.0	101	250	252	101	101
		ND		1.10	88.0			26.0	104			238	95.1	
		ND		1.30	104			26.3	105			259	104	
		ND		1.24	99.2			25.0	100			263	105	
		ND		1.35	108			25.0	99.9			261	104	
		ND		1.23	98.4			24.7	98.7			245	98.0	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.07	85.6	98.1	25	26.4	105	96.1	250	252	101	98.7

序号	化合物简称	样品质量分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.17	93.6			24.4	97.7			264	106	
		ND		1.41	113			22.7	90.6			235	94.2	
		ND		1.29	103			22.3	89.3			236	94.3	
		ND		1.32	106			23.2	93.0			246	98.4	
		ND		1.10	88.0			25.2	101			248	99.0	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.12	89.6	92.3	25	26.2	105	99.9	250	249	99.8	98.2
		ND		1.12	89.6			23.4	93.8			264	106	
		ND		1.11	88.8			25.9	103			236	94.5	
		ND		1.14	91.2			26.8	107			246	98.4	
		ND		1.35	108			23.0	92.0			241	96.2	
		ND		1.08	86.4			24.6	98.2			237	94.7	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.18	94.4	102	25	26.1	104	96.8	250	259	103	103
		ND		1.18	94.4			26.6	106			252	101	
		ND		1.21	96.8			23.1	92.5			259	104	
		ND		1.42	114			22.7	90.8			256	102	
		ND		1.21	96.8			22.7	90.8			263	105	
		ND		1.41	113			23.9	95.7			254	102	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.35	108	102	25	23.8	95.1	94.2	250	256	103	99.8
		ND		1.16	92.8			23.9	95.4			251	100	
		ND		1.14	91.2			22.6	90.2			255	102	
		ND		1.45	116			25.0	100			243	97.4	

序号	化合物简称	样品质量分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.30	104			22.1	88.6			236	94.2	
		ND		1.29	103			23.9	95.7			256	102	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.15	92.0	94.5	25	25.9	104	99.1	250	241	96.2	98.6
		ND		1.15	92.0			22.1	88.6			254	102	
		ND		1.08	86.4			26.0	104			248	99.1	
		ND		1.33	106			25.9	104			237	94.7	
		ND		1.12	89.6			24.8	99.2			247	99.0	
		ND		1.26	101			23.8	95.4			253	101	
		ND												
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.41	113	104	25	22.8	91.3	95.8	250	238	95.2	99.9
		ND		1.45	116			25.6	102			257	103	
		ND		1.32	106			24.9	99.6			262	105	
		ND		1.19	95.2			22.9	91.4			243	97.3	
		ND		1.32	106			24.5	97.8			239	95.6	
		ND		1.11	88.8			23.0	92.2			260	104	
		ND												
10	O ₈ CDF	ND	2.5	2.47	98.8	85.4	50	52.3	104	94.9	500	525	105	100
		ND		1.78	71.2			45.3	90.7			502	100	
		ND		2.02	80.8			46.7	93.5			483	96.6	
		ND		1.94	77.6			47.0	94.0			474	94.7	
		ND		2.45	98.0			47.2	94.4			535	107	
		ND		2.15	86.0			46.1	92.3			492	98.5	
		ND												
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.25	100	98.0	5.0	4.9	97.4	102	50	51	102	102

序号	化合物简称	样品质量分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.26	104			5.3	105			52	104	
		ND		0.23	92.0			5.3	105			51	103	
		ND		0.23	92.0			5.3	105			49	98.4	
		ND		0.27	108			5.3	106			52	105	
		ND		0.23	92.0			4.7	94.6			51	102	
12	1,2,3,7,8-P ₃ CDD	ND	1.25	1.07	85.6	96.8	25	22.5	89.8	97.7	250	263	105	98.9
		ND		1.08	86.4			22.6	90.2			242	96.7	
		ND		1.10	88.0			24.6	98.2			249	99.5	
		ND		1.22	97.6			23.7	94.8			236	94.2	
		ND		1.37	110			26.8	107			251	100	
		ND		1.42	114			26.4	106			242	96.9	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.09	87.2	94.7	25	23.7	94.6	101	250	259	104	100
		ND		1.14	91.2			26.8	107			241	96.2	
		ND		1.07	85.6			24.7	99.0			259	104	
		ND		1.37	110			25.8	103			251	100.5	
		ND		1.17	93.6			26.4	106			236	94.2	
		ND		1.26	101			24.3	97.3			255	102	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.22	97.6	97.2	25	23.6	94.4	99.9	250	250	100	101
		ND		1.15	92.0			26.3	105			238	95.3	
		ND		1.13	90.4			23.4	93.5			243	97.0	
		ND		1.26	101			25.6	102			265	106	

序号	化合物简称	样品质量分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.16	92.8			24.0	96.0			263	105	
		ND		1.37	110			27.0	108			251	100	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.36	109	99.1	25	22.1	88.4	100	250	239	95.6	98.3
		ND		1.34	107			22.9	91.8			238	95.1	
		ND		1.05	84.0			26.8	107			237	95.0	
		ND		1.23	98.4			26.1	104			251	100	
		ND		1.23	98.4			25.5	102			247	98.6	
		ND		1.22	97.6			26.6	106			264	106	
		ND												
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.06	84.8	94.7	25	25.9	104	101	250	239	95.4	99.9
		ND		1.07	85.6			25.7	103			258	103	
		ND		1.05	84.0			24.7	98.6			262	105	
		ND		1.43	114			24.8	99.3			238	95.2	
		ND		1.17	93.6			23.3	93.0			258	103	
		ND		1.32	106			26.7	107			244	97.7	
		ND												
17	O ₈ CDD	ND	2.5	2.03	81.2	90.1	50	50.2	100	98.0	500	473	94.7	100
		ND		2.75	110			49.0	98.0			469	93.9	
		ND		1.81	72.4			46.5	92.9			501	100	
		ND		2.50	100			45.5	91.1			525	105	
		ND		2.61	104			53.5	107			520	104	
		ND		1.81	72.4			49.3	98.6			517	103	
		ND												
18	二噁英类毒性当量	ND	2.5	2.5	99.0	99.0	50	48	96.4	99.4	501	510	102	100

序号	化合物简称	样品质量分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标量	加标样品质量分数	回收率 (%)	平均回收率 (%)
	质量分数 (ng TEQ/kg)	ND		2.3	92.5			49	99.0			493	98.4	
		ND		2.4	95.2			50	100			504	101	
		ND		2.5	100			50	99.3			499	99.6	
		ND		2.6	105			50	101			507	101	
		ND		2.6	102			50	101			497	99.1	

表 5-26 海洋沉积物样品加标测试数据

序号	化合物简称	样品质量 分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标 量	加标样品 质量分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.22	88.0	96.0	5.0	4.6	92.2	97.6	50	49	98.0	101
		ND		0.24	96.0			4.7	93.4			50	99.0	
		ND		0.24	96.0			5.1	102			52	104	
		ND		0.23	92.0			4.7	94.2			51	101	
		ND		0.24	96.0			5.1	102			51	102	
		ND		0.27	108			5.1	102			51	102	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.34	107	101	25	22.8	91.1	93.0	250	254	102	99.8
		ND		1.32	106			22.2	88.9			239	95.4	
		ND		1.07	85.6			23.4	93.4			245	97.9	
		ND		1.44	115			24.8	99.1			248	99.3	
		ND		1.14	91.2			22.8	91.4			246	98.2	
		ND		1.27	102			23.6	94.3			265	106	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.22	97.6	99.3	25	23.2	92.9	95.5	250	236	94.3	99.0
		ND		1.30	104			24.0	96.1			236	94.2	
		ND		1.19	95.2			24.4	97.5			255	102	
		ND		1.18	94.4			23.2	92.8			243	97.1	
		ND		1.42	114			22.8	91.2			255	102	
		ND		1.14	91.2			25.6	102			261	104	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.44	115	101	25	24.0	95.8	100	250	264	106	99.0

序号	化合物简称	样品质量 分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标 量	加标样品 质量分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)
		ND		1.26	101			23.5	94.0			237	94.6	
		ND		1.19	95.2			25.6	102			241	96.4	
		ND		1.16	92.8			26.4	106			246	98.2	
		ND		1.18	94.4			24.3	97.1			253	101	
		ND		1.35	108			26.7	107			245	98.0	
		ND		1.28	102			24.8	99.2			255	102	
		ND		1.15	92.0			26.5	106			259	104	
		ND		1.15	92.0			24.3	97.2			239	95.4	
		ND		1.09	87.2			23.6	94.6			236	94.2	
		ND		1.12	89.6			23.2	92.6			244	97.4	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.39	111	95.7	25	24.3	97.3	97.8	250	255	102	99.1
		ND		1.14	91.2			23.7	95.0			238	95.2	
		ND		1.44	115			23.7	94.6			235	94.0	
		ND		1.17	93.6			25.1	100			250	99.9	
		ND		1.13	90.4			25.9	104			253	101	
		ND		1.44	115			24.8	99.1			247	98.6	
		ND		1.09	87.2			22.8	91.2			263	105	
		ND		1.22	97.6			23.9	95.6			243	97.0	
		ND		1.13	90.4			24.7	98.8			252	101	
		ND		1.39	111			22.2	88.7			242	96.9	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.42	114	98.8	25	22.4	89.6	97.3	250	238	95.1	99.0
		ND		1.22	97.6			23.9	95.6			243	97.0	
		ND		1.13	90.4			24.7	98.8			252	101	
		ND		1.39	111			22.2	88.7			242	96.9	
		ND		1.42	114			22.4	89.6			238	95.1	
		ND		1.22	97.6			23.9	95.6			243	97.0	
		ND		1.13	90.4			24.7	98.8			252	101	
		ND		1.39	111			22.2	88.7			242	96.9	
		ND		1.42	114			22.4	89.6			238	95.1	
		ND		1.22	97.6			23.9	95.6			243	97.0	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.13	90.4	102	25	24.7	98.8	96.4	250	252	101	96.9
		ND		1.39	111			22.2	88.7			242	96.9	
		ND		1.42	114			22.4	89.6			238	95.1	
		ND		1.22	97.6			23.9	95.6			243	97.0	
		ND		1.13	90.4			24.7	98.8			252	101	
		ND		1.39	111			22.2	88.7			242	96.9	
		ND		1.42	114			22.4	89.6			238	95.1	
		ND		1.22	97.6			23.9	95.6			243	97.0	
		ND		1.13	90.4			24.7	98.8			252	101	
		ND		1.39	111			22.2	88.7			242	96.9	

序号	化合物简称	样品质量 分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标 量	加标样品 质量分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)
		ND		1.07	85.6			25.7	103			243	97.0	
		ND		1.39	111			25.7	103			236	94.4	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.09	87.2	103	25	22.5	89.8	98.1	250	263	105	100
		ND		1.27	102			25.7	103			258	103	
		ND		1.30	104			25.0	100			254	102	
		ND		1.43	114			26.3	105			247	98.8	
		ND		1.20	96.0			23.1	92.5			237	94.6	
		ND		1.43	114			24.6	98.3			248	99.2	
		ND												
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.39	111	96.5	25	24.9	99.6	99.6	250	254	102	102
		ND		1.30	104			24.2	96.9			259	104	
		ND		1.13	90.4			24.6	98.3			252	101	
		ND		1.16	92.8			25.4	102			242	96.7	
		ND		1.14	91.2			25.9	104			262	105	
		ND		1.12	89.6			24.4	97.7			256	102	
		ND												
10	O ₈ CDF	ND	2.5	1.70	68.0	92.1	50	47.0	94.0	104	500	470	93.9	99.7
		ND		2.00	80.0			54.2	108			517	103	
		ND		2.47	98.8			52.3	105			535	107	
		ND		2.66	106			54.8	110			490	98.0	
		ND		2.36	94.4			51.6	103			504	101	
		ND		2.63	105			50.8	102			475	95.1	
		ND												
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.23	92.0	96.7	5.0	5.2	104	98.2	50	52	103	101

序号	化合物简称	样品质量 分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标 量	加标样品 质量分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)
		ND		0.26	104			5.1	102			50	99.0	
		ND		0.24	96.0			4.9	97.4			49	97.4	
		ND		0.24	96.0			4.9	98.4			52	103	
		ND		0.22	88.0			4.6	92.2			51	102	
		ND		0.26	104			4.8	95.2			51	101	
12	1,2,3,7,8-P ₃ CDD	ND	1.25	1.27	102	106	25	23.7	95.0	98.0	250	264	105	97.9
		ND		1.44	115			22.8	91.0			244	97.4	
		ND		1.20	96.0			22.8	91.1			236	94.2	
		ND		1.29	103			26.2	105			243	97.1	
		ND		1.44	115			25.7	103			238	95.0	
		ND		1.32	106			25.8	103			246	98.2	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.19	95.2	93.6	25	22.3	89.2	94.0	250	264	106	99.9
		ND		1.27	102			23.1	92.4			246	98.4	
		ND		1.11	88.8			26.6	106			239	95.4	
		ND		1.09	87.2			22.5	89.9			239	95.6	
		ND		1.17	93.6			22.3	89.0			248	99.1	
		ND		1.19	95.2			24.3	97.2			263	105	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.40	112	102	25	23.2	92.8	101	250	252	101	100
		ND		1.13	90.4			25.8	103			261	104	
		ND		1.32	106			26.0	104			259	104	
		ND		1.29	103			25.1	100			259	103	

序号	化合物简称	样品质量 分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标 量	加标样品 质量分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)
		ND		1.34	107			26.8	107			238	95.2	
		ND		1.14	91.2			24.1	96.4			240	96.1	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.31	105	97.1	25	23.8	95.4	101	250	240	95.8	100
		ND		1.11	88.8			26.3	105			242	96.9	
		ND		1.21	96.8			26.9	108			264	105	
		ND		1.11	88.8			26.1	104			251	101	
		ND		1.29	103			26.2	105			247	98.6	
		ND		1.25	100			22.1	88.5			261	104	
		ND												
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.39	111	102	25	26.0	104	101	250	251	100	101
		ND		1.11	88.8			24.5	98.1			256	102	
		ND		1.45	116			25.3	101			246	98.4	
		ND		1.35	108			25.9	104			243	97.2	
		ND		1.18	94.4			25.2	101			255	102	
		ND		1.17	93.6			24.5	97.8			260	104	
		ND												
17	O ₈ CDD	ND	2.5	2.63	105	83.9	50	53.1	106	102	500	467	93.5	101
		ND		2.13	85.2			51.2	102			514	103	
		ND		2.18	87.2			50.5	101			500	100	
		ND		1.79	71.6			46.4	92.8			478	95.6	
		ND		2.13	85.2			51.2	102			531	106	
		ND		1.72	68.8			54.2	108			534	107	
		ND												
18	二噁英类毒性当量	ND	2.5	2.5	100	101	50	48	95.4	97.5	501	503	100	99.1

序号	化合物简称	样品质量 分数 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标 量	加标样品 质量分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	加标 量	加标样 品质量 分数	回收率 (%)	平均回收 率 (%)
	质量分数 (ng TEQ/kg)	ND		2.6	104			48	96.5			488	97.4	
		ND		2.4	96.4			49	97.3			493	98.5	
		ND		2.4	97.7			49	98.8			492	98.2	
		ND		2.6	105			49	97.3			495	98.8	
		ND		2.5	100			50	99.9			507	101	

5.9.3.3 有证标准物质的测定

取 6 份有证标准物质（WMS-01），添加提取内标：500 pg~1000 pg（四氯代~七氯代二噁英类为 500 pg，八氯代二噁英类为 1000 pg），样品经加压流体萃取、样品自动净化系统净化，将浓缩样品分别加入 500 pg 进样内标，定容至 30 μ l，制备后的样品经仪器测定分析，具体结果见表 5-27。实验结果显示，有证标准物质测定结果均在参考值范围内，相对误差范围为-11%~6.6%。

表 5-27 有证标准物质测定结果

序号	化合物简称	测定结果 (ng/kg)	平均值 (ng/kg)	有证标准物质 质量分数 (ng/kg)	相对误差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	61.2	51.2	52.5 $\pm$ 16	-2.4
		49.6			
		55.8			
		40.8			
		57.2			
		42.9			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	9.6	12.5	12.6 $\pm$ 5.0	-0.9
		14.2			
		15.3			
		9.8			
		13.8			
		12.2			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	19.5	18.0	18.5 $\pm$ 6.1	-2.5
		18.3			
		16.7			
		17.8			
		18.3			
		17.6			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	61.5	59.8	67.3 $\pm$ 24	-11
		61.3			
		61.6			
		66.7			
		50.4			
		57.5			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	18.8	18.1	20.3 $\pm$ 8.7	-11
		19.2			
		16.8			
		16.3			
		16.2			
		21.4			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	15.2	15.4	16 $\pm$ 8.0	-4.1

序号	化合物简称	测定结果 (ng/kg)	平均值 (ng/kg)	有证标准物质 质量分数 (ng/kg)	相对误差 (%)
		17.3			
		18.3			
		12.2			
		15.7			
		13.3			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	2.7	2.85	2.68±4.0	6.2
		3.3			
		4.2			
		2.0			
		2.4			
		2.4			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	282.6	295	299±73	-1.3
		271.1			
		305.6			
		287.7			
		315.5			
		308.0			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	15.2	14.5	15.1±4.6	-3.8
		15.4			
		13.6			
		16.6			
		12.6			
		13.8			
10	O ₈ CDF	525.3	467	509±157	-8.3
		376.5			
		419.6			
		376.0			
		578.5			
		524.8			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	13.3	17.0	17.7±5.6	-4.0
		22.0			
		21.8			
		18.1			
		14.4			
		12.4			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	8.0	8.5	7.96±2.8	6.6
		7.0			
		6.4			
		10.4			
		9.0			
		10.1			

序号	化合物简称	测定结果 (ng/kg)	平均值 (ng/kg)	有证标准物质 质量分数 (ng/kg)	相对误差 (%)
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	8.9	8.4	8.66±2.7	-3.2
		6.7			
		7.8			
		9.8			
		7.8			
		9.3			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	22.1	20.8	20.8±4.8	0.2
		22.8			
		22.6			
		19.0			
		17.8			
		20.7			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	22.2	16.7	17.3±8.0	-3.5
		16.1			
		11.8			
		12.8			
		17.5			
		19.8			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	326.6	310	293±63	5.8
		336.4			
		267.7			
		311.6			
		321.4			
		296.2			
17	O ₈ CDD	1678.5	1955	1899±456	3.0
		2174.3			
		2277.4			
		1790.3			
		1681.8			
		2130.0			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	/	58.8	60.6	-2.9

5.9.3.4 污染样品的测试

取 6 份受固废焚烧飞灰污染厂界土壤，添加提取内标：500 pg~1000 pg（四氯代~七氯代二噁英类为 500 pg，八氯代二噁英类为 1000 pg），样品经盐酸处理、萃取、索提、样品自动净化系统净化，将浓缩样品分别加入 500 pg 进样内标，定容至 30 µl，制备后的样品经

仪器测定分析，具体结果见表 5-28。实验结果显示，2,3,7,8-氯代二噁英类相对标准偏差范围为 1.5%~15.6%，二噁英类毒性当量质量分数相对标准偏差为 1.7%。

表 5-28 污染场地土壤样品测试结果统计表

序号	化合物简称	测定结果 (ng/kg)						均值	标准偏差	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	66.9	68.4	68.2	68.6	66.7	69.3	68.0	1.0	1.5
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	108	118	109	114	117	116	114	4.3	3.7
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	377	360	332	360	351	332	352	17.6	5.0
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	223	246	232	232	241	232	234	8.2	3.5
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	236	243	252	238	245	244	243	5.6	2.3
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	450	489	497	459	484	495	479	19.7	4.1
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	179	218	204	174	215	190	197	18.5	9.4
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	594	562	578	595	563	582	579	14.2	2.5
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	110	96.4	92.5	112	104	106	104	7.7	7.5
10	O ₈ CDF	147	141	137	140	149	140	142	4.7	3.3
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	6.8	4.7	4.4	5.6	5.5	5.3	5.4	0.8	15.6
12	1,2,3,7,8-P ₃ CDD	47.1	40.3	47.4	46.8	46.8	49.9	46.4	3.2	6.9
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	49.7	52.2	55.2	56.8	45.8	58.6	53.1	4.8	9.0
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	80.3	78.8	80.1	82.6	78.0	82.6	80.4	1.9	2.4
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	70.6	73.0	66.4	68.7	69.4	67.7	69.3	2.3	3.3
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	295	302	293	309	303	294	299	6.4	2.1
17	O ₈ CDD	236	246	266	247	267	231	248	15.1	6.1
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	370	368	355	363	365	356	363	6.1	1.7

5.10 质量保证和质量控制

5.10.1 空白试验

二噁英类是超痕量有机污染物，消除实验器皿、试剂、材料和样品基质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。接触过高浓度样品的玻璃器皿可使用高温灼烧的方法去除干扰。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 个样品或每批次样品（少于 20 个）至少分析 1 个实验室空白。实验室空白中四氯代~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。

5.10.2 仪器性能的检查

样品分析按一定周期或频次（每 24 h 或每批样品至少 1 次）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。

5.10.3 仪器检出限

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。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，解决后重新测定，使其满足要求。实验室应经常对仪器进行检查，当改变测量条件时应确认仪器检出限没有出现异常。

5.10.4 标准曲线

校准系列各质量点目标化合物相对于提取内标的平均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、飞行管道等涉部件进行维护，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_7CDF 、 O_8CDF 、 $^{13}C_{12}-O_8CDD$ 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 日建立的曲线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_7CDF 及 $^{13}C_{12}-O_8CDD$ 的质量浓度相对误差大于 $\pm 35\%$ ，具体结果见表 5-29~表 5-31。在近几年对全国部分二噁英实验室检查时候发现，由于原标准中对于标准曲线的制作没有明确规定，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 1 a，甚至有使用 4 a 未作曲线的，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，本标准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。

表 5-29 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 5-30 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 5-31 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

5.10.5 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 5-32。

表 5-32 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	相对 误差 (%)	测定值	相对 误差 (%)	测定值	相对 误差 (%)	测定值	相对 误差 (%)	测定值	相对 误差 (%)	测定值	相对 误差 (%)	测定值	相对 误差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	2.00	2.12	6.0	2.03	1.5	2.21	11	2.06	3.0	1.85	-7.5	1.95	-2.5	2.03	1.5
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	10.0	10.5	5.0	10	0.0	10.4	4.0	10.2	2.0	10.2	2.0	10.4	4.0	9.54	-4.6
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	10.0	9.83	-1.7	10.8	8.0	9.53	-4.7	9.93	-0.7	10.1	1.0	9.75	-2.5	9.62	-3.8
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	10.0	10.8	8.0	9.66	-3.4	9.79	-2.1	10.5	5.0	10.1	1.0	10.9	9.0	9.55	-4.5
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	10.0	9.56	-4.4	9.7	-3.0	9.78	-2.2	10.6	6.0	10.7	7.0	10.7	7.0	9.58	-4.2
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	10.0	9.73	-2.7	9.55	-4.5	9.81	-1.9	10.8	8.0	10.7	7.0	10.8	8.0	9.79	-2.1
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	10.0	9.57	-4.3	9.6	-4.0	10.1	1.0	10.2	2.0	9.88	-1.2	10.2	2.0	10.8	8.0
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	10.0	10.7	7.0	9.72	-2.8	10.7	7.0	9.85	-1.5	10.5	5.0	9.52	-4.8	10.9	9.0
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	10.0	9.47	-5.3	10.9	9.0	9.54	-4.6	10.2	2.0	9.78	-2.2	10.5	5.0	9.73	-2.7
10	O ₈ CDF	20.0	18.9	-5.5	20.3	1.5	18.2	-9.0	20.9	4.5	18.3	-8.5	21.2	6.0	21.8	9.0
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	2.00	2.03	1.5	1.89	-5.5	2.03	1.5	2.21	10	1.85	-7.5	2.13	6.5	2.06	3.0
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	10.0	9.52	-4.8	9.55	-4.5	10.6	6.0	10.9	9.0	10.1	1.0	9.94	-0.6	10.4	4.0
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	10.0	10.3	3.0	10.2	2.0	10.6	6.0	10.8	8.0	10.9	9.0	9.95	-0.5	10.2	2.0
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	10.0	10.6	6.0	10.5	5.0	9.52	-4.8	10.1	1.0	9.78	-2.2	9.88	-1.2	11.1	11
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	10.0	9.81	-1.9	10.6	6.0	10.2	2.0	10.1	1.0	10.7	7.0	10.5	5.0	10.8	8.0
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	10.0	9.53	-4.7	10.2	2.0	10.3	3.0	9.84	-1.6	9.69	-3.1	9.64	-3.6	10.5	5.0
17	O ₈ CDD	20.0	19.4	-3.0	19.9	-0.5	18.2	-9.0	18.1	-9.5	18.8	-6.0	18.4	-8.0	21.3	6.5

如表 5-32 可知，校准曲线所有化合物的质量浓度相对误差为-9.5%~11%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±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。

5.10.6 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二噁英类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。

5.10.7 提取内标回收率

分析过程中应始终对提取内标的回收率进行确认。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，必要时重新进行提取和净化操作，6 家验证实验室同位素提取内标加标回收率数据汇总表见表 5-33。参考现行 HJ 77.4-2008、方法建立和 6 家实验室验证过程中同位素内标回收率的数据范围，提取内标回收率应满足表 5-34 要求，否则应查找原因，直至回收率满足要求，才能进行样品分析定量。

表 5-33 6 家实验室提取内标回收率汇总表

序号	提取内标	回收率范围（%）
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	29.6~148
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	26.7~156
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	23.6~150
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	39.0~131
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	41.0~129
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	33.4~134
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	33.9~131
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	28.7~142
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	27.7~136
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	39.5~147
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	25.8~158
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	37.1~138
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	39.1~129
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	31.5~139
15	¹³ C ₁₂ -O ₈ CDD	21.0~152

表 5-34 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 CDF	25~155
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	25~160
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₃ CDF	20~155
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	35~135
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	35~135
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	30~140
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	30~135
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	25~145
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	25~145
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	35~150
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₃ CDD	25~165
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	35~145
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	35~135
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	25~145
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	20~155

5.10.8 平行样

平行样的测定可以作为方法精密度的质控手段。根据 6 家实验室的方法验证统计数据, 2,3,7,8-氯代二噁英类实验室内相对标准偏差为 1.4%~37%, 实验室间相对标准偏差为 3.4%~23%, 二噁英类毒性当量质量分数实验室内相对标准偏差为 0.73%~11%, 实验室间相对标准偏差为 8.5%~12%, 结合 6 家实验室的方法验证统计数据、全国土壤状况详查的质控要求及原标准 HJ 77.4-2008 的规定, 最终平行样的测定规定为, 每 20 个样品或每批次样品 (少于 20 个) 应至少分析 1 个平行样, 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%。

5.10.9 正确度测定

每 20 个样品或每批次样品 (少于 20 个) 至少分析 1 个土壤或沉积物有证标准物质, 有证标准物质的测定结果应在其证书提供的参考值范围内。实验室也可以考虑使用基体加标方式进行正确度质量控制, 但由于实际土壤基体中不同目标化合物浓度分布差异较大, 不同二噁英同类物基体加标量很难控制, 虽然可以采用试剂提取后加标均质等方法取得浓度分布较为均匀的土壤基质样品, 但操作较为困难, 因此本标准不建议采用基体加标方式进行质量控制。

6 方法比对

6.1 方法比对方案

6.1.1 比对方法的选择

目前,国家生态环境保护标准中关于土壤和沉积物中二噁英类的测定有《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》(HJ 77.4-2008)和《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》(HJ 650-2013)两项。其中 HJ 650-2013 只适用于土壤和沉积物中二噁英类的初步筛查,对于事故仲裁、建设项目评价及验收等还需采用 HJ 77.4-2008 高分辨质谱法。HJ 77.4-2008 标准方法的准确度高、选择性强、抗干扰,为生态环境风险管控标准引用的方法标准,也是当前唯一的法定最终裁定技术。因此,标准编制组选择 HJ 77.4-2008 标准方法为比对方法,与 HJ 77.4 修订后的方法体系为新方法进行比对。

6.1.2 比对样品的基本情况

从实验室已有的样品中分别筛选出 7 组含量水平相近的工业用地调查土壤样品和河流沉积物样品,分别采用 HJ 77.4-2008 标准方法和 HJ 77.4 修订后的方法体系进行测定。

6.1.3 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,根据新方法与比对方法,对每个含量的土壤和沉积物样品分别进行平行双样测定,平行双样测定的二噁英类毒性当量质量分数平均值分别记做新方法的测定值(A)和比对方法测定值(B),对测定结果进行配对差值(d)计算,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, 则两种方法的测定结果有显著差异,反之,则两种方法的测定结果无显著差异。

6.2 方法比对过程及结论

6.2.1 方法比对试验数据汇总

分别对 7 组含量水平相近的工业用地调查土壤样品和河流沉积物样品分别采用 HJ 77.4-2008 标准方法和 HJ 77.4 修订后的方法体系分别进行平行双样测定。比对方法采用索氏提取,提取液选择多层硅胶柱净化和活性炭硅胶柱净化,采用高分辨气相色谱-高分辨质谱

仪检测。新方法采用加压流体萃取，提取液选择样品自动净化系统净化分离，采用高分辨气相色谱-高分辨质谱仪检测，将计算得到二噁英类毒性当量质量分数平均值汇总，详见表 6-1 和表 6-2。对每组样品的测定结果进行配对差值计算，将获得配对差值的算术平均值，及配对差值的标准差。详见表 6-3 和表 6-4 按照公式（12）计算检验统计量。

表 6-1 土壤样品比对方法数据汇总

单位: ng TEQ/kg

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	
		新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)
1	2,3,7,8- T ₄ CDF	0.3221	0.1780	0.9562	1.1186	0.4543	0.3589	0.4541	0.3860	0.5553	0.5583	0.0215	0.0217	0.2331	0.1744
2	1,2,3,7,8- P ₅ CDF	0.8849	0.8849	1.2128	0.9833	0.8587	0.9233	1.1769	1.0483	0.8403	0.7066	0.3720	0.3322	0.9013	0.7390
3	2,3,4,7,8- P ₅ CDF	0.2544	0.2634	0.1772	0.1770	0.1691	0.1620	0.2445	0.2301	0.1740	0.1694	0.1214	0.1430	0.1620	0.1546
4	1,2,3,4,7,8- H ₆ CDF	0.6225	0.5927	0.4210	0.3530	0.4742	0.4559	0.4851	0.5139	0.4103	0.3373	0.3398	0.3344	0.3556	0.3933
5	1,2,3,6,7,8- H ₆ CDF	0.4625	0.4517	0.4445	0.3763	0.3667	0.3644	0.6123	0.6229	0.4546	0.4949	1.2031	1.2304	0.3295	0.3899
6	2,3,4,6,7,8- H ₆ CDF	0.5463	0.5378	0.3172	0.2685	0.3623	0.3589	0.8936	0.9132	0.6328	0.6380	1.4593	1.5320	0.5005	0.4887
7	1,2,3,7,8,9- H ₆ CDF	0.1238	0.1210	0.2944	0.2644	0.1644	0.1660	2.4488	2.4585	1.4863	1.5612	4.5859	4.5804	1.2556	1.2531
8	1,2,3,4,6,7,8 -H ₇ CDF	0.1210	0.1267	0.8254	0.6318	0.2713	0.2858	0.4360	0.4526	0.3848	0.4230	0.0318	0.0321	0.1746	0.1599
9	1,2,3,4,7,8,9 -H ₇ CDF	0.1612	0.1632	0.5426	0.4249	0.2351	0.2458	0.2596	0.2607	0.2253	0.2462	0.0408	0.0440	0.1583	0.1555
10	O ₈ CDF	3.1350	3.0066	3.2817	2.5454	3.3621	3.6162	2.3993	2.3047	2.0025	2.1050	0.1995	0.1673	3.0673	3.0327

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	
		新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)
11	2,3,7,8- T ₄ CDD	0.8262	0.8172	1.0193	0.9677	0.9132	0.9132	0.7834	0.7856	0.6619	0.6303	0.1207	0.1182	0.7088	0.6836
12	1,2,3,7,8- P ₅ CDD	0.8508	0.8689	0.6628	0.5562	0.8402	0.8426	0.5495	0.5502	0.4506	0.4520	0.0765	0.0821	0.6700	0.7238
13	1,2,3,4,7,8- H ₆ CDD	1.1834	1.1370	0.3829	0.3423	0.9818	1.0163	0.5465	0.5495	0.4221	0.4781	0.0534	0.0475	0.9326	0.9267
14	1,2,3,6,7,8- H ₆ CDD	0.3986	0.3980	0.0961	0.1078	0.3658	0.3492	0.2982	0.2982	0.2403	0.2565	0.0265	0.0247	0.3183	0.2927
15	1,2,3,7,8,9- H ₆ CDD	0.4487	0.4572	0.1930	0.1854	0.3562	0.3617	0.1603	0.1692	0.1277	0.1467	0.0365	0.0364	0.4013	0.3832
16	1,2,3,4,6,7,8 -H ₇ CDD	0.0669	0.0675	0.0108	0.0098	0.0507	0.0603	0.0307	0.0305	0.0219	0.0263	0.0053	0.0043	0.0500	0.0497
17	O ₈ CDD	0.0353	0.0344	0.0037	0.0038	0.0703	0.0725	0.0101	0.0102	0.0086	0.0100	0.0021	0.0021	0.0286	0.0270
18	二噁英类毒 性当量质量 分数	10.4	10.1	10.8	9.3	10.3	10.6	11.8	11.6	9.1	9.2	8.7	8.7	10.2	10.0

表 6-2 沉积物样品比对方法数据汇总

单位: ng TEQ/kg

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	
		新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)
1	2,3,7,8- T ₄ CDF	0.0563	0.0598	0.1892	0.1675	0.1448	0.1078	0.1664	0.1942	0.3167	0.3316	0.3800	0.2852	0.0113	0.0097
2	1,2,3,7,8- P ₅ CDF	0.1440	0.1560	0.2396	0.2867	0.2611	0.2543	0.3620	0.3319	0.3634	0.3506	0.3636	0.4764	0.0339	0.0417
3	2,3,4,7,8- P ₅ CDF	0.0565	0.0493	0.0779	0.0605	0.0526	0.0504	0.0730	0.0654	0.0561	0.0540	0.0734	0.0842	0.0167	0.0164
4	1,2,3,4,7,8- H ₆ CDF	0.0696	0.0846	0.1558	0.1118	0.0940	0.0887	0.1241	0.1083	0.1177	0.1126	0.1263	0.1468	0.0241	0.0275
5	1,2,3,6,7,8- H ₆ CDF	0.0945	0.1048	0.1270	0.1119	0.1330	0.1373	0.1719	0.1717	0.1190	0.1113	0.1205	0.1616	0.0383	0.0377
6	2,3,4,6,7,8- H ₆ CDF	0.3578	0.3123	0.1996	0.1774	0.2049	0.2236	0.2954	0.2681	0.1018	0.0979	0.0912	0.1174	0.2128	0.2236
7	1,2,3,7,8,9- H ₆ CDF	1.9787	1.7834	0.2159	0.2725	0.8244	0.8226	0.7645	0.6832	0.1053	0.1033	0.1339	0.1373	2.8561	3.0011
8	1,2,3,4,6,7,8 -H ₇ CDF	0.0099	0.0114	0.0798	0.0896	0.1101	0.1066	0.1188	0.0942	0.2439	0.2356	0.2966	0.2328	0.0035	0.0042
9	1,2,3,4,7,8,9 -H ₇ CDF	0.0080	0.0096	0.0561	0.0550	0.0803	0.0832	0.0696	0.0638	0.1175	0.1131	0.1422	0.1411	0.0036	0.0037
10	O ₈ CDF	0.2372	0.2176	0.7267	0.6489	0.5922	0.5528	0.6894	0.5455	0.9706	0.8977	0.9957	1.0727	0.0250	0.0343

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	
		新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)	新方法 (A)	比对方 法 (B)
11	2,3,7,8- T ₄ CDD	0.0225	0.0328	0.2744	0.3012	0.2117	0.2185	0.1997	0.1840	0.2212	0.2095	0.2530	0.3044	0.0113	0.0135
12	1,2,3,7,8- P ₅ CDD	0.0185	0.0178	0.1608	0.1819	0.1629	0.1726	0.1323	0.1501	0.1736	0.1706	0.1754	0.1910	0.0087	0.0088
13	1,2,3,4,7,8- H ₆ CDD	0.0186	0.0270	0.2205	0.2179	0.1190	0.1178	0.1213	0.1120	0.1577	0.1510	0.1335	0.1418	0.0026	0.0067
14	1,2,3,6,7,8- H ₆ CDD	0.0101	0.0177	0.1011	0.1166	0.0424	0.0427	0.0898	0.0834	0.0419	0.0475	0.0417	0.0900	0.0006	0.0018
15	1,2,3,7,8,9- H ₆ CDD	0.0179	0.0202	0.0934	0.0882	0.0561	0.0566	0.0576	0.0529	0.0557	0.0518	0.0506	0.0724	0.0044	0.0040
16	1,2,3,4,6,7,8 -H ₇ CDD	0.0013	0.0023	0.0248	0.0239	0.0052	0.0064	0.0050	0.0059	0.0058	0.0062	0.0058	0.0058	0.0001	0.0001
17	O ₈ CDD	0.0010	0.0014	0.0285	0.0299	0.0033	0.0032	0.0053	0.0044	0.0060	0.0055	0.0066	0.0067	0.0003	0.0003
18	二噁英类毒 性当量质量 分数	3.1	2.9	3.0	2.9	3.1	3.0	3.4	3.1	3.2	3.0	3.4	3.7	3.3	3.4

表 6-3 土壤样品比对方法配对测定记录表

单位: ng TEQ/kg

样品 编号	新方法 (A)	比对方法 (B)	配对差值	配对差值 平均值($\bar{d}$)	配对差值的 标准偏差 S_d	t 值
1	10.4	10.1	0.3	0.26	0.60	1.18
2	10.8	9.3	1.5			
3	10.3	10.6	-0.3			
4	11.8	11.6	0.2			
5	9.1	9.2	-0.1			
6	8.7	8.7	0.0			
7	10.2	10.0	0.2			

表 6-4 沉积物样品比对方法配对测定记录表

单位: ng TEQ/kg

样品 编号	新方法 (A)	比对方法 (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
1	3.1	2.9	0.2	0.07	0.21	0.92
2	3.0	2.9	0.1			
3	3.1	3.0	0.1			
4	3.4	3.1	0.3			
5	3.2	3.0	0.2			
6	3.4	3.7	-0.3			
7	3.3	3.4	-0.1			

6.2.2 方法比对结论

如表 6-3~表 6-4 所示, 7 组土壤样品的测定结果配对检验 t 值=1.18< $t_{6,0.95}$ =2.45, 7 组沉积物样品数据的配对检验 t 值=0.92< $t_{6,0.95}$ =2.45, 结果表明, 双侧检验 $P>0.05$, 两种方法的测定结果无显著性差异, 新方法稳定、可靠, 能满足定量分析要求。新修订标准依旧适用于土壤与沉积物中二噁英类的测定, 具体包括但不限于全国区域土壤背景、农田土壤环境、建设项目土壤环境评价、土壤污染事故以及河流、湖泊与海洋沉积物的环境调查中的二噁英类测定。

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 家有资质的实验室进行验证。根据影响方法准确度的主要因素和数理统计学的要求，编制方法验证报告，验证数据主要包括检出限、测定下限、精密度、正确度以及有证标准物质验证等。

7.1 验证单位概况

参与方法验证的单位、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。

表 7-1 参加验证的人员情况登记表

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 验证单位的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	风干+索氏提取+全自动 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	冷冻干燥+加压流体萃取 +多层硅胶净化+活性炭	Thermo Fisher DFS	BPX-DXN (60 m×0.25 mm×0.25 μm)

序号	验证单位	前处理方式	质谱品牌及型号	色谱柱规格
		硅胶净化		
3	湖北省生态环境监测中心站	冷冻干燥+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	冷冻干燥+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)
5	浙江省宁波生态环境监测中心	冷冻干燥+快速溶剂萃取仪+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	风干+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)

7.2 方法验证方案

7.2.1 方法检出限、测定下限验证

称取 7 份 10.0 g 的石英砂,空白石英砂中目标化合物均未检出,添加 2.50 ng TEQ/kg (加标质量分数: 四氯代二噁英类为 0.250 ng/kg, 五氯代~七氯代二噁英类为 1.25 ng/kg, 八氯代二噁英类为 2.50 ng/kg), 仪器测定后按照 HJ 168-2020 计算方法检出限, 以 6 家验证实验室及标准编制单位实验室检出限测定值中的最大值作为本方法的方法检出限。以 4 倍检出限为目标化合物的测定下限。

7.2.2 方法准确度

分别称取 6 份 10.0 g 的空白石英砂、土壤样品和沉积物样品进行精密度测定。样品中目标化合物均未检出, 分别按照低、中、高 3 种浓度进行加标, 二噁英类标准物质加标毒性当量质量分数分别为: 低浓度加标毒性当量质量分数 2.50 ng TEQ/kg (加标质量分数: 四氯代二噁英类为 0.250 ng/kg, 五氯代~七氯代二噁英类为 1.25 ng/kg, 八氯代二噁英类为 2.50 ng/kg); 中浓度加标毒性当量质量分数 50.0 ng TEQ/kg (加标质量分数: 四氯代二噁英类为 5.00 ng/kg, 五氯代~七氯代二噁英类为 25.0 ng/kg, 八氯代二噁英类为 50.0 ng/kg); 高浓度加标毒性当量质量分数 501 ng TEQ/kg (加标质量分数: 四氯代二噁英类为 50.0 ng/kg, 五氯代~七氯代二噁英类为 250 ng/kg, 八氯代二噁英类为 500 ng/kg), 再加入提取内标, 添加量为 500 pg~1000 pg (四氯代~七氯代二噁英类为 500 pg, 八氯代二噁英类为 1000 pg)。加标后, 按照本标准建立的方法体系进行样品提取、净化, 最后再加入 500 pg 进样内标, 定容至 30 μl, 仪器分析。分别计算各类型加标样品的平均值、标准偏差、相对标准偏差, 以及加标回收率。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, 以及加标回收率的均值及偏差。

选择沉积物有证标准物质 (WMS-01), 进行正确度实验。样品平行测定 6 次, 计算样品中各化合物的平均值、相对误差。

7.3 方法验证过程

筛选已通过《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》（HJ 77.4-2008）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、实际样品、有证标准物质和验证报告格式。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实验并反馈验证结果报告。在方法验证前，参加验证的操作人员应熟悉和掌握方法原理、操作步骤及流程。方法验证过程中所用的试剂和材料、仪器及设备与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。

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 方法确定检出限，6 家验证实验室使用石英砂进行空白试验，石英砂中均未检出目标化合物，根据 6 家验证实验室确定的方法检出限，选取最高值作为本标准的方法检出限。方法检出限和测定下限见表 7-3。

表 7-3 方法检出限和测定下限

序号	化合物名称	化合物简称	方法检出限 (ng/kg)	测定下限 (ng/kg)
1	2,3,7,8-四氯代二苯并呋喃	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.09	0.36
2	1,2,3,7,8-五氯代二苯并呋喃	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.5	2.0
3	2,3,4,7,8-五氯代二苯并呋喃	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.4	1.6
4	1,2,3,4,7,8-六氯代二苯并呋喃	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.4	1.6
5	1,2,3,6,7,8-六氯代二苯并呋喃	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.5	2.0
6	2,3,4,6,7,8-六氯代二苯并呋喃	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.5	2.0
7	1,2,3,7,8,9-六氯代二苯并呋喃	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.4	1.6
8	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	0.5	2.0
9	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	0.4	1.6
10	八氯代二苯并呋喃	O ₈ CDF	0.6	2.4
11	2,3,7,8-四氯代二苯并-对-二噁英	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.08	0.32
12	1,2,3,7,8-五氯代二苯并-对-二噁英	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.5	2.0
13	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	0.4	1.6
14	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	0.5	2.0
15	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	0.4	1.6
16	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	0.5	2.0
17	八氯代二苯并-对-二噁英	O ₈ CDD	0.7	2.8

本标准是多组分的分析方法，53%的目标化合物（2,3,4,7,8-P₅CDF、1,2,3,4,7,8-H₆CDF、1,2,3,7,8,9-H₆CDF、1,2,3,4,7,8,9-H₇CDF、O₈CDF、2,3,7,8-T₄CDD、1,2,3,4,7,8-H₆CDD、1,2,3,7,8,9-H₆CDD和O₈CDD）加标质量分数在3倍~5倍计算出的方法检出限的范围内，100%的目标化合物加标质量分数在1倍~10倍计算出的方法检出限的范围内，符合《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的相关规定。

本标准方法中规定仪器检出限的限值为四氯代、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。当样品取样量为10.0 g时，将仪器检出限的限值折算为质量分数，四氯代、五氯代二噁英类质量分数0.01 ng/kg，六氯代、七氯代二噁英类质量分数0.02 ng/kg，八氯代二噁英类质量分数0.05 ng/kg，低于方法检出限。

因此，最终的方法检出限确定为：当样品取样量为10 g，定容体积为30 μl时，2,3,7,8-氯代二噁英类的方法检出限为0.08 ng/kg~0.7 ng/kg，测定下限为0.32 ng/kg~2.8 ng/kg。方法检出限和测定下限见表7-3。

7.4.2 方法精密度

6家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg，五氯代~七氯代二噁英类1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg，八氯代二噁英类2.50 ng/kg、50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg的空白石英砂样品进行6次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类的实验室内相对标准偏差分别为5.2%~37%、1.6%~19%和1.6%~13%；实验室间相对标准偏差分别为7.9%~21%、6.4%~15%和4.2%~11%；重复性限分别为0.09 ng/kg~1.1 ng/kg、0.59 ng/kg~11 ng/kg和5.0 ng/kg~90 ng/kg；再现性限分别为0.16 ng/kg~1.5 ng/kg、1.0 ng/kg~15 ng/kg和7.4 ng/kg~147 ng/kg。二噁英类毒性当量质量分数的实验室内相对标准偏差分别为3.9%~8.4%、1.1%~5.4%和0.92%~4.0%；实验室间相对标准偏差分别为11%、12%和8.5%；重复性限分别为0.4 ng TEQ/kg、4.3 ng TEQ/kg和40 ng TEQ/kg；再现性限分别为0.8 ng TEQ/kg、17 ng TEQ/kg和122 ng TEQ/kg。

6家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg，五氯代~七氯代二噁英类1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg，八氯代二噁英类2.50 ng/kg、50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg的土壤样品进行6次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类的实验室内相对标准偏差分别为5.1%~34%、1.8%~15%和1.9%~12%；实验室间相对标准偏差分别为6.9%~23%、4.5%~15%和3.4%~11%；重复性限分别为0.08 ng/kg~1.2 ng/kg、0.74 ng/kg~9.1 ng/kg和4.8 ng/kg~72 ng/kg；再现性限分别为0.15 ng/kg~1.4 ng/kg、0.90 ng/kg~14 ng/kg和6.4 ng/kg~132 ng/kg。二噁英类毒性当量质量分数的实验室内相对标准偏差分别为3.4%~11%、2.3%~3.9%和0.77%~2.7%；实验室间相对标准偏差分别为11%、11%和8.6%；重复性限分别为0.5 ng TEQ/kg、4.9 ng TEQ/kg和27 ng TEQ/kg；再现性限分别为0.9 ng TEQ/kg、16 ng TEQ/kg和120 ng TEQ/kg。

6家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg，五氯代~七氯代二噁英类1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg，八氯代二噁英类2.50 ng/kg、

50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg 的沉积物样品进行 6 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类的实验室内相对标准偏差分别为 4.2%~34%、2.2%~17%和 1.4%~11%；实验室间相对标准偏差分别为 8.7%~22%、5.2%~13%和 4.3%~12%；重复性限分别为 0.10 ng/kg~1.2 ng/kg、0.66 ng/kg~11 ng/kg 和 5.8 ng/kg~83 ng/kg；再现性限分别为 0.18 ng/kg~1.5 ng/kg、0.98 ng/kg~13 ng/kg 和 8.0 ng/kg~141 ng/kg。二噁英类毒性当量质量分数的实验室内相对标准偏差分别为 4.1%~9.7%、2.4%~4.1%和 0.73%~3.2%；实验室间相对标准偏差分别为 11%、9.0%和 8.2%；重复性限分别为 0.5 ng TEQ/kg、5.1 ng TEQ/kg 和 35 ng TEQ/kg；再现性限分别为 0.9 ng TEQ/kg、14 ng TEQ/kg 和 117 ng TEQ/kg。

7.4.3 方法正确度

6 家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类 0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg，五氯代~七氯代二噁英类 1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg，八氯代二噁英类 2.50 ng/kg、50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg 的空白石英砂样品进行 6 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类的加标回收率范围分别为 70.0%~129%、81.4%~128%和 82.7%~115%；加标回收率最终值分别为 98.8%±24.4%~108%±21.2%、97.2%±20.0%~106%±31.6%和 96.4%±16.8%~99.9%±17.8%。二噁英类毒性当量质量分数的加标回收率范围分别为 86.2%~115%、86.1%~116%和 85.4%~107%；加标回收率最终值分别为 102%±21.6%、102%±23.8%和 98.3%±16.6%。

6 家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类 0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg，五氯代~七氯代二噁英类 1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg，八氯代二噁英类 2.50 ng/kg、50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg 的土壤样品进行 6 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类的加标回收率范围分别为 74.8%~137%、83.2%~122%和 80.6%~110%；加标回收率最终值分别为 99.0%±32.2%~114%±27.2%、96.6%±8.6%~103%±25.8%和 96.0%±16.2%~100%±16.4%。二噁英类毒性当量质量分数的加标回收率范围分别为 85.5%~121%、88.9%~115%和 85.5%~107%；加标回收率最终值分别为 105%±24.8%、102%±21.8%和 97.7%±16.8%。

6 家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类 0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg，五氯代~七氯代二噁英类 1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg，八氯代二噁英类 2.50 ng/kg、50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg 的沉积物样品进行 6 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 75.3%~137%、83.1%~124%和 80.5%~113%；加标回收率最终值分别为 98.7%±31.0%~110%±22.2%、97.7%±12.8%~104%±27.2%和 95.8%±24.0%~100%±17.6%。二噁英类毒性当量质量分数的加标回收率范围分别为 84.6%~118%、89.3%~112%和 87.6%~108%；加标回收率最终值分别为 102%±23.0%、101%±18.2%和 97.9%±16.0%。

6 家实验室分别对有证标准物质进行 6 次重复测定 2,3,7,8-氯代二噁英类的相对误差范围为-18%~49%；相对误差最终值为-9.8%±19.6%~34%±21.4%。二噁英类毒性当量质量分数的相对误差范围为-5.4%~3.9%；相对误差最终值为-1.2%±6.6%。

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，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，将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，共收到49条意见，采纳及原则采纳41条，占84%；未采纳8条，占16%。具体意见和处理情况见附件二。

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，能满足土壤和沉积物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. 标准文本中完善方法原理、注意事项和附录 G 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

无。

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、焚烧释放及项控制研究[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] 二噁英类对策特别措施法[R].1999.
- [15] 吴宇澄,骆永明,滕应,李振高.土壤中二噁英的污染现状及其控制与修复研究进展[J].土壤, 2006,38(5):509-516.
- [16] US Environmental Protection Agency. EPA Method 1613B Tetra- through Octa-Chlorinated Dioxins and Furans by Isotope Dilution HRGC/HRMS[S].US EPA, 1994.
- [17] US Environmental Protection Agency. EPA Method 23A Determination of Polychlorinated Dibenzo-p-dioxins and Polychlorinated Dibenzofurans from Municipal Waste Combustors[S].US EPA, 1996.
- [18] 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.
- [19] 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.
- [20] 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.
- [21] BS ISO. ISO 16000-12.Indoor air-Part 12: Sampling strategy for polychlorinated biphenyls (PCBs), polychlorinated dibenzo-p-dioxins (PCDDs), polychlorinated dibenzofurans (PCDFs) and polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs)[S]. ISO, 2008.
- [22] BS ISO. ISO 16000-13.Indoor air-Part 13: Determination of total (gas and particle-phase) polychlorinated dioxin-like biphenyls (PCBs) and polychlorinated dibenzo-p-dioxins/dibenzofurans (PCDDs/PCDFs)-Collection on sorbent-backed filters[S]. ISO, 2008.
- [23] 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.
- [24] 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.
- [25] 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.
- [26] 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.
- [27] BS ISO. ISO 18073.Water quality-Determination of tetra-to octa-chlorinated dioxins and furans -Method using isotope dilution HRGC/HRMS[S]. ISO, 2004.
- [28] 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.
- [29] US Environmental Protection Agency.EPA 4025.Screening for polychlorinated dibenzo-p-dioxins and polychlorinated dibenzofurans(PCDD/Fs) by immunoassay[S].US EPA, 2014.
- [30] 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.
- [31] 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.
- [32] 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.
- [33] 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.
- [34] 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.
- [35] 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.
- [36] Kanan Sofian, Samara Fatin. Dioxins and furans:A review from chemical and environmental perspectives[J]. Trends in Environmental Analytical Chemistry, 2018, 17: 1-13.
- [37] 中华人民共和国环境保护部.HJ 783-2016 土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法[S].北京:中国环境科学出版社,2015.
- [38] 中华人民共和国环境保护部,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[S].北京:中国环境科学出版社,2013.
- [39] 高丹,刘劲松,朱国华,巩宏平,周欣,王玲,莫卫民,李霖菲.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.

- [40] 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.

附件一：

方法验证报告

方法名称：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

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

项目负责人及职称：李沐霏 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：李沐霏 高级工程师

报告日期：2021 年 7 月 28 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 家有资质的实验室对《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》开展方法验证，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 参加验证的人员情况登记表

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 验证单位的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	风干+索氏提取+全自动净化系统	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	冷冻干燥+加压流体萃取+多层硅胶净化+活性炭	Thermo Fisher DFS	BPX-DXN (60 m×0.25 mm×0.25 μm)

序号	验证单位	前处理方式	质谱品牌及型号	色谱柱规格
		硅胶净化		
3	湖北省生态环境监测中心站	冷冻干燥+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	冷冻干燥+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)
5	浙江省宁波生态环境监测中心	冷冻干燥+快速溶剂萃取仪+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	风干+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	/
氢氧化钠	科密欧	/
盐酸	默克	/
活性炭	关东化学	/
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

称取 7 份 10.0 g 的空白石英砂，石英砂中均未检出目标化合物，添加毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg（加标质量分数：四氯代二噁英类为 0.250 ng/kg，五氯代~七氯代二噁英类为 1.25 ng/kg，八氯代二噁英类为 2.50 ng/kg），仪器测定后按照 HJ 168-2020 计算方法检出限，以 6 家验证实验室及标准制定单位实验室检出限测定值中的最大值作为本方法的方法检出限。以 4 倍检出限为目标化合物的测定下限。6 家实验室测试数据见表 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 7 月

序号	化合物简称	测定结果 (ng/kg)							平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	t 值	检出限 (ng/kg)	测定下限 (ng/kg)
		1	2	3	4	5	6	7					
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.28	0.27	0.28	0.26	0.30	0.30	0.26	0.28	0.02	3.143	0.055	0.22
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.29	1.34	1.32	1.24	1.59	1.24	1.20	1.32	0.13	3.143	0.41	1.6
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.26	1.33	1.26	1.25	1.54	1.40	1.30	1.34	0.10	3.143	0.33	1.3
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.20	1.26	1.25	1.13	1.45	1.22	1.25	1.25	0.10	3.143	0.31	1.2
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.27	1.29	1.21	1.48	1.28	1.38	1.31	0.09	3.143	0.28	1.1
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.26	1.25	1.27	1.16	1.42	1.16	1.16	1.24	0.09	3.143	0.30	1.2
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.30	1.29	1.28	1.17	1.49	1.36	1.33	1.32	0.09	3.143	0.30	1.2
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.49	1.42	1.34	1.35	1.54	1.29	1.27	1.39	0.10	3.143	0.32	1.3
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.54	1.45	1.32	1.42	1.45	1.43	1.28	1.41	0.09	3.143	0.27	1.1
10	O ₈ CDF	2.62	2.75	2.86	2.59	3.11	2.72	2.62	2.75	0.18	3.143	0.58	2.3
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.26	0.26	0.28	0.27	0.31	0.26	0.29	0.28	0.02	3.143	0.058	0.23
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.42	1.45	1.45	1.25	1.63	1.41	1.49	1.44	0.11	3.143	0.35	1.4
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.35	1.31	1.38	1.25	1.57	1.21	1.47	1.36	0.12	3.143	0.39	1.6
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.23	1.36	1.38	1.23	1.53	1.33	1.36	1.34	0.10	3.143	0.31	1.3
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.29	1.34	1.35	1.27	1.58	1.20	1.35	1.34	0.12	3.143	0.37	1.5
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.41	1.36	1.41	1.28	1.57	1.24	1.37	1.38	0.10	3.143	0.33	1.3
17	O ₈ CDD	2.77	2.77	2.70	2.51	2.98	2.77	2.72	2.75	0.14	3.143	0.43	1.7

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 7 月

序号	化合物简称	测定结果 (ng/kg)							平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	t 值	检出限 (ng/kg)	测定下限 (ng/kg)
		1	2	3	4	5	6	7					
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.27	0.26	0.21	0.23	0.28	0.23	0.25	0.25	0.03	3.143	0.081	0.32
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.28	1.18	1.15	1.15	1.36	1.08	1.35	1.22	0.11	3.143	0.34	1.4
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.41	1.32	1.23	1.18	1.46	1.25	1.44	1.33	0.11	3.143	0.35	1.4
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.29	1.16	1.16	1.07	1.35	1.15	1.34	1.22	0.11	3.143	0.34	1.4
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.31	1.15	1.16	1.06	1.35	1.16	1.43	1.23	0.13	3.143	0.41	1.7
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.29	1.06	1.16	1.03	1.29	1.13	1.41	1.19	0.14	3.143	0.44	1.8
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.40	1.22	1.14	1.12	1.37	1.14	1.33	1.25	0.12	3.143	0.37	1.5
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.28	1.17	1.16	1.04	1.38	1.15	1.41	1.23	0.14	3.143	0.43	1.7
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.28	1.22	1.12	1.10	1.27	1.16	1.29	1.21	0.08	3.143	0.25	1.0
10	O ₈ CDF	2.44	2.32	2.50	2.29	2.50	2.44	2.71	2.46	0.14	3.143	0.44	1.7
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.24	0.24	0.23	0.22	0.29	0.24	0.26	0.24	0.02	3.143	0.072	0.29
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.21	1.15	1.08	1.13	1.35	1.11	1.33	1.19	0.11	3.143	0.33	1.3
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.08	1.10	1.11	1.36	1.15	1.35	1.20	0.12	3.143	0.38	1.5
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.27	1.16	1.09	1.10	1.29	1.15	1.39	1.21	0.11	3.143	0.35	1.4
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.22	1.19	1.09	1.34	1.18	1.39	1.24	0.10	3.143	0.31	1.2
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.28	1.11	1.09	1.08	1.30	1.10	1.41	1.20	0.13	3.143	0.42	1.7
17	O ₈ CDD	2.44	2.38	2.64	2.31	2.53	2.39	2.80	2.50	0.17	3.143	0.54	2.2

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 7 月

序号	化合物简称	测定结果 (ng/kg)							平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	t 值	检出限 (ng/kg)	测定下限 (ng/kg)
		1	2	3	4	5	6	7					
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.27	0.21	0.24	0.26	0.26	0.23	0.23	0.24	0.02	3.143	0.071	0.28
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.31	0.96	1.15	1.32	1.26	1.08	1.12	1.17	0.13	3.143	0.42	1.7
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.38	1.07	1.25	1.36	1.42	1.25	1.20	1.27	0.12	3.143	0.38	1.5
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.36	1.02	1.11	1.24	1.29	1.15	1.12	1.19	0.12	3.143	0.37	1.5
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.35	0.93	1.11	1.22	1.28	1.16	1.05	1.16	0.14	3.143	0.45	1.8
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.32	0.85	1.05	1.19	1.23	1.13	1.06	1.12	0.15	3.143	0.48	1.9
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.32	0.99	1.14	1.29	1.33	1.14	1.14	1.19	0.13	3.143	0.40	1.6
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.33	0.95	1.14	1.20	1.32	1.15	1.16	1.18	0.13	3.143	0.41	1.6
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.27	1.00	1.08	1.26	1.23	1.16	1.11	1.16	0.10	3.143	0.32	1.3
10	O ₈ CDF	2.56	2.04	2.05	2.08	2.23	2.02	2.03	2.15	0.20	3.143	0.62	2.5
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.29	0.21	0.24	0.25	0.27	0.24	0.24	0.25	0.02	3.143	0.078	0.31
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.32	0.93	1.22	1.30	1.29	1.11	1.15	1.19	0.14	3.143	0.44	1.7
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.43	1.32	1.13	1.28	1.30	1.15	1.14	1.25	0.11	3.143	0.35	1.4
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.33	0.94	1.11	1.27	1.33	1.15	1.13	1.18	0.14	3.143	0.44	1.8
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.36	1.06	1.11	1.26	1.34	1.18	1.14	1.21	0.11	3.143	0.36	1.4
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.31	0.90	1.11	1.17	1.22	1.10	1.05	1.12	0.13	3.143	0.41	1.7
17	O ₈ CDD	2.74	2.38	2.28	2.25	2.52	2.14	2.14	2.35	0.22	3.143	0.69	2.8

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 7 月

序号	化合物简称	测定结果 (ng/kg)							平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	t 值	检出限 (ng/kg)	测定下限 (ng/kg)
		1	2	3	4	5	6	7					
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.24	0.28	0.21	0.24	0.28	0.23	0.25	0.25	0.03	3.143	0.082	0.33
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.12	1.28	1.15	1.23	1.36	1.08	1.35	1.23	0.11	3.143	0.34	1.4
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.24	1.42	1.23	1.27	1.46	1.25	1.44	1.33	0.11	3.143	0.33	1.3
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.13	1.25	1.16	1.15	1.35	1.15	1.34	1.22	0.09	3.143	0.30	1.2
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.24	1.24	1.16	1.14	1.35	1.16	1.43	1.25	0.11	3.143	0.34	1.4
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.18	1.14	1.16	1.11	1.29	1.13	1.41	1.20	0.11	3.143	0.34	1.4
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.23	1.32	1.14	1.21	1.37	1.14	1.33	1.25	0.09	3.143	0.29	1.2
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.12	1.26	1.16	1.12	1.38	1.15	1.41	1.23	0.12	3.143	0.39	1.6
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.13	1.31	1.12	1.18	1.27	1.16	1.29	1.21	0.08	3.143	0.25	1.0
10	O ₈ CDF	2.14	2.32	2.50	2.47	2.50	2.44	2.71	2.44	0.17	3.143	0.55	2.2
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.21	0.26	0.23	0.24	0.29	0.24	0.26	0.25	0.02	3.143	0.078	0.31
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.06	1.24	1.08	1.21	1.35	1.11	1.33	1.20	0.12	3.143	0.36	1.5
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.10	1.16	1.10	1.19	1.36	1.15	1.35	1.20	0.11	3.143	0.34	1.4
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.12	1.25	1.09	1.19	1.29	1.15	1.39	1.21	0.11	3.143	0.33	1.3
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.10	1.31	1.19	1.18	1.34	1.18	1.39	1.24	0.10	3.143	0.33	1.3
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.13	1.20	1.09	1.09	1.30	1.10	1.41	1.19	0.13	3.143	0.40	1.6
17	O ₈ CDD	2.15	2.38	2.64	2.49	2.53	2.39	2.80	2.48	0.21	3.143	0.65	2.6

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 7 月

序号	化合物简称	测定结果 (ng/kg)							平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	t 值	检出限 (ng/kg)	测定下限 (ng/kg)
		1	2	3	4	5	6	7					
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.26	0.27	0.25	0.29	0.25	0.24	0.27	0.26	0.02	3.143	0.047	0.19
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.13	1.35	1.18	1.38	1.12	1.12	1.29	1.22	0.11	3.143	0.35	1.4
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.23	1.44	1.28	1.51	1.29	1.26	1.42	1.35	0.11	3.143	0.34	1.4
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.16	1.38	1.27	1.47	1.18	1.17	1.26	1.27	0.12	3.143	0.37	1.5
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.10	1.36	1.30	1.42	1.18	1.16	1.34	1.27	0.12	3.143	0.38	1.5
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.12	1.32	1.24	1.38	1.21	1.14	1.26	1.24	0.09	3.143	0.30	1.2
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.18	1.29	1.20	1.45	1.13	1.14	1.27	1.24	0.11	3.143	0.35	1.4
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.18	1.43	1.21	1.51	1.16	1.18	1.32	1.28	0.14	3.143	0.43	1.7
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.11	1.32	1.15	1.44	1.23	1.07	1.26	1.23	0.13	3.143	0.40	1.6
10	O ₈ CDF	2.27	2.68	2.46	2.64	2.31	2.21	2.61	2.45	0.19	3.143	0.60	2.4
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.24	0.24	0.25	0.28	0.22	0.21	0.25	0.24	0.02	3.143	0.067	0.27
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.12	1.37	1.25	1.53	1.22	1.15	1.26	1.27	0.14	3.143	0.44	1.8
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.15	1.35	1.29	1.45	1.10	1.20	1.34	1.27	0.12	3.143	0.39	1.6
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.10	1.42	1.21	1.48	1.10	1.20	1.27	1.25	0.15	3.143	0.46	1.8
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.14	1.35	1.21	1.48	1.19	1.15	1.27	1.26	0.12	3.143	0.38	1.5
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.19	1.38	1.25	1.47	1.25	1.19	1.21	1.28	0.11	3.143	0.34	1.4
17	O ₈ CDD	2.29	2.75	2.31	2.73	2.44	2.29	2.20	2.43	0.22	3.143	0.69	2.8

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 7 月

序号	化合物简称	测定结果 (ng/kg)							平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	<i>t</i> 值	检出限 (ng/kg)	测定下限 (ng/kg)
		1	2	3	4	5	6	7					
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.24	0.27	0.25	0.28	0.24	0.28	0.25	0.26	0.02	3.143	0.056	0.22
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.18	1.22	1.43	1.21	1.25	1.29	1.50	1.30	0.12	3.143	0.38	1.5
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.18	1.20	1.34	1.38	1.45	1.30	1.23	1.30	0.10	3.143	0.31	1.3
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.48	1.29	1.29	1.39	1.08	1.32	1.26	1.30	0.12	3.143	0.39	1.5
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.38	1.22	1.29	1.36	1.49	1.45	1.36	1.36	0.09	3.143	0.29	1.1
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.42	1.44	1.44	1.22	1.35	1.25	1.34	0.10	3.143	0.31	1.2
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.35	1.40	1.26	1.41	1.37	1.32	1.33	1.35	0.05	3.143	0.16	0.6
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.39	1.34	1.43	1.29	1.34	1.22	1.18	1.31	0.09	3.143	0.28	1.1
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.33	1.34	1.36	1.42	1.34	1.34	1.29	1.35	0.04	3.143	0.12	0.5
10	O ₈ CDF	2.50	2.34	2.50	2.56	2.51	2.36	2.67	2.49	0.11	3.143	0.36	1.4
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.28	0.27	0.24	0.27	0.24	0.28	0.27	0.26	0.02	3.143	0.054	0.22
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.20	1.32	1.20	1.18	1.31	1.22	1.27	1.24	0.06	3.143	0.18	0.7
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.27	1.20	1.36	1.32	1.19	1.28	1.31	1.28	0.06	3.143	0.20	0.8
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.37	1.40	1.14	1.10	1.21	1.37	1.25	1.26	0.12	3.143	0.38	1.5
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.29	1.30	1.35	1.42	1.26	1.18	1.25	1.29	0.08	3.143	0.24	1.0
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.47	1.35	1.25	1.33	1.41	1.28	1.20	1.33	0.09	3.143	0.29	1.2
17	O ₈ CDD	2.52	2.60	2.56	2.64	2.67	2.50	2.56	2.58	0.06	3.143	0.19	0.8

1.3 方法精密度测试数据

分别称取 6 份 10.0 g 的空白石英砂、土壤样品和沉积物样品进行精密度测定。样品中均未检出目标化合物，分别按照低、中、高 3 种浓度进行加标，二噁英类标准物质加标毒性当量质量分数分别为：低浓度加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg（加标质量分数：四氯代二噁英类为 0.250 ng/kg，五氯代～七氯代二噁英类为 1.25 ng/kg，八氯代二噁英类为 2.50 ng/kg）；中浓度加标毒性当量质量分数为 50.0 ng TEQ/kg（加标质量分数：四氯代二噁英类为 5.00 ng/kg，五氯代～七氯代二噁英类为 25.0 ng/kg，八氯代二噁英类为 50.0 ng/kg）；高浓度加标毒性当量质量分数为 501 ng TEQ/kg（加标质量分数：四氯代二噁英类为 50.0 ng/kg，五氯代～七氯代二噁英类为 250 ng/kg，八氯代二噁英类为 500 ng/kg），再加入提取内标，添加量为 500 pg～1000 pg（四氯代～七氯代二噁英类为 500 pg，八氯代二噁英类为 1000 pg）。加标后，按照本标准建立的方法体系进行样品提取、净化，最后再加入 500 pg 进样内标，定容至 30 μ l，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 1-27。

表 1-10 实验室 1 空白石英砂精密度测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.21	0.25	0.04	15.0	5.0	4.8	5.0	0.25	5.1	50	48	49	1.7	3.4
			0.21					5.2					48			
			0.28					5.1					48			
			0.28					4.6					50			
			0.29					5.2					48			
			0.23					4.8					52			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.62	1.39	0.34	24.5	25	29.3	25.4	3.43	13.5	250	257	255	17.4	6.8
			1.57					24.2					236			
			1.74					23.8					268			
			1.27					20.3					274			
			1.32					25.7					231			
			0.80					29.0					262			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	0.99	1.11	0.22	19.9	25	23.5	26.8	1.87	7.0	250	246	249	15.9	6.4
			0.85					26.5					234			
			1.27					26.5					273			
			1.26					29.2					246			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.37					27.7					263			
			0.90					27.1					233			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.24	1.27	0.30	23.5	25	21.8	25.8	3.44	13.3	250	264	253	14.5	5.7
			1.08					28.8					249			
			1.66					27.8					236			
			1.28					24.7					236			
			0.84					22.0					265			
			1.54					29.6					266			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.21	1.35	0.14	10.6	25	27.4	24.2	2.37	9.8	250	229	237	15.2	6.4
			1.62					26.0					230			
			1.27					22.7					233			
			1.31					23.4					228			
			1.35					24.7					236			
			1.32					20.9					268			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.32	1.30	0.19	14.2	25	27.7	24.7	2.98	12.1	250	249	252	19.0	7.6
			1.31					23.9					269			
			1.44					26.4					271			
			1.08					27.7					236			
			1.11					21.6					261			
			1.56					21.1					224			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.74	1.24	0.46	36.8	25	21.7	23.2	2.87	12.4	250	242	252	14.5	5.8
			0.86					28.7					271			
			1.59					20.8					241			
			1.63					23.6					261			
			0.77					21.7					264			
			0.85					22.8					236			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.45	1.54	0.12	8.1	25	23.4	25.1	1.78	7.1	250	259	254	13.1	5.2
			1.63					28.3					268			
			1.41					25.0					264			
			1.70					24.5					231			
			1.60					25.7					249			
			1.42					23.6					252			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	0.75	1.22	0.38	31.1	25	28.9	25.9	3.40	13.1	250	221	254	16.4	6.5
			1.71					26.1					264			
			0.85					29.9					266			
			1.15					20.2					256			
			1.33					24.8					256			
			1.55					25.7					260			
10	O ₈ CDF	2.5	2.36	2.49	0.54	21.6	50	49.6	49.9	3.68	7.4	500	567	524	44.0	8.4
			2.08					51.5					569			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			2.54					54.7					476			
			3.25					45.9					487			
			1.79					52.3					556			
			2.93					45.4					491			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.22	0.27	0.03	11.0	5.0	4.9	5.0	0.27	5.4	50	51	51	1.5	2.9
			0.28					5.0					50			
			0.28					4.8					51			
			0.24					5.1					48			
			0.29					4.8					51			
			0.29					5.5					52			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	1.67	1.26	0.32	25.2	25	23.9	24.2	2.96	12.2	250	260	256	16.7	6.5
			1.00					22.6					263			
			1.22					23.5					267			
			0.97					29.1					223			
			1.06					25.8					258			
			1.64					20.5					267			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.21	1.06	0.31	29.4	25	29.9	24.5	4.66	19.0	250	265	259	15.1	5.8
			0.85					25.5					269			
			1.27					21.2					259			
			1.49					20.2					229			

序号	化合物简称	低浓度（ng/kg）					中浓度（ng/kg）					高浓度（ng/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.76					20.1					261			
			0.75					29.9					269			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	0.78	1.32	0.36	27.5	25	23.1	24.0	1.76	7.3	250	236	248	12.9	5.2
			0.98					22.2					268			
			1.63					22.4					241			
			1.37					26.5					260			
			1.67					24.6					240			
			1.50					25.4					243			
			15					1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD					1.25			
0.86	21.9	239														
1.59	29.0	247														
1.38	28.6	238														
1.36	28.0	239														
1.55	26.6	226														
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.19	1.26	0.28	22.2	25	27.4	22.6	2.96	13.1	250	239	249	16.1	6.5
			1.04					20.0					252			
			0.96					20.1					268			
			1.75					23.4					239			
			1.27					20.4					228			
			1.33					24.1					266			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
17	O ₈ CDD	2.5	2.22	2.22	0.32	14.3	50	51.4	49.7	3.74	7.5	500	503	535	34.2	6.4
			2.24					52.9					520			
			2.13					46.7					577			
			1.68					54.6					512			
			2.64					45.8					519			
			2.38					46.6					579			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.5	2.6	2.5	0.21	8.4	50	49	50.4	1.83	3.6	501	506	504	14.2	2.8
			2.1					50					503			
			2.7					49					521			
			2.5					54					478			
			2.4					50					513			
			2.6					50					502			

表 1-11 实验室 2 空白石英砂精密度测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.29	0.31	0.04	12.9	5.0	5.4	5.3	0.22	4.3	50	53	52	1.8	3.5
			0.26					4.9					50			
			0.30					5.2					52			
			0.29					5.1					50			
			0.34					5.5					53			
			0.37					5.4					54			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.11	1.37	0.31	22.6	25	26.9	28.1	1.79	6.4	250	252	264	14.1	5.3
			1.94					27.0					276			
			1.18					25.7					262			
			1.39					29.8					286			
			1.41					28.7					253			
			1.16					30.3					254			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.86	1.34	0.26	19.7	25	32.1	32.1	0.52	1.6	250	250	273	21.7	8.0
			1.23					32.7					245			
			1.23					32.1					296			
			1.24					32.5					287			
			1.14					31.2					290			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.31					32.2					272			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.79	1.49	0.28	18.5	25	28.2	28.0	2.34	8.4	250	251	258	15.9	6.2
			1.51					28.8					247			
			1.76					27.1					269			
			1.12					25.8					252			
			1.21					32.1					284			
			1.52					26.0					243			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.11	1.60	0.38	23.7	25	31.3	28.3	2.80	9.9	250	297	287	16.2	5.6
			1.87					28.5					281			
			1.69					31.8					296			
			1.83					25.4					296			
			1.95					25.2					257			
			1.13					27.5					297			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.56	1.48	0.30	20.5	25	24.0	27.4	3.08	11.2	250	255	261	13.4	5.1
			1.17					28.7					257			
			1.22					32.1					257			
			1.70					25.9					250			
			1.30					24.8					262			
			1.94					29.1					287			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.21	1.48	0.24	16.4	25	27.7	28.6	2.69	9.4	250	267	277	17.8	6.4
			1.73					28.3					271			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.52					26.8					250			
			1.49					25.1					298			
			1.74					32.2					293			
			1.18					31.2					283			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.25	1.40	0.20	14.2	25	27.3	25.7	0.90	3.5	250	261	272	19.4	7.1
			1.17					24.9					256			
			1.45					25.4					300			
			1.27					25.3					251			
			1.63					26.1					288			
			1.62					25.0					275			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.34	1.55	0.21	13.7	25	30.2	28.6	2.82	9.9	250	299	283	15.2	5.4
			1.42					30.9					271			
			1.69					25.3					296			
			1.84					28.7					261			
			1.33					25.1					292			
			1.65					31.5					277			
10	O ₈ CDF	2.5	3.05	3.06	0.39	12.8	50	49.0	53.8	3.41	6.3	500	477	497	22.4	4.5
			2.78					57.0					510			
			3.18					57.0					523			
			2.58					55.0					473			
			3.05					50.3					517			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			3.73					54.8					481			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.32	0.31	0.02	5.2	5.0	5.1	5.2	0.21	4.0	50	50	52	2.0	3.8
			0.32					5.2					51			
			0.32					5.3					52			
			0.32					5.5					55			
			0.32					5.4					54			
			0.28					4.9					53			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	1.32	1.35	0.25	18.5	25	28.6	28.3	1.94	6.9	250	250	263	18.6	7.0
			1.48					26.3					276			
			1.04					27.9					242			
			1.14					31.4					248			
			1.74					26.5					284			
			1.39					29.4					280			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.22	1.47	0.27	18.3	25	24.6	28.4	2.80	9.9	250	255	268	16.7	6.2
			1.71					32.8					241			
			1.61					29.0					272			
			1.75					28.9					283			
			1.40					29.0					271			
			1.10					26.2					284			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.37	1.55	0.21	13.4	25	26.5	27.7	2.51	9.0	250	287	279	21.0	7.5
			1.30					28.2					294			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.59					26.5					243			
			1.77					32.4					299			
			1.46					25.2					266			
			1.80					27.5					286			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.51	1.50	0.30	19.8	25	24.9	27.5	2.34	8.5	250	259	258	15.9	6.1
			1.51					28.0					241			
			1.85					25.5					240			
			1.79					30.9					277			
			1.16					29.3					256			
			1.16					26.5					276			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.26	1.37	0.32	23.3	25	31.3	28.4	2.58	9.1	250	285	264	19.5	7.4
			1.80					25.9					252			
			1.15					29.0					289			
			1.75					27.5					240			
			1.14					31.3					264			
			1.11					25.4					253			
17	O ₈ CDD	2.5	3.49	2.82	0.45	16.1	50	54.9	55.6	1.87	3.4	500	549	524	20.9	4.0
			3.11					52.2					516			
			2.62					56.8					537			
			2.97					57.0					514			
			2.41					55.5					536			

序号	化合物简称	低浓度（ng/kg）					中浓度（ng/kg）					高浓度（ng/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			2.30					57.2					491			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 （ng TEQ/kg）	2.5	3.0	2.9	0.12	4.1	50	57	57.9	1.04	1.8	501	514	537	17.2	3.2
			2.9					58					522			
			2.7					58					532			
			2.8					60					546			
			2.9					57					557			
			2.8					58					551			

表 1-12 实验室 3 空白石英砂精密度测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.20	0.21	0.04	17.7	5.0	4.7	4.6	0.21	4.5	50	42	45	3.4	7.5
			0.19					4.5					51			
			0.15					5.0					43			
			0.21					4.5					47			
			0.22					4.5					42			
			0.26					4.5					44			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.07	1.43	0.18	12.8	25	21.4	21.1	1.48	7.0	250	245	228	15.7	6.9
			1.54					21.2					229			
			1.54					20.0					236			
			1.52					23.0					234			
			1.50					22.3					226			
			1.40					18.9					199			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.04	1.31	0.24	18.4	25	22.4	21.2	2.66	12.5	250	255	245	13.7	5.6
			1.46					21.5					255			
			1.56					18.1					226			
			1.21					18.8					235			
			1.04					21.0					260			
			1.53					25.5					239			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.46	1.46	0.12	8.2	25	19.8	20.3	1.75	8.6	250	256	221	27.6	12.5
			1.36					18.8					209			
			1.58					22.4					258			
			1.28					19.3					204			
			1.56					22.8					205			
			1.53					19.1					198			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.14	1.26	0.22	17.6	25	21.7	21.1	1.98	9.4	250	201	225	25.5	11.3
			1.56					20.1					256			
			1.14					18.5					258			
			1.15					19.7					211			
			1.53					22.8					221			
			1.05					23.7					206			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.27	1.43	0.15	10.4	25	20.4	22.0	2.05	9.3	250	201	230	25.2	11.0
			1.23					19.9					218			
			1.60					21.6					203			
			1.54					25.7					244			
			1.48					22.2					254			
			1.45					22.0					257			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.27	1.23	0.16	13.1	25	23.1	22.7	2.47	10.9	250	227	237	19.2	8.1
			1.17					20.1					220			
			1.34					24.5					247			
			1.47					25.5					255			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.11					19.3					213			
			1.03					23.8					259			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.44	1.28	0.12	9.8	25	18.1	20.6	2.30	11.1	250	255	246	18.5	7.5
			1.06					21.6					257			
			1.25					20.6					257			
			1.30					20.4					251			
			1.27					18.6					247			
			1.33					24.5					209			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.15	1.17	0.16	13.6	25	22.3	21.6	1.66	7.7	250	257	216	28.1	13.0
			1.47					19.3					199			
			1.07					21.0					192			
			1.03					20.7					199			
			1.22					22.1					245			
			1.10					24.1					201			
10	O ₈ CDF	2.5	2.49	2.32	0.28	12.1	50	40.5	44.7	2.89	6.5	500	438	443	34.4	7.8
			2.60					48.3					492			
			2.54					45.9					434			
			2.19					43.0					408			
			2.23					43.4					410			
			1.86					47.0					476			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.15	0.18	0.02	13.9	5.0	4.5	4.7	0.25	5.3	50	45	46	2.2	4.7
			0.15					4.6					48			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			0.20					4.7					48			
			0.16					5.2					49			
			0.19					4.6					44			
			0.20					4.7					45			
12	1,2,3,7,8-P ₃ CDD	1.25	1.34	1.33	0.16	12.1	25	21.0	20.7	1.00	4.8	250	194	220	24.9	11.3
			1.15					20.4					234			
			1.47					21.8					217			
			1.36					18.9					232			
			1.51					21.0					254			
			1.12					21.1					191			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.61	1.28	0.20	15.5	25	23.8	23.2	1.14	4.9	250	205	207	15.1	7.3
			1.12					21.7					191			
			1.38					21.8					195			
			1.05					23.9					233			
			1.25					24.0					205			
			1.29					24.0					213			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.13	1.22	0.18	15.1	25	19.1	20.5	1.45	7.1	250	201	226	24.8	11.0
			1.05					22.8					251			
			1.29					21.2					198			
			1.19					19.8					258			
			1.56					19.0					226			
			1.11					21.0					222			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.50	1.34	0.15	11.3	25	20.8	21.4	2.89	13.5	250	208	219	22.9	10.4
			1.54					25.5					228			
			1.16					19.8					203			
			1.24					24.3					259			
			1.26					20.0					219			
			1.34					18.1					196			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.51	1.34	0.19	14.3	25	19.6	21.3	1.74	8.2	250	258	231	26.9	11.6
			1.41					22.5					192			
			1.17					21.6					234			
			1.07					21.8					242			
			1.56					18.9					254			
			1.34					23.5					205			
17	O ₈ CDD	2.5	2.33	2.31	0.25	10.7	50	49.2	47.1	3.87	8.2	500	440	478	36.5	7.6
			2.00					46.2					446			
			2.55					44.5					450			
			2.08					41.1					513			
			2.62					51.6					519			
			2.29					49.8					501			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.5	2.4	2.5	0.14	5.4	50	43	43.0	1.27	2.9	501	444	459	18.4	4.0
			2.5					43					474			
			2.8					42					450			
			2.5					42					473			

序号	化合物简称	低浓度（ng/kg）					中浓度（ng/kg）					高浓度（ng/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			2.6					43					479			
			2.5					45					436			

表 1-13 实验室 4 空白石英砂精密测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.15	0.20	0.03	15.4	5.0	4.3	4.4	0.17	3.8	50	51	48	3.1	6.4
			0.17					4.5					44			
			0.22					4.5					50			
			0.21					4.3					48			
			0.22					4.7					45			
			0.22					4.3					51			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	0.96	1.05	0.16	15.5	25	24.2	22.5	1.59	7.1	250	217	219	14.4	6.6
			0.99					22.8					231			
			0.88					21.4					223			
			1.21					24.5					197			
			0.96					21.2					211			
			1.29					20.8					237			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	0.95	1.08	0.19	17.5	25	24.7	23.5	2.87	12.2	250	201	208	7.9	3.8
			1.20					20.9					208			
			1.29					26.0					208			
			1.23					19.3					215			
			0.80					26.6					217			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.03					23.7					197			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.09	1.05	0.16	15.3	25	25.0	22.6	2.41	10.7	250	197	208	15.3	7.4
			0.84					23.3					205			
			1.09					19.7					198			
			0.91					25.3					196			
			1.08					19.9					233			
			1.30					22.6					220			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	0.92	1.01	0.23	22.7	25	21.9	22.4	1.81	8.1	250	235	224	11.6	5.2
			1.29					25.0					209			
			0.80					21.4					236			
			0.91					22.9					224			
			1.30					23.6					225			
			0.82					19.8					212			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.02	1.08	0.16	14.4	25	19.6	23.8	3.35	14.1	250	205	208	13.4	6.5
			1.09					24.8					219			
			1.21					26.4					193			
			1.18					25.6					195			
			1.19					26.7					210			
			0.80					19.4					228			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.03	1.10	0.16	14.5	25	21.8	23.3	1.71	7.3	250	215	214	18.9	8.8
			0.93					24.3					191			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.22					25.6					236			
			1.22					24.4					229			
			0.92					22.4					191			
			1.28					21.3					220			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.34	1.21	0.13	10.4	25	24.6	22.3	2.55	11.5	250	233	220	14.9	6.8
			1.32					20.2					237			
			1.09					21.0					224			
			1.29					19.3					199			
			1.04					22.9					207			
			1.19					25.7					220			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.15	1.01	0.11	11.3	25	21.7	23.6	2.07	8.7	250	205	216	17.7	8.2
			0.95					25.1					235			
			1.03					24.8					228			
			0.86					21.6					233			
			1.12					22.1					192			
			0.93					26.4					206			
10	O ₈ CDF	2.5	1.81	2.04	0.24	11.7	50	44.9	43.7	2.90	6.6	500	408	428	29.2	6.8
			1.97					41.1					450			
			2.23					47.1					411			
			2.40					46.9					477			
			1.79					41.7					402			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			2.05					40.8					421			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.23	0.22	0.02	8.2	5.0	4.2	4.4	0.20	4.5	50	48	48	1.7	3.5
			0.21					4.1					49			
			0.20					4.4					46			
			0.23					4.5					47			
			0.19					4.7					48			
			0.23					4.4					51			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	1.18	1.11	0.15	13.9	25	22.6	22.9	2.84	12.4	250	190	208	17.4	8.4
			0.86					20.5					205			
			1.24					23.1					209			
			1.07					19.0					195			
			1.27					25.8					209			
			1.03					26.2					240			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.07	1.09	0.13	12.3	25	22.8	22.6	2.57	11.4	250	204	216	16.5	7.6
			1.21					20.9					202			
			1.17					24.9					227			
			1.22					26.2					227			
			0.92					21.5					238			
			0.94					19.3					199			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.23	1.02	0.18	17.2	25	20.6	22.1	2.20	10.0	250	204	208	10.7	5.2
			1.24					21.9					196			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			0.80					24.8					199			
			0.93					21.6					205			
			0.94					24.3					216			
			1.00					19.1					224			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	0.89	0.98	0.13	13.0	25	22.4	22.8	2.31	10.1	250	216	211	16.7	7.9
			0.97					21.9					196			
			0.96					20.4					224			
			0.83					24.4					234			
			1.06					26.6					191			
			1.19					21.2					206			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	0.81	1.09	0.20	18.3	25	25.6	24.3	2.45	10.1	250	194	212	15.3	7.2
			0.99					25.5					233			
			0.99					19.7					205			
			1.28					23.5					198			
			1.34					25.1					220			
			1.13					26.4					223			
17	O ₈ CDD	2.5	1.83	2.10	0.28	13.3	50	52.4	47.5	3.59	7.6	500	466	439	26.1	5.9
			2.09					49.0					436			
			2.07					46.7					471			
			2.55					49.8					426			
			1.80					43.2					433			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			2.24					43.8					402			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.5	2.1	2.2	0.08	3.9	50	46	45.9	2.47	5.4	501	415	428	10.2	2.4
			2.1					43					421			
			2.3					47					429			
			2.2					43					425			
			2.1					50					433			
			2.1					46					444			

表 1-14 实验室 5 空白石英砂精密测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.23	0.23	0.02	9.9	5.0	5.0	4.9	0.15	3.1	50	52	50	1.77	3.5
			0.25					5.0					51			
			0.23					5.0					50			
			0.21					4.8					48			
			0.20					4.7					50			
			0.26					5.0					52			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.00	1.15	0.17	14.9	25	26.3	26.3	2.12	8.0	250	241	250	14.15	5.7
			1.22					26.9					270			
			1.02					27.4					240			
			1.36					26.6					260			
			0.97					28.5					258			
			1.31					22.3					233			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.20	1.21	0.18	14.5	25	26.5	25.6	1.77	6.9	250	240	251	16.78	6.7
			1.41					27.3					235			
			1.03					26.6					260			
			1.31					24.1					233			
			1.35					22.7					267			

序号	化合物简称	低浓度（ng/kg）					中浓度（ng/kg）					高浓度（ng/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.98					26.3					271			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.03	1.16	0.17	14.6	25	28.6	26.4	2.18	8.3	250	237	256	17.60	6.9
			1.15					27.2					258			
			0.99					24.4					268			
			1.45					23.2					273			
			1.26					28.3					232			
			1.10					26.6					270			
			5					1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF					1.25			
1.40	23.5	232														
1.48	25.2	261														
1.02	23.8	239														
1.28	25.4	235														
1.20	26.2	272														
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25		1.24	1.20	0.14	11.4		25	27.7	25.7	1.81		7.0	250	235
			1.11	25.8				251								
			0.97	23.7				275								
			1.25	25.0				240								
			1.24	24.1				259								
			1.36	28.0				255								
			7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF				1.25		1.16			1.32			0.12
1.45	23.9	264														

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.38					26.8					242			
			1.24					27.1					256			
			1.44					22.7					231			
			1.23					23.6					268			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.09	1.22	0.17	14.0	25	23.3	23.8	1.35	5.7	250	240	244	16.67	6.8
			1.03					22.3					250			
			1.41					22.8					232			
			1.40					25.3					274			
			1.29					25.7					231			
			1.08					23.5					235			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.35	1.22	0.19	15.5	25	27.6	26.1	1.83	7.0	250	260	247	10.69	4.3
			1.23					25.5					239			
			1.09					27.9					242			
			1.21					26.1					236			
			0.96					22.8					260			
			1.50					26.5					245			
10	O ₈ CDF	2.5	2.72	2.93	0.45	15.4	50	45.2	47.1	4.67	9.9	500	576	533	39.17	7.4
			3.33					50.2					576			
			3.41					45.2					539			
			2.63					54.4					481			
			3.19					46.7					523			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			2.28					41.0					500			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.27	0.26	0.04	15.4	5.0	5.3	5.3	0.21	4.0	50	52	50	1.56	3.1
			0.30					5.4					49			
			0.28					5.5					51			
			0.21					5.0					51			
			0.29					5.5					49			
			0.21					5.0					48			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	1.51	1.23	0.17	14.1	25	22.3	24.7	2.52	10.2	250	263	243	17.77	7.3
			1.29					26.9					232			
			1.16					23.3					248			
			0.98					22.1					226			
			1.21					28.3					225			
			1.23					25.0					264			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	0.98	1.23	0.23	18.6	25	22.1	24.9	1.93	7.7	250	246	243	10.11	4.2
			1.23					24.2					244			
			0.97					24.4					233			
			1.54					27.8					248			
			1.42					26.1					231			
			1.26					24.8					258			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.16	1.31	0.23	17.3	25	26.8	26.2	2.47	9.4	250	253	241	13.57	5.6
			1.55					22.5					224			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.48					24.3					229			
			1.07					28.9					255			
			1.50					28.6					234			
			1.08					26.3					251			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.08	1.20	0.10	8.2	25	23.6	25.4	1.86	7.3	250	228	253	14.37	5.7
			1.19					22.5					271			
			1.14					25.9					257			
			1.29					26.7					248			
			1.15					26.6					260			
			1.34					26.9					253			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.01	1.09	0.10	9.1	25	22.2	24.4	3.00	12.3	250	228	242	14.48	6.0
			1.12					27.7					261			
			1.19					22.1					239			
			1.20					22.6					229			
			1.08					23.1					259			
			0.95					28.7					236			
17	O ₈ CDD	2.5	2.19	2.58	0.61	23.5	50	44.6	48.2	2.72	5.6	500	529	515	38.67	7.5
			2.57					51.9					481			
			3.40					46.8					572			
			3.24					47.1					495			
			2.03					50.8					473			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			2.06					48.0					542			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.5	2.5	2.5	0.16	6.4	50	50	50.9	1.16	2.3	501	501	498	15.50	3.1
			2.7					52					484			
			2.3					51					506			
			2.4					49					483			
			2.6					52					489			
			2.3					51					523			

表 1-15 实验室 6 空白石英砂精密度测试数据

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.31	0.32	0.05	15.6	5.0	4.8	5.1	0.24	4.6	50	52	50	1.5	3.0
			0.27					5.2					52			
			0.39					5.2					50			
			0.38					5.2					51			
			0.28					5.5					50			
			0.31					4.9					48			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.43	1.39	0.20	14.3	25	28.1	28.2	2.47	8.8	250	254	264	11.6	4.4
			1.71					25.8					263			
			1.10					25.1					248			
			1.40					29.7					271			
			1.39					31.8					272			
			1.30					28.7					278			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.28	1.41	0.12	8.5	25	27.2	29.5	1.75	5.9	250	260	264	8.0	3.0
			1.56					29.9					271			
			1.54					32.1					272			
			1.29					30.5					258			
			1.39					29.4					270			

序号	化合物简称	低浓度（ng/kg）					中浓度（ng/kg）					高浓度（ng/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			1.39					28.1					254			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.68	1.51	0.22	14.4	25	31.7	27.8	2.70	9.7	250	275	261	14.0	5.4
			1.53					24.3					243			
			1.70					25.8					265			
			1.54					28.2					245			
			1.10					27.1					265			
			1.48					29.8					274			
			5					1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF					1.25			
1.69	24.1	257														
1.71	27.2	272														
1.35	25.8	279														
1.31	25.2	259														
1.32	24.9	274														
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25		1.41	1.40	0.07	5.2		25	30.0	27.7	2.57		9.3	250	256
			1.41	25.4				274								
			1.50	24.9				242								
			1.38	27.4				275								
			1.28	27.1				262								
			1.44	31.5				266								
			7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF				1.25		1.47			1.39			0.14
1.45	25.3	270														

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.39					32.8					265			
			1.56					25.7					258			
			1.34					32.3					264			
			1.14					32.3					267			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.35	1.44	0.13	8.9	25	29.2	28.6	2.73	9.5	250	251	254	7.5	3.0
			1.38					30.0					250			
			1.26					29.9					259			
			1.55					31.9					242			
			1.56					26.6					259			
			1.55					24.3					262			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.15	1.30	0.20	15.1	25	25.9	27.5	2.19	8.0	250	277	259	14.5	5.6
			1.10					24.9					247			
			1.40					25.8					272			
			1.30					30.2					266			
			1.63					28.8					244			
			1.20					29.3					248			
10	O ₈ CDF	2.5	2.92	2.77	0.44	16.1	50	47.0	52.5	4.74	9.0	500	522	513	11.8	2.3
			2.41					48.2					502			
			2.44					58.5					501			
			3.36					49.8					510			
			2.30					56.4					511			

序号	化合物简称	低浓度（ng/kg）					中浓度（ng/kg）					高浓度（ng/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			3.17					54.8					531			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.27	0.29	0.05	17.2	5.0	5.4	5.3	0.23	4.4	50	52	50	1.7	3.4
			0.26					5.0					50			
			0.31					5.4					48			
			0.38					5.4					49			
			0.25					5.5					49			
			0.26					5.0					52			
			12					1,2,3,7,8-P ₅ CDD					1.25			
1.50	32.8	272														
1.43	25.2	272														
1.23	27.6	261														
1.66	28.2	259														
1.20	28.5	272														
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25		1.33	1.43	0.22	15.3		25	31.9	29.5	1.62		5.5	250	277
			1.16	27.7				275								
			1.57	29.8				274								
			1.24	30.3				267								
			1.72	27.7				278								
			1.56	29.6				260								
			14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD				1.25		1.32			1.49			0.23
1.37	27.5	273														

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.55					30.5					241			
			1.18					30.3					271			
			1.75					24.9					254			
			1.74					28.2					280			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.62	1.59	0.14	8.9	25	29.6	29.4	1.66	5.7	250	278	261	12.9	4.9
			1.75					28.3					243			
			1.53					29.4					267			
			1.71					27.2					260			
			1.36					32.2					251			
			1.54					29.6					270			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.54	1.34	0.12	8.9	25	26.7	29.2	2.37	8.1	250	279	268	9.1	3.4
			1.31					27.1					255			
			1.20					31.0					266			
			1.40					32.6					274			
			1.29					27.9					260			
			1.28					30.1					273			
17	O ₈ CDD	2.5	3.19	2.80	0.36	13.0	50	53.4	54.1	3.04	5.6	500	492	503	11.7	2.3
			2.37					58.4					486			
			3.02					50.1					511			
			2.32					51.4					511			
			2.98					55.6					515			

序号	化合物简称	低浓度（ng/kg）					中浓度（ng/kg）					高浓度（ng/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			2.90					55.4					500			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 （ng TEQ/kg）	2.5	2.8	2.9	0.13	4.4	50	58	57.2	0.63	1.1	501	533	528	4.9	0.92
			3.0					57					532			
			3.0					57					529			
			2.8					57					521			
			2.9					57					524			
			2.7					57					531			

表 1-16 实验室 1 土壤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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.28	0.25	0.02	6.9	5.0	4.9	4.9	0.13	2.7	50	49	50	1.2	2.4
			0.26					4.8					51			
			0.23					5.1					51			
			0.26					4.8					50			
			0.24					4.9					49			
			0.25					5.1					48			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	0.77	1.02	0.21	20.5	25	20.1	22.3	2.58	11.6	250	252	243	14.5	6.0
			1.05					21.3					230			
			1.23					27.2					235			
			0.89					21.9					241			
			1.30					20.5					233			
			0.89					23.0					268			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.29	1.44	0.17	11.7	25	25.2	24.8	2.81	11.3	250	248	248	13.9	5.6
			1.27					25.1					234			
			1.58					23.5					251			
			1.47					25.3					259			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.35					20.6					265			
			1.69					29.2					229			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	0.96	1.05	0.26	24.7	25	29.8	25.6	2.48	9.7	250	258	242	13.5	5.6
			1.14					24.0					244			
			1.53					26.4					256			
			0.81					24.1					236			
			0.87					26.4					226			
			1.01					23.0					230			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	0.93	1.28	0.30	23.4	25	25.2	25.0	3.33	13.3	250	231	241	15.3	6.3
			1.01					20.9					271			
			1.65					22.6					243			
			1.44					27.7					236			
			1.54					23.8					233			
			1.12					29.9					231			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.42	1.26	0.34	27.1	25	24.7	24.3	1.78	7.3	250	272	244	24.7	10.1
			1.64					21.5					251			
			1.03					23.1					221			
			0.85					26.3					274			
			1.62					24.2					229			
			1.01					25.8					220			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.02	1.19	0.23	19.5	25	26.5	23.5	2.09	8.9	250	259	252	11.6	4.6

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.10					23.1					244			
			1.08					23.4					248			
			1.27					24.2					252			
			1.63					23.6					269			
			1.05					20.0					236			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.50	1.10	0.34	30.5	25	28.7	25.3	3.72	14.7	250	221	245	19.3	7.9
			1.12					21.0					256			
			0.92					23.7					249			
			0.78					29.5					225			
			0.78					27.5					248			
			1.51					21.5					272			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.72	1.25	0.42	34.0	25	25.1	26.8	3.03	11.3	250	274	246	15.9	6.5
			0.85					29.9					241			
			0.90					26.1					240			
			1.57					22.0					255			
			0.84					29.6					236			
			1.60					28.3					230			
10	O ₈ CDF	2.50	2.86	2.42	0.54	22.4	50	48.2	51.1	3.58	7.0	500	527	535	25.8	4.8
			1.91					54.3					551			
			2.23					45.3					530			
			1.90					51.9					530			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			3.26					53.0					498			
			2.36					53.7					575			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.21	0.26	0.03	12.0	5.0	5.3	5.1	0.37	7.4	50	52	51	1.1	2.1
			0.27					5.5					49			
			0.30					5.4					52			
			0.24					5.0					52			
			0.27					4.6					52			
			0.25					4.6					51			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	0.79	1.32	0.37	27.7	25	28.7	25.7	2.93	11.4	250	258	249	14.0	5.6
			1.48					27.1					254			
			1.38					26.1					225			
			1.72					23.9					250			
			0.97					27.4					264			
			1.60					20.7					242			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	0.77	1.13	0.30	26.9	25	29.4	25.4	2.19	8.6	250	234	251	19.7	7.8
			1.50					23.7					262			
			1.45					23.9					251			
			1.17					25.8					222			
			1.01					26.0					266			
			0.86					23.8					273			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	0.87	1.12	0.29	26.1	25	27.3	24.8	2.64	10.7	250	228	245	14.3	5.8

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.11					25.2					258			
			1.04					25.7					253			
			1.63					20.2					243			
			0.83					27.0					259			
			1.22					23.4					228			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.44	1.52	0.11	7.2	25	23.3	23.5	2.59	11.0	250	254	255	11.4	4.5
			1.62					28.1					259			
			1.68					23.6					253			
			1.46					20.5					256			
			1.40					23.9					272			
			1.50					21.9					237			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.66	1.35	0.36	27.1	25	29.1	25.8	3.29	12.8	250	233	252	14.6	5.8
			1.74					27.4					271			
			1.09					20.5					264			
			1.20					24.7					246			
			1.56					28.8					260			
			0.82					24.1					242			
17	O ₈ CDD	2.50	3.25	2.58	0.82	31.8	50	52.4	49.9	2.91	5.8	500	534	524	36.2	6.9
			1.58					52.4					578			
			3.32					49.9					484			
			2.00					45.6					490			

序号	化合物简称	低浓度（ng/kg）					中浓度（ng/kg）					高浓度（ng/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
18	二噁英类毒性当量 质量分数 （ng TEQ/kg）	2.5	1.94	2.6	0.28	10.9	50	51.8	50.0	1.78	3.6	501	508	498	13.3	2.7
			3.36					47.1					548			
			2.1					53					504			
			2.7					51					497			
			2.8					50					488			
			2.8					49					504			
			2.4					49					517			
			2.8					49					479			

表 1-17 实验室 2 土壤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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.26	0.32	0.04	12.3	5.0	5.4	5.1	0.21	4.0	50	54	52	2.1	4.1
			0.29					4.9					54			
			0.34					5.1					50			
			0.34					4.9					53			
			0.32					4.9					50			
			0.37					5.2					50			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.23	1.60	0.22	13.6	25	24.2	27.2	2.33	8.6	250	278	267	24.0	9.0
			1.88					28.9					247			
			1.55					29.1					288			
			1.60					26.3					248			
			1.74					29.6					242			
			1.59					25.0					298			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.85	1.64	0.17	10.4	25	28.3	29.6	3.17	10.7	250	284	274	13.8	5.0
			1.55					24.5					276			
			1.50					32.7					249			
			1.45					32.1					271			
			1.66					31.8					274			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.83					28.2					289			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.61	1.51	0.10	6.7	25	28.0	28.8	2.65	9.2	250	251	256	12.5	4.9
			1.34					32.0					264			
			1.55					29.9					245			
			1.44					31.0					252			
			1.58					25.3					277			
			1.53					26.4					245			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.90	1.57	0.31	19.8	25	27.1	29.2	2.36	8.1	250	298	275	19.5	7.1
			1.52					29.5					285			
			1.12					29.0					251			
			1.52					31.6					268			
			1.40					25.9					257			
			1.94					31.9					294			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.72	1.67	0.19	11.6	25	31.4	30.1	2.84	9.4	250	275	271	19.2	7.1
			1.52					30.0					292			
			1.77					32.5					252			
			1.87					30.5					263			
			1.76					31.7					294			
			1.35					24.6					250			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.37	1.39	0.28	19.9	25	25.1	27.0	2.58	9.6	250	252	260	15.6	6.0
			1.61					30.4					256			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.16					28.8					261			
			1.11					24.4					251			
			1.26					24.7					251			
			1.82					28.7					291			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.37	1.55	0.29	18.7	25	25.4	28.1	3.06	10.9	250	254	274	14.8	5.4
			1.84					25.5					269			
			1.48					26.8					262			
			1.58					32.3					287			
			1.14					27.3					282			
			1.91					31.6					291			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.79	1.55	0.26	16.5	25	29.5	29.0	2.69	9.3	250	248	258	17.0	6.6
			1.30					30.6					245			
			1.75					31.1					249			
			1.58					26.4					246			
			1.70					31.5					274			
			1.17					25.0					284			
10	O ₈ CDF	2.5	3.64	2.94	0.48	16.5	50	54.7	54.9	2.42	4.4	500	522	522	13.7	2.6
			2.84					54.7					516			
			3.42					53.4					520			
			2.49					57.3					510			
			2.49					57.9					514			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			2.75					51.4					548			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.31	0.34	0.03	8.8	5.0	5.0	5.2	0.19	3.6	50	51	52	2.2	4.2
			0.31					5.4					55			
			0.37					5.2					51			
			0.33					5.0					55			
			0.37					5.4					51			
			0.37					5.2					50			
			0.37					5.2					50			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	0.99	1.23	0.30	24.3	25	27.3	28.9	2.28	7.9	250	263	265	16.0	6.0
			1.62					30.7					286			
			1.42					28.5					273			
			0.84					32.6					244			
			1.42					27.4					250			
			1.11					26.9					277			
			1.11					26.9					277			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.36	1.28	0.14	10.8	25	25.8	25.8	1.70	6.6	250	291	271	12.0	4.4
			1.12					29.1					270			
			1.32					24.7					265			
			1.30					25.1					258			
			1.46					25.2					278			
			1.11					24.8					262			
			1.11					24.8					262			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.66	1.64	0.23	13.8	25	33.0	29.6	2.39	8.1	250	288	273	18.0	6.6
			1.55					29.4					252			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.27					27.7					299			
			1.59					28.6					269			
			1.89					31.8					258			
			1.85					26.8					272			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.34	1.67	0.29	17.2	25	26.4	27.2	2.33	8.6	250	240	268	20.7	7.7
			1.28					24.8					257			
			1.74					29.7					256			
			1.92					29.8					270			
			1.90					27.9					293			
			1.84					24.4					290			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.15	1.54	0.36	23.1	25	29.3	28.3	2.32	8.2	250	273	268	20.3	7.6
			1.84					31.2					259			
			1.39					26.2					244			
			1.94					26.5					300			
			1.15					30.6					253			
			1.78					26.0					278			
17	O ₈ CDD	2.5	3.33	3.19	0.33	10.4	50	55.6	54.7	1.38	2.5	500	482	512	29.9	5.8
			3.00					56.5					480			
			3.35					55.1					530			
			3.69					52.8					537			
			2.75					54.5					548			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			3.03					53.4					493			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.5	3.0	3.0	0.17	5.7	50	55	57.0	2.25	3.9	501	542	536	13.2	2.5
			3.1					56					550			
			3.0					59					523			
			2.7					60					522			
			3.2					57					530			
			3.2					54					552			

表 1-18 实验室 3 土壤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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.19	0.21	0.04	20.6	5.0	5.0	4.7	0.22	4.7	50	46	48	2.0	4.1
			0.26					4.5					46			
			0.24					4.9					51			
			0.17					4.8					49			
			0.22					4.4					47			
			0.15					4.6					47			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.42	1.29	0.12	9.2	25	20.7	21.9	2.53	11.6	250	250	236	16.6	7.0
			1.17					21.4					209			
			1.30					25.8					224			
			1.43					18.3					242			
			1.17					22.2					245			
			1.22					23.1					249			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.34	1.32	0.19	14.5	25	20.3	22.8	2.47	10.8	250	217	229	19.3	8.4
			1.42					25.7					203			
			1.62					20.0					256			
			1.14					21.6					228			
			1.10					24.7					225			
			1.28					24.6					247			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.39	1.28	0.18	13.9	25	24.1	22.5	2.82	12.6	250	199	221	21.9	9.9
			1.44					24.3					228			
			1.02					18.3					229			
			1.46					24.0					223			
			1.14					19.5					254			
			1.25					24.8					194			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.49	1.37	0.22	16.0	25	22.9	21.5	1.52	7.0	250	230	231	26.4	11.4
			1.53					19.0					253			
			1.64					20.9					257			
			1.11					21.7					197			
			1.13					21.4					201			
			1.32					23.2					248			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.52	1.35	0.10	7.2	25	23.7	23.0	2.02	8.8	250	240	220	17.8	8.1
			1.31					23.6					212			
			1.42					23.6					227			
			1.32					25.6					239			
			1.26					19.9					195			
			1.29					21.4					209			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.32	1.33	0.17	12.8	25	25.0	22.7	2.72	12.0	250	216	217	20.7	9.6
			1.09					25.9					223			
			1.48					24.0					193			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.22					21.9					199			
			1.56					19.1					252			
			1.33					20.3					219			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.36	1.27	0.19	14.5	25	18.9	22.4	2.66	11.9	250	246	226	23.7	10.5
			1.10					22.8					256			
			1.30					24.1					197			
			1.53					19.4					206			
			1.33					23.9					216			
			1.02					25.3					237			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.22	1.29	0.19	14.5	25	25.9	21.9	2.92	13.3	250	217	217	12.2	5.6
			1.60					21.5					230			
			1.18					18.2					210			
			1.38					24.9					235			
			1.06					20.7					209			
			1.30					20.3					205			
10	O ₈ CDF	2.5	2.25	2.37	0.24	10.3	50	52.0	47.6	2.34	4.9	500	500	447	37.0	8.3
			2.61					47.5					438			
			2.61					45.1					435			
			2.03					47.4					484			
			2.21					46.2					416			
			2.53					47.5					408			

序号	化合物简称	低浓度（ng/kg）					中浓度（ng/kg）					高浓度（ng/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.24	0.20	0.03	17.5	5.0	5.2	4.8	0.34	7.1	50	51	46	3.5	7.6
			0.16					5.0					46			
			0.23					5.1					42			
			0.17					4.6					47			
			0.17					4.5					49			
			0.21					4.4					43			
			12					1,2,3,7,8-P ₅ CDD					1.25			
1.33	18.1	225														
1.42	18.0	197														
1.51	20.1	210														
1.00	20.4	212														
1.09	25.3	241														
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25		1.31	1.41	0.24	17.2		25	20.7	21.7	2.16		10.0	250	209
			1.57	24.5				243								
			1.27	21.1				204								
			1.64	23.7				213								
			1.61	21.7				251								
			1.03	18.5				223								
			14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD				1.25		1.22			1.31			0.17
1.19	18.9	256														
1.52	20.4	197														

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.25					21.4					233			
			1.13					25.6					208			
			1.53					19.7					199			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.28	1.27	0.12	9.2	25	18.1	21.9	2.43	11.1	250	228	219	21.0	9.6
			1.18					23.3					201			
			1.12					20.4					190			
			1.30					22.8					239			
			1.46					25.1					242			
			1.28					21.6					216			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.53	1.25	0.24	18.9	25	25.8	22.6	2.86	12.7	250	223	207	16.3	7.9
			1.00					24.3					230			
			1.38					25.1					204			
			1.11					19.9					192			
			1.47					18.9					194			
			1.02					21.7					195			
17	O ₈ CDD	2.5	2.56	2.41	0.20	8.2	50	48.6	44.8	2.82	6.3	500	473	468	25.4	5.4
			2.62					43.7					453			
			2.56					46.5					478			
			2.14					40.7					504			
			2.28					43.3					470			
			2.29					46.2					428			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.5	2.6	2.5	0.19	7.5	50	45	44.5	1.71	3.8	501	451	449	7.4	1.7
			2.6					45					445			
			2.8					42					441			
			2.6					44					444			
			2.3					45					452			
			2.4					47					462			

表 1-19 实验室 4 土壤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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.21	0.22	0.02	8.2	5.0	4.4	4.5	0.34	7.7	50	46	47	2.1	4.5
			0.23					4.1					48			
			0.19					5.0					50			
			0.20					4.3					46			
			0.23					4.8					44			
			0.23					4.2					47			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.17	0.97	0.16	16.1	25	25.9	24.0	2.40	10.0	250	227	226	9.7	4.3
			0.80					25.9					240			
			0.86					21.9					228			
			1.16					26.2					212			
			0.90					20.5					232			
			0.95					23.9					220			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.12	1.08	0.12	10.8	25	26.5	24.4	1.38	5.7	250	217	218	16.4	7.5
			1.08					25.6					201			
			0.90					24.3					225			
			1.05					23.8					228			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.26					22.8					239			
			1.06					23.7					197			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	0.96	1.04	0.14	13.6	25	21.1	22.1	3.20	14.5	250	191	210	18.4	8.8
			1.02					25.9					206			
			0.83					20.6					193			
			1.10					26.4					225			
			1.25					19.2					206			
			1.09					19.5					239			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	0.99	1.00	0.16	16.2	25	20.3	22.6	3.09	13.7	250	234	222	16.0	7.2
			0.89					26.5					224			
			0.83					25.8					235			
			1.14					23.1					236			
			1.25					19.2					198			
			0.91					20.4					208			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	0.94	0.95	0.10	10.9	25	23.6	23.0	2.33	10.1	250	194	208	14.3	6.9
			0.96					20.8					213			
			0.83					25.1					231			
			0.83					19.9					191			
			1.06					25.9					210			
			1.06					22.9					208			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.02	1.12	0.18	16.3	25	25.9	21.7	2.74	12.6	250	197	218	11.7	5.3

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.33					21.8					229			
			0.89					24.2					221			
			1.17					19.7					229			
			0.98					19.4					218			
			1.31					19.5					217			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	0.98	0.96	0.11	11.8	25	20.5	22.3	2.23	10.0	250	236	216	16.3	7.5
			0.92					21.6					220			
			1.16					20.7					191			
			0.81					26.3					204			
			0.94					21.1					215			
			0.97					23.3					228			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.30	1.14	0.18	15.4	25	22.4	22.5	2.26	10.0	250	218	218	12.9	5.9
			1.10					20.1					237			
			1.22					23.1					218			
			1.34					19.6					208			
			0.95					24.1					225			
			0.93					25.4					199			
10	O ₈ CDF	2.5	2.20	2.07	0.31	15.2	50	51.7	46.3	4.05	8.7	500	433	452	27.8	6.2
			1.73					43.2					485			
			2.22					43.5					422			
			1.75					45.8					481			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.98					42.5					428			
			2.55					50.9					463			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.23	0.21	0.02	10.1	5.0	4.8	4.6	0.32	7.0	50	48	46	1.7	3.6
			0.21					4.9					46			
			0.18					4.1					45			
			0.22					4.8					48			
			0.18					4.4					44			
			0.21					4.7					46			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	1.32	1.13	0.16	13.8	25	20.0	21.9	2.25	10.3	250	214	202	8.6	4.3
			1.26					20.5					194			
			0.97					24.8					205			
			1.21					19.3					206			
			0.99					23.8					201			
			1.00					22.7					190			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.22	1.06	0.16	15.5	25	22.0	22.7	1.62	7.1	250	204	214	8.9	4.2
			1.23					24.0					222			
			0.94					24.4					213			
			1.03					23.0					211			
			1.11					19.9					227			
			0.81					22.8					207			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.19	1.05	0.19	18.0	25	20.3	21.9	2.16	9.8	250	207	213	15.4	7.2

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.30					23.6					227			
			0.80					19.3					191			
			0.87					21.2					209			
			1.06					25.1					211			
			1.09					21.9					234			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.17	1.21	0.13	10.9	25	19.7	21.9	3.27	15.0	250	220	208	10.5	5.0
			1.14					25.5					206			
			1.00					26.7					206			
			1.26					19.6					212			
			1.33					20.1					215			
			1.35					19.6					190			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	0.89	0.94	0.11	12.0	25	21.4	24.1	1.86	7.7	250	202	209	15.9	7.6
			0.80					23.9					217			
			1.03					26.3					190			
			0.96					26.0					193			
			1.09					22.8					226			
			0.84					24.2					225			
17	O ₈ CDD	2.5	2.37	2.43	0.12	5.1	50	48.3	48.9	2.58	5.3	500	439	471	17.8	3.8
			2.58					51.5					486			
			2.44					48.9					466			
			2.51					52.1					480			

序号	化合物简称	低浓度（ng/kg）					中浓度（ng/kg）					高浓度（ng/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			2.43					47.7					466			
			2.22					45.2					486			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 （ng TEQ/kg）	2.5	2.3	2.2	0.17	8.1	50	46	45.8	1.37	3.0	501	431	429	9.9	2.3
			2.3					47					421			
			1.8					48					433			
			2.2					44					438			
			2.2					45					436			
			2.1					45					413			

表 1-20 实验室 5 土壤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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.29	0.25	0.04	14.0	5.0	5.0	4.9	0.33	6.8	50	48	49	1.23	2.5
			0.27					4.6					49			
			0.22					5.2					51			
			0.20					4.6					50			
			0.28					4.6					50			
			0.26					5.3					48			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.38	1.31	0.21	15.9	25	28.5	27.0	2.08	7.7	250	254	264	6.67	2.5
			1.24					24.6					271			
			1.12					28.6					262			
			1.04					28.9					262			
			1.55					27.2					272			
			1.51					24.3					265			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.48	1.16	0.17	14.6	25	27.4	24.7	2.42	9.8	250	243	253	6.85	2.7
			1.10					22.6					259			
			1.08					27.8					254			
			1.16					25.0					258			
			0.99					22.4					248			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.13					23.0					260			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	0.98	1.17	0.19	16.0	25	28.3	25.8	2.12	8.2	250	250	252	15.88	6.3
			1.39					24.6					266			
			1.42					22.9					262			
			1.11					28.3					231			
			1.08					25.8					267			
			1.04					25.1					234			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.35	1.35	0.13	9.5	25	25.2	26.0	2.14	8.2	250	263	258	12.56	4.9
			1.44					22.5					272			
			1.33					27.0					234			
			1.16					28.8					261			
			1.53					27.2					259			
			1.28					25.7					258			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.02	1.17	0.21	17.6	25	27.4	27.5	1.49	5.4	250	269	249	11.97	4.8
			1.27					28.5					235			
			1.04					25.7					241			
			1.18					28.6					254			
			1.53					25.7					244			
			0.99					29.0					251			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.54	1.33	0.17	12.5	25	27.6	26.8	1.77	6.6	250	258	246	11.87	4.8
			1.43					25.1					241			

序号	化合物简称	低浓度（ng/kg）					中浓度（ng/kg）					高浓度（ng/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			1.34					29.0					264			
			1.07					27.4					240			
			1.21					24.3					237			
			1.36					27.6					236			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.29	1.21	0.19	16.0	25	26.6	23.3	1.66	7.1	250	253	240	6.97	2.9
			1.11					22.3					241			
			1.38					22.9					234			
			1.06					22.3					235			
			0.96					22.8					238			
			1.45					22.8					238			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	0.97	1.09	0.10	9.2	25	23.2	25.0	2.02	8.1	250	264	253	13.72	5.4
			1.27					27.9					268			
			1.10					24.8					235			
			1.06					24.3					255			
			1.04					22.8					239			
			1.12					26.8					260			
10	O ₈ CDF	2.5	2.70	2.75	0.52	19.0	50	40.4	48.0	4.61	9.6	500	543	538	29.17	5.4
			2.13					51.9					536			
			2.11					51.5					570			
			3.19					45.5					515			
			3.12					51.7					566			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			3.24					46.9					495			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.24	0.24	0.02	8.3	5.0	4.8	4.8	0.18	3.8	50	49	50	2.14	4.3
			0.23					5.1					48			
			0.21					5.0					48			
			0.24					4.5					52			
			0.27					5.0					51			
			0.23					4.8					53			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	1.13	1.36	0.15	11.3	25	26.8	25.8	2.11	8.2	250	270	258	12.86	5.0
			1.54					27.0					241			
			1.44					24.3					271			
			1.21					22.7					244			
			1.40					25.4					262			
			1.41					28.6					261			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.23	1.33	0.12	9.1	25	24.6	25.4	2.33	9.2	250	247	245	17.37	7.1
			1.38					27.6					274			
			1.39					28.9					223			
			1.36					24.0					249			
			1.14					24.8					247			
			1.47					22.7					232			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.53	1.25	0.25	20.3	25	25.2	25.6	2.16	8.4	250	230	248	11.72	4.7
			1.47					23.5					239			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			0.95					23.1					261			
			1.43					28.9					256			
			1.14					26.9					250			
			1.00					25.8					254			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.42	1.39	0.07	5.1	25	22.1	24.1	1.57	6.5	250	269	244	19.45	8.0
			1.28					25.9					225			
			1.48					22.6					233			
			1.34					25.4					267			
			1.40					25.1					241			
			1.43					23.7					229			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.40	1.25	0.23	18.7	25	24.1	24.7	1.21	4.9	250	272	246	16.61	6.7
			1.46					24.4					235			
			0.98					26.2					246			
			1.49					23.0					242			
			1.19					26.0					257			
			0.98					24.6					226			
17	O ₈ CDD	2.5	2.33	2.68	0.37	14.0	50	50.2	50.1	4.80	9.6	500	501	500	22.27	4.5
			2.24					42.3					532			
			2.82					52.9					473			
			2.92					46.8					492			
			3.21					53.8					521			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			2.53					54.8					485			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.5	2.6	2.5	0.09	3.4	50	53	50.9	1.19	2.3	501	510	506	3.90	0.77
			2.6					50					499			
			2.5					52					508			
			2.4					50					505			
			2.5					49					507			
			2.5					51					508			

表 1-21 实验室 6 土壤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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.32	0.30	0.04	12.8	5.0	4.6	4.9	0.28	5.8	50	50	49	1.5	3.0
			0.32					4.9					48			
			0.28					4.8					51			
			0.34					4.9					50			
			0.27					5.4					48			
			0.24					5.0					51			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.61	1.42	0.21	15.0	25	30.6	27.6	3.12	11.3	250	242	254	8.3	3.3
			1.61					29.4					246			
			1.14					24.0					260			
			1.36					24.7					258			
			1.20					25.9					254			
			1.57					31.1					264			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.30	1.41	0.24	16.9	25	25.8	28.8	2.45	8.5	250	245	258	10.1	3.9
			1.20					28.5					252			
			1.72					30.4					258			
			1.52					32.6					255			
			1.12					26.8					266			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.60					28.6					273			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.15	1.40	0.26	18.9	25	29.2	30.1	3.22	10.7	250	247	260	12.0	4.6
			1.29					24.6					260			
			1.37					32.6					256			
			1.13					28.9					270			
			1.75					32.5					249			
			1.68					32.9					278			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.37	1.47	0.17	11.6	25	31.5	28.4	3.12	11.0	250	256	256	17.8	7.0
			1.29					24.7					278			
			1.57					28.5					279			
			1.29					31.6					240			
			1.58					24.6					245			
			1.69					29.3					240			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.64	1.51	0.20	13.1	25	25.3	26.9	2.14	7.9	250	267	267	7.3	2.7
			1.67					28.7					265			
			1.64					27.2					255			
			1.61					30.1					274			
			1.22					25.6					273			
			1.30					24.7					272			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.21	1.31	0.09	7.2	25	29.8	28.2	2.73	9.7	250	262	256	10.8	4.2
			1.26					27.1					266			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.40					27.4					258			
			1.23					25.2					242			
			1.34					26.8					265			
			1.44					32.9					243			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.13	1.33	0.20	15.2	25	25.8	29.8	2.57	8.6	250	253	257	14.7	5.7
			1.36					28.1					272			
			1.45					31.8					251			
			1.12					32.6					279			
			1.25					31.2					245			
			1.64					29.5					245			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.20	1.51	0.19	12.4	25	25.0	29.5	2.66	9.0	250	265	262	10.8	4.1
			1.55					31.9					279			
			1.65					31.6					249			
			1.54					31.1					251			
			1.40					28.0					264			
			1.72					29.8					264			
10	O ₈ CDF	2.5	2.31	2.69	0.26	9.8	50	53.6	52.7	0.96	1.8	500	506	509	11.6	2.3
			2.75					51.8					516			
			2.63					51.2					519			
			2.73					53.3					489			
			2.60					53.3					519			

序号	化合物简称	低浓度（ng/kg）					中浓度（ng/kg）					高浓度（ng/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			3.12					52.9					508			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.31	0.32	0.03	10.1	5.0	5.3	5.2	0.23	4.4	50	50	50	1.3	2.7
			0.29					5.1					49			
			0.33					5.5					51			
			0.35					5.1					50			
			0.29					4.9					48			
			0.37					5.4					52			
			12					1,2,3,7,8-P ₅ CDD					1.25			
1.37	32.8	268														
1.64	32.7	273														
1.34	30.4	259														
1.38	26.2	270														
1.20	30.2	245														
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25		1.75	1.54	0.13	8.5		25	32.2	26.6	2.84		10.7	250	265
			1.58	25.9				277								
			1.56	25.2				242								
			1.36	26.4				240								
			1.48	25.8				260								
			1.49	24.2				248								
			14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD				1.25		1.28			1.44			0.21
1.42	27.9	260														

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.67					26.3					243			
			1.67					30.8					267			
			1.43					31.6					269			
			1.14					32.8					266			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.60	1.49	0.08	5.7	25	26.5	27.9	1.88	6.7	250	261	257	12.0	4.7
			1.36					25.9					266			
			1.51					27.7					242			
			1.51					29.0					244			
			1.42					31.1					272			
			1.52					27.5					259			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.21	1.42	0.19	13.4	25	26.4	26.9	1.70	6.3	250	275	264	11.3	4.3
			1.57					25.5					265			
			1.37					28.4					255			
			1.71					24.4					247			
			1.25					28.3					265			
			1.42					28.2					276			
17	O ₈ CDD	2.5	3.19	2.80	0.36	13.0	50	53.8	55.9	2.08	3.7	500	497	490	9.3	1.9
			2.37					58.7					483			
			3.02					57.6					480			
			2.32					56.3					495			
			2.98					53.4					502			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			2.90					55.6					482			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.5	2.7	2.9	0.21	7.2	50	57	57.5	2.01	3.5	501	514	519	5.3	1.0
			2.7					57					523			
			3.2					59					521			
			2.9					59					512			
			2.7					54					526			
			3.0					58					519			

表 1-22 实验室 1 沉积物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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.28	0.24	0.03	14.3	5.0	4.7	4.8	0.2	4.3	50	51	50	1.7	3.3
			0.21					4.9					48			
			0.22					5.0					52			
			0.22					4.8					50			
			0.28					4.5					49			
			0.21					5.1					52			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.68	1.46	0.27	18.2	25	22.1	24.5	3.6	14.7	250	261	246	20.5	8.3
			1.03					26.0					226			
			1.73					29.0					229			
			1.36					21.9					260			
			1.34					27.7					228			
			1.61					20.1					272			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	0.87	1.14	0.31	27.4	25	28.5	26.4	2.4	8.9	250	223	244	16.5	6.7
			1.20					22.1					267			
			0.93					27.2					259			
			1.33					28.4					233			
			1.64					26.1					245			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			0.86					26.5					239			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.53	1.37	0.20	14.8	25	25.2	25.6	2.8	10.9	250	246	239	14.2	6.0
			1.14					26.5					242			
			1.59					20.5					222			
			1.27					27.4					259			
			1.15					25.2					241			
			1.51					28.5					222			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	0.96	1.04	0.36	34.1	25	20.0	25.3	4.2	16.6	250	249	252	13.7	5.4
			0.82					29.8					249			
			1.74					20.1					239			
			0.98					27.7					239			
			0.76					27.3					266			
			0.98					26.9					272			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.27	1.09	0.22	20.4	25	27.2	25.5	2.2	8.5	250	270	253	18.7	7.4
			1.06					26.3					222			
			0.75					26.2					274			
			1.39					21.7					251			
			1.08					24.3					254			
			1.00					27.3					249			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.02	1.17	0.36	30.4	25	27.7	26.5	2.7	10.1	250	257	241	17.3	7.2
			1.62					22.8					230			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			0.90					29.6					226			
			0.86					26.4					242			
			1.00					28.7					223			
			1.63					23.9					266			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	0.76	1.18	0.27	22.6	25	26.5	24.0	2.6	10.8	250	242	246	10.4	4.2
			1.23					24.4					250			
			1.43					20.6					249			
			1.36					24.1					227			
			1.35					27.0					246			
			0.95					21.6					258			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.24	1.19	0.24	20.4	25	29.1	26.5	2.4	9.1	250	262	246	18.0	7.3
			0.91					28.3					237			
			0.89					27.0					268			
			1.51					25.2					255			
			1.28					27.1					233			
			1.30					22.4					222			
10	O ₈ CDF	2.50	3.32	2.76	0.55	20.0	50	46.2	49.6	2.2	4.3	500	486	532	35.7	6.7
			2.39					50.2					534			
			3.14					48.0					571			
			2.67					50.3					575			
			1.88					50.7					506			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			3.13					52.2					517			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.21	0.24	0.04	18.1	5.0	5.4	5.0	0.3	6.1	50	51	50	1.6	3.3
			0.20					5.1					49			
			0.25					4.7					49			
			0.28					4.7					49			
			0.30					5.0					49			
			0.20					5.3					53			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	0.97	1.31	0.34	25.9	25	22.4	24.2	3.4	14.1	250	239	246	19.0	7.7
			1.62					23.4					248			
			0.88					27.0					272			
			1.48					29.6					233			
			1.23					22.6					222			
			1.69					20.3					265			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	0.98	1.10	0.21	18.9	25	21.9	25.6	3.8	15.0	250	242	254	9.3	3.7
			0.86					27.9					254			
			1.32					25.4					268			
			1.27					20.2					258			
			0.90					29.8					257			
			1.26					28.4					246			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.57	1.36	0.34	25.2	25	26.3	24.0	2.0	8.2	250	266	257	11.2	4.4
			1.68					24.2					245			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.05					21.6					261			
			0.84					25.7					254			
			1.41					24.7					271			
			1.63					21.7					243			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.46	1.22	0.32	25.8	25	21.7	24.6	3.4	13.9	250	225	242	14.3	5.9
			1.24					29.7					244			
			0.86					21.2					224			
			0.96					26.5					256			
			1.70					26.4					244			
			1.11					22.2					256			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	0.96	0.98	0.30	30.9	25	26.9	25.7	1.9	7.4	250	271	249	16.1	6.5
			0.91					27.8					238			
			0.87					22.9					228			
			0.79					25.3					261			
			1.58					27.1					242			
			0.77					24.1					256			
17	O ₈ CDD	2.5	1.54	2.52	0.57	22.5	50	51.7	48.1	2.3	4.7	500	568	537	37.1	6.9
			2.39					45.1					488			
			2.81					46.3					524			
			3.19					48.5					565			
			2.38					48.1					573			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			2.80					48.8					501			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.50	2.2	2.4	0.24	9.7	50	50	50.6	1.7	3.3	501	485	495	12.6	2.5
			2.6					49					500			
			2.1					51					511			
			2.6					54					484			
			2.7					51					483			
			2.5					49					507			

表 1-23 实验室 2 沉积物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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.37	0.34	0.04	11.0	5.0	5.2	5.3	0.1	2.6	50	54	51	1.6	3.1
			0.36					5.4					52			
			0.28					5.5					51			
			0.31					5.2					50			
			0.37					5.4					52			
			0.36					5.2					50			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.41	1.58	0.19	12.1	25	31.8	28.4	3.2	11.3	250	261	263	23.3	8.9
			1.62					26.3					292			
			1.71					24.6					292			
			1.72					32.7					250			
			1.27					26.8					243			
			1.72					28.3					241			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.12	1.42	0.16	11.4	25	31.6	27.8	2.0	7.3	250	297	276	22.7	8.2
			1.53					27.5					296			
			1.42					28.4					244			
			1.54					27.3					268			
			1.39					26.1					293			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.54					26.1					257			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.54	1.55	0.18	11.5	25	26.7	29.1	2.2	7.6	250	246	257	13.1	5.1
			1.43					26.9					246			
			1.37					28.1					260			
			1.88					32.1					281			
			1.50					30.7					251			
			1.57					30.4					258			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.88	1.64	0.27	16.6	25	32.3	30.9	2.0	6.6	250	299	282	19.1	6.8
			1.74					32.5					298			
			1.70					30.7					272			
			1.30					31.8					254			
			1.90					31.1					272			
			1.30					27.0					299			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.11	1.44	0.25	17.1	25	30.6	27.9	2.7	9.6	250	269	282	11.1	3.9
			1.28					29.2					293			
			1.41					26.2					282			
			1.83					25.1					288			
			1.46					25.3					293			
			1.56					30.9					269			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.82	1.57	0.27	17.3	25	26.6	28.7	2.6	8.9	250	279	274	14.2	5.2
			1.64					30.9					292			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.79					26.5					271			
			1.39					32.5					252			
			1.11					28.8					284			
			1.67					26.6					266			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.53	1.72	0.18	10.4	25	32.2	28.7	3.3	11.5	250	262	262	8.0	3.0
			1.49					30.6					254			
			1.84					28.9					261			
			1.67					24.2					275			
			1.91					31.4					254			
			1.85					25.2					266			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.65	1.58	0.15	9.5	25	28.1	28.1	2.8	9.9	250	243	270	14.5	5.4
			1.69					26.8					265			
			1.70					32.1					276			
			1.48					30.7					283			
			1.65					25.6					278			
			1.32					25.2					274			
10	O ₈ CDF	2.5	2.89	2.96	0.20	6.6	50	50.0	52.8	2.7	5.1	500	489	514	22.2	4.3
			2.97					52.3					488			
			3.22					51.0					521			
			3.16					52.1					529			
			2.80					53.8					543			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			2.73					57.6					514			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.33	0.33	0.02	5.2	5.0	5.4	5.3	0.2	3.1	50	55	53	1.5	2.8
			0.35					5.3					55			
			0.32					5.1					51			
			0.34					5.5					53			
			0.30					5.5					52			
			0.33					5.2					54			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	1.51	1.31	0.33	24.9	25	30.4	27.5	2.6	9.4	250	271	264	16.4	6.2
			1.41					25.4					254			
			0.89					24.0					269			
			0.98					28.9					248			
			1.75					29.9					291			
			1.29					26.2					252			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.61	1.58	0.25	15.7	25	28.1	27.6	2.5	9.1	250	275	277	11.4	4.1
			1.35					29.7					280			
			1.79					26.3					278			
			1.93					24.8					268			
			1.52					31.2					266			
			1.29					25.5					298			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.32	1.59	0.22	13.7	25	26.1	27.8	3.1	11.2	250	245	276	19.0	6.9
			1.89					24.8					273			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.56					31.5					296			
			1.43					31.1					294			
			1.52					28.9					281			
			1.79					24.5					269			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.82	1.64	0.27	16.6	25	24.8	27.5	3.0	10.8	250	241	262	15.3	5.8
			1.62					24.6					255			
			1.43					32.6					258			
			1.22					28.8					286			
			1.95					27.2					264			
			1.79					26.9					272			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.27	1.31	0.26	19.8	25	28.4	28.6	2.7	9.3	250	288	264	16.3	6.2
			1.11					27.8					264			
			1.17					30.4					253			
			1.19					25.8					240			
			1.82					26.1					268			
			1.29					32.8					270			
17	O ₈ CDD	2.5	3.80	3.01	0.61	20.3	50	55.9	54.1	2.8	5.3	500	486	507	25.7	5.1
			2.58					56.8					545			
			3.71					56.3					490			
			2.38					53.3					485			
			2.60					49.3					533			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			2.97					52.9					502			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.5	2.9	3.0	0.14	4.8	50	59	55.8	2.2	3.9	501	552	542	15.1	2.8
			3.1					54					552			
			2.7					54					528			
			2.9					57					529			
			3.1					57					562			
			3.0					53					527			

表 1-24 实验室 3 沉积物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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.24	0.21	0.04	19.8	5.0	4.7	4.9	0.1	2.7	50	42	45	3.7	8.1
			0.16					4.9					45			
			0.24					5.1					46			
			0.17					4.9					41			
			0.18					5.0					51			
			0.25					4.9					47			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.30	1.36	0.21	15.4	25	20.8	21.4	2.6	12.3	250	227	220	21.3	9.7
			1.41					20.8					245			
			1.33					24.6					230			
			1.00					19.0					192			
			1.61					24.7					232			
			1.50					18.8					196			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.54	1.38	0.18	13.2	25	22.0	21.6	2.1	9.6	250	206	217	16.1	7.4
			1.19					21.5					228			
			1.19					19.2					217			
			1.28					21.5					219			
			1.47					20.2					239			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.60					25.3					193			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.00	1.21	0.25	20.6	25	19.6	22.1	2.4	11.1	250	191	220	18.5	8.4
			1.00					26.0					231			
			1.48					19.7					230			
			1.15					23.7					206			
			1.56					22.2					242			
			1.06					21.3					221			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.07	1.43	0.21	14.4	25	22.3	21.3	2.7	12.9	250	249	230	22.8	9.9
			1.57					21.0					235			
			1.49					24.6					256			
			1.59					23.5					220			
			1.30					18.0					192			
			1.56					18.1					232			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.43	1.31	0.20	15.4	25	22.2	23.1	1.3	5.5	250	250	237	21.9	9.2
			1.35					23.7					246			
			1.63					21.5					216			
			1.07					25.0					246			
			1.16					23.9					203			
			1.23					22.5					260			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.33	1.25	0.21	17.0	25	23.8	23.6	1.4	5.9	250	202	203	9.4	4.6
			1.55					24.5					199			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.00					23.9					207			
			1.27					25.5					193			
			1.35					22.3					220			
			1.01					21.8					198			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.56	1.45	0.22	15.1	25	19.8	21.6	3.0	13.9	250	240	230	20.2	8.8
			1.02					25.0					243			
			1.62					23.9					208			
			1.44					23.9					201			
			1.56					18.3					238			
			1.49					18.6					250			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.04	1.28	0.17	13.4	25	24.4	22.7	2.0	8.8	250	258	229	20.4	8.9
			1.19					20.5					237			
			1.50					22.3					212			
			1.28					25.6					232			
			1.46					22.6					201			
			1.23					20.8					237			
10	O ₈ CDF	2.5	2.01	2.13	0.17	7.8	50	47.5	45.3	4.1	9.0	500	429	438	30.8	7.0
			2.06					42.1					406			
			2.34					51.3					402			
			2.07					40.7					476			
			1.97					42.8					456			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			2.34					47.6					462			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.22	0.19	0.03	14.0	5.0	5.1	4.7	0.3	6.4	50	51	48	3.1	6.5
			0.20					4.7					49			
			0.21					4.6					43			
			0.17					4.7					45			
			0.15					4.4					51			
			0.18					5.1					48			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	1.32	1.31	0.21	16.1	25	25.3	22.3	2.3	10.3	250	218	222	23.6	10.6
			1.29					22.0					199			
			1.07					19.6					216			
			1.09					20.1					199			
			1.58					24.6					243			
			1.52					22.4					257			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.13	1.25	0.22	17.9	25	18.8	21.1	2.9	14.0	250	194	230	21.4	9.3
			1.02					24.2					225			
			1.20					18.5					243			
			1.62					22.7					219			
			1.11					18.0					245			
			1.40					24.2					252			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.14	1.13	0.09	7.9	25	20.7	22.1	1.4	6.4	250	208	220	18.6	8.4
			1.13					21.5					229			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.03					21.7					244			
			1.18					24.8					230			
			1.03					21.6					191			
			1.26					22.1					220			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.06	1.21	0.23	19.1	25	18.5	22.9	2.5	11.1	250	230	213	15.3	7.2
			1.17					24.6					195			
			1.01					22.7					200			
			1.63					23.6					227			
			1.08					25.9					205			
			1.30					22.2					224			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.29	1.44	0.24	16.5	25	19.5	21.7	3.1	14.3	250	259	243	9.5	3.9
			1.56					18.7					232			
			1.02					26.0					247			
			1.56					18.9					245			
			1.54					24.4					238			
			1.65					22.8					238			
17	O ₈ CDD	2.5	2.05	2.00	0.15	7.7	50	46.8	45.6	4.0	8.8	500	490	474	32.9	6.9
			2.28					40.9					493			
			1.93					43.7					460			
			1.83					47.7					426			
			1.98					42.8					520			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.95					52.0					458			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.5	2.6	2.5	0.16	6.4	50	46	44.6	1.6	3.5	501	439	446	12.8	2.9
			2.4					45					443			
			2.4					42					443			
			2.4					45					430			
			2.7					44					465			
			2.8					46					457			

表 1-25 实验室 4 沉积物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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.18	0.20	0.02	8.9	5.0	4.1	4.6	0.4	8.0	50	46	46	1.4	3.0
			0.23					4.4					48			
			0.21					5.0					44			
			0.20					5.0					45			
			0.19					4.5					47			
			0.19					4.3					45			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.09	1.17	0.11	9.4	25	24.2	22.7	2.2	9.6	250	198	204	6.3	3.1
			1.25					22.0					211			
			1.28					25.9					210			
			1.07					22.0					196			
			1.06					22.7					207			
			1.29					19.5					203			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.21	1.06	0.15	14.5	25	23.9	24.0	1.7	7.1	250	209	215	9.9	4.6
			1.07					24.6					234			
			0.89					21.6					214			
			0.87					22.5					208			
			1.23					25.5					210			

序号	化合物简称	低浓度（ng/kg）					中浓度（ng/kg）					高浓度（ng/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			1.10					26.1					217			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	0.81	1.05	0.16	15.2	25	26.9	23.2	3.8	16.3	250	228	214	19.8	9.3
			1.01					26.0					193			
			1.01					19.2					230			
			1.30					20.8					192			
			1.12					19.3					205			
			1.07					26.9					236			
			5					1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF					1.25			
1.18	26.4	237														
1.22	19.1	213														
1.16	26.1	239														
1.28	22.5	210														
1.19	26.9	194														
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25		0.98	1.07	0.21	19.4		25	24.5	23.0	2.4		10.3	250	210
			0.86	25.7				233								
			0.84	22.2				215								
			1.33	21.2				223								
			1.17	19.6				197								
			1.25	24.7				226								
			7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF				1.25		0.89			0.99			0.18
1.10	19.5	195														

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			0.85					21.1					234			
			1.29					20.5					214			
			0.98					23.6					190			
			0.82					22.5					203			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	0.88	1.04	0.15	14.5	25	23.2	23.3	2.4	10.2	250	210	201	10.3	5.1
			1.03					19.3					190			
			1.26					22.4					195			
			1.18					25.4					196			
			0.92					23.8					217			
			0.97					26.0					200			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	0.80	1.12	0.18	16.0	25	23.3	22.9	1.7	7.2	250	220	217	10.8	5.0
			1.34					21.4					231			
			1.13					22.7					217			
			1.15					25.2					200			
			1.08					20.8					224			
			1.19					24.2					211			
10	O ₈ CDF	2.5	2.13	2.26	0.26	11.4	50	50.2	48.8	4.5	9.2	500	464	436	24.6	5.6
			2.52					52.6					463			
			2.21					52.5					442			
			2.43					40.8					408			
			2.43					50.2					430			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.83					46.8					410			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.20	0.20	0.02	7.4	5.0	4.2	4.6	0.3	5.7	50	49	47	3.1	6.5
			0.20					4.6					51			
			0.21					4.8					44			
			0.19					4.6					50			
			0.23					4.8					44			
			0.19					4.3					46			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	1.07	1.05	0.04	4.2	25	24.3	22.7	2.3	10.2	250	238	225	12.4	5.5
			1.02					22.1					228			
			1.06					19.9					202			
			1.01					26.1					222			
			1.13					23.5					231			
			1.03					20.7					228			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.01	1.00	0.15	14.8	25	21.1	20.8	1.6	7.9	250	207	222	14.0	6.3
			1.19					19.3					227			
			1.12					20.8					215			
			0.81					20.7					206			
			0.85					23.7					239			
			1.01					19.1					235			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	0.92	1.06	0.18	16.7	25	26.0	23.7	1.5	6.5	250	217	207	9.9	4.8
			0.85					21.9					200			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			0.98					23.1					194			
			1.07					22.3					211			
			1.30					24.6					200			
			1.23					24.3					217			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.15	1.11	0.18	16.5	25	24.5	23.1	2.5	10.7	250	207	211	4.0	1.9
			1.25					22.8					217			
			1.00					19.3					207			
			1.32					23.2					212			
			0.81					26.8					210			
			1.11					22.0					216			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.08	1.01	0.17	16.6	25	22.1	24.6	2.0	8.0	250	213	214	17.8	8.3
			0.86					22.3					193			
			1.21					26.4					205			
			0.83					24.7					201			
			1.17					25.8					234			
			0.89					26.4					236			
17	O ₈ CDD	2.5	2.21	2.07	0.29	14.0	50	50.8	49.0	3.9	8.0	500	433	438	27.7	6.3
			2.33					51.3					458			
			1.71					41.9					421			
			2.34					49.5					484			
			1.71					47.6					420			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			2.14					53.0					411			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.5	2.1	2.1	0.09	4.1	50	48	46.3	1.9	4.0	501	444	439	10.5	2.4
			2.1					46					455			
			2.0					43					425			
			2.1					47					436			
			2.3					48					432			
			2.1					47					443			

表 1-26 实验室 5 沉积物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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.30	0.28	0.04	12.8	5.0	4.7	4.8	0.2	4.4	50	51	48	1.7	3.6
			0.21					4.9					48			
			0.26					4.7					48			
			0.29					5.0					49			
			0.30					4.5					46			
			0.29					5.0					47			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.49	1.29	0.19	14.5	25	24.2	24.9	1.9	7.6	250	241	249	10.5	4.2
			1.28					27.1					256			
			1.07					23.5					260			
			1.13					22.1					257			
			1.53					26.4					244			
			1.24					25.8					234			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.05	1.32	0.15	11.3	25	24.4	24.9	2.1	8.6	250	275	262	13.4	5.1
			1.38					27.7					275			
			1.25					27.3					239			
			1.45					23.8					267			
			1.42					22.2					257			
			1.38					24.2					258			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.15	1.30	0.16	12.2	25	24.5	25.2	2.2	8.5	250	264	259	5.6	2.2
			1.44					26.6					253			
			1.20					28.9					254			
			1.36					23.2					256			
			1.51					23.5					267			
			1.14					24.5					263			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.05	1.19	0.16	13.0	25	26.4	25.8	2.3	9.1	250	245	261	10.4	4.0
			1.43					27.8					267			
			1.31					28.6					267			
			1.18					25.0					269			
			1.02					24.3					268			
			1.17					22.3					250			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.15	1.29	0.12	9.5	25	24.8	25.6	1.6	6.3	250	274	257	15.6	6.1
			1.35					24.2					265			
			1.39					27.4					246			
			1.34					27.9					268			
			1.39					24.2					256			
			1.12					25.3					232			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.04	1.15	0.13	11.5	25	24.8	24.9	1.4	5.6	250	253	249	9.9	4.0
			1.09					23.8					253			
			1.08					25.1					250			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.27					23.0					242			
			1.06					26.7					261			
			1.36					26.2					233			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.11	1.20	0.16	13.0	25	28.0	25.8	2.7	10.5	250	252	250	9.9	4.0
			1.33					23.0					247			
			1.05					26.7					251			
			1.03					26.5					248			
			1.38					22.1					267			
			1.32					28.7					237			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.03	1.32	0.23	17.1	25	25.1	24.2	2.3	9.3	250	249	245	15.5	6.3
			1.52					22.6					239			
			1.52					28.2					275			
			1.07					22.6					237			
			1.30					24.3					241			
			1.49					22.3					230			
10	O ₈ CDF	2.5	2.58	2.92	0.49	17.0	50	40.3	44.9	5.3	11.8	500	481	519	42.4	8.2
			2.93					51.3					532			
			3.33					42.7					497			
			2.12					40.5					472			
			3.44					52.0					569			
			3.09					43.0					566			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.22	0.24	0.03	14.4	5.0	5.3	5.0	0.2	4.1	50	51	50	0.8	1.7
			0.23					4.8					49			
			0.21					4.9					48			
			0.20					5.3					50			
			0.29					4.9					50			
			0.26					5.0					49			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	0.99	1.17	0.19	16.1	25	28.7	26.6	1.5	5.5	250	258	248	17.2	6.9
			1.47					25.3					241			
			1.06					24.6					224			
			1.06					26.9					236			
			1.12					26.9					263			
			1.34					27.4					268			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.11	1.13	0.21	18.7	25	24.8	24.8	2.0	7.9	250	265	254	12.8	5.0
			1.04					22.4					271			
			0.95					23.6					242			
			1.10					26.3					249			
			1.02					23.7					239			
			1.54					27.8					259			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.19	1.17	0.13	11.0	25	23.1	25.2	2.4	9.4	250	259	234	15.4	6.6
			1.10					24.6					226			
			1.37					28.2					220			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			0.98					25.5					226			
			1.20					22.2					248			
			1.20					27.4					228			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.47	1.37	0.09	6.4	25	28.3	25.3	2.1	8.3	250	274	257	16.8	6.5
			1.43					24.0					273			
			1.35					26.6					241			
			1.35					26.3					242			
			1.22					23.3					268			
			1.41					23.2					241			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.17	1.30	0.16	12.3	25	24.4	25.5	2.8	11.1	250	256	257	13.4	5.2
			1.55					28.6					271			
			1.35					28.4					234			
			1.09					22.6					267			
			1.32					26.8					263			
			1.29					22.3					253			
17	O ₈ CDD	2.5	2.93	2.68	0.33	12.3	50	43.7	46.4	3.8	8.2	500	504	523	31.5	6.0
			2.86					49.2					563			
			2.39					50.7					545			
			3.11					43.2					498			
			2.30					42.1					545			
			2.50					49.3					485			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.5	2.2	2.5	0.18	7.5	50	52	51.0	1.2	2.4	501	526	508	16.1	3.2
			2.7					51					514			
			2.4					52					479			
			2.4					51					503			
			2.6					49					516			
			2.7					51					508			

表 1-27 实验室 6 沉积物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 7 月

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.25	0.37	0.30	0.05	16.3	5.0	4.9	5.1	0.4	7.7	50	50	49	1.5	3.1
			0.32					4.9					48			
			0.26					5.7					52			
			0.26					5.2					48			
			0.33					4.6					48			
			0.25					5.5					50			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.20	1.40	0.19	13.5	25	28.4	29.9	2.6	8.5	250	253	259	9.4	3.6
			1.61					30.7					263			
			1.16					28.5					263			
			1.40					32.8					253			
			1.59					26.4					275			
			1.41					32.6					250			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1.14	1.27	0.14	10.9	25	26.3	26.6	1.5	5.5	250	255	260	15.1	5.8
			1.49					29.1					241			
			1.29					25.0					273			
			1.20					26.4					271			
			1.13					27.5					245			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.34					25.6					276			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.67	1.53	0.18	11.5	25	29.7	26.9	2.2	8.3	250	241	250	5.3	2.1
			1.41					28.2					248			
			1.61					24.4					258			
			1.23					24.3					250			
			1.56					26.5					252			
			1.68					28.2					250			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.73	1.45	0.16	11.2	25	28.4	28.9	3.5	12.1	250	267	259	13.0	5.0
			1.40					32.3					257			
			1.33					32.3					274			
			1.49					24.8					246			
			1.50					31.0					267			
			1.27					24.8					241			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1.42	1.36	0.13	9.5	25	29.7	28.4	2.5	8.8	250	251	246	4.5	1.8
			1.13					31.5					252			
			1.35					25.5					244			
			1.44					25.4					243			
			1.49					29.9					248			
			1.31					28.2					241			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1.21	1.46	0.21	14.4	25	32.0	29.2	2.4	8.3	250	277	266	13.7	5.2
			1.68					26.8					246			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.29					26.8					279			
			1.47					32.3					277			
			1.39					28.6					255			
			1.74					28.6					262			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1.35	1.38	0.26	19.0	25	29.2	28.4	2.3	8.0	250	272	266	11.2	4.2
			1.73					29.0					278			
			1.32					24.4					265			
			1.11					27.5					274			
			1.12					29.6					259			
			1.66					30.9					248			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1.34	1.42	0.18	13.0	25	27.9	29.2	2.1	7.3	250	272	257	13.3	5.2
			1.43					27.7					244			
			1.14					27.8					252			
			1.63					32.9					270			
			1.35					30.9					241			
			1.61					28.2					263			
10	O ₈ CDF	2.5	2.55	3.06	0.33	10.7	50	49.3	51.6	3.7	7.1	500	520	508	10.8	2.1
			3.08					50.1					498			
			3.29					51.6					507			
			3.35					52.5					516			
			2.79					47.7					515			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			3.32					58.2					492			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.25	0.32	0.30	0.06	18.7	5.0	5.3	5.4	0.1	2.2	50	52	49	1.6	3.2
			0.29					5.4					48			
			0.24					5.2					49			
			0.24					5.5					49			
			0.37					5.4					48			
			0.36					5.5					48			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	1.28	1.31	0.14	10.7	25	24.3	27.5	2.9	10.5	250	249	254	13.2	5.2
			1.14					31.0					280			
			1.26					28.0					245			
			1.27					24.4					247			
			1.56					26.9					255			
			1.35					30.6					246			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.47	1.44	0.19	13.1	25	24.2	28.2	2.8	9.9	250	257	260	3.5	1.4
			1.28					28.2					259			
			1.23					26.1					257			
			1.36					30.3					261			
			1.74					28.4					266			
			1.54					32.0					261			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1.71	1.45	0.20	14.1	25	28.8	29.1	0.9	3.0	250	243	258	12.8	5.0
			1.53					30.5					266			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			1.59					29.1					252			
			1.40					29.7					251			
			1.27					28.0					259			
			1.17					28.8					279			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1.45	1.45	0.21	14.5	25	24.9	27.9	3.2	11.6	250	246	261	13.9	5.3
			1.35					26.4					254			
			1.72					29.6					246			
			1.11					24.1					278			
			1.60					32.2					268			
			1.49					30.1					274			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1.34	1.38	0.15	11.2	25	27.1	27.1	2.8	10.2	250	273	260	13.8	5.3
			1.46					24.8					240			
			1.12					28.4					250			
			1.43					25.9					276			
			1.58					24.5					265			
			1.34					31.9					258			
17	O ₈ CDD	2.5	3.19	2.80	0.36	13.0	50	54.2	52.2	3.1	6.0	500	481	494	11.6	2.4
			2.37					51.4					497			
			3.02					48.7					492			
			2.32					49.5					492			
			2.98					52.0					515			

序号	化合物简称	低浓度 (ng/kg)					中浓度 (ng/kg)					高浓度 (ng/kg)				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
			2.90					57.1					487			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.5	2.7	2.8	0.13	4.9	50	53	55.3	2.3	4.1	501	509	512	3.7	0.73
			2.7					59					513			
			2.7					54					515			
			2.6					53					515			
			2.9					56					507			
			2.9					57					516			

1.4 方法正确度测试数据

分别称取 6 份 10.0 g 的空白石英砂、土壤样品和沉积物样品进行正确度测定。样品中均未检出目标化合物，分别按照低、中、高 3 种浓度进行加标，二噁英类标准物质加标毒性当量质量分数分别为：低浓度加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg（加标质量分数：四氯代二噁英类为 0.250 ng/kg，五氯代～七氯代二噁英类为 1.25 ng/kg，八氯代二噁英类为 2.50 ng/kg）；中浓度加标毒性当量质量分数为 50.0 ng TEQ/kg（加标质量分数：四氯代二噁英类为 5.00 ng/kg，五氯代～七氯代二噁英类为 25.0 ng/kg，八氯代二噁英类为 50.0 ng/kg）；高浓度加标毒性当量质量分数为 501 ng TEQ/kg（加标质量分数：四氯代二噁英类为 50.0 ng/kg，五氯代～七氯代二噁英类为 250 ng/kg，八氯代二噁英类为 500 ng/kg），再加入提取内标，添加量为 500 pg～1000 pg（四氯代～七氯代二噁英类为 500 pg，八氯代二噁英类为 1000 pg）。加标后，按照本标准建立的方法体系进行样品提取、净化，最后再加入 500 pg 进样内标，定容至 30 μ l，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汇总统计分析，计算加标回收率的均值及偏差。测试数据分别见表 1-28～表 1-45。

取 6 份有证标准物质（WMS-01），加入提取内标，添加量为 500 pg～1000 pg（四氯代～七氯代二噁英类为 500 pg，八氯代二噁英类为 1000 pg）。加标后，按照本标准建立的方法体系进行样品提取、净化，最后再加入 500 pg 进样内标，定容至 30 μ l，仪器分析，分别计算有证标准物质的平均值和相对误差。测试数据分别见表 1-46～表 1-51。

表 1-28 实验室 1 空白石英砂加标测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.21	84.0	100.0	5.0	4.8	96.4	99.0	50	48	96.6	98.6
		ND		0.21	84.0			5.2	103.6			48	96.0	
		ND		0.28	112.0			5.1	102.8			48	96.8	
		ND		0.28	112.0			4.6	91.8			50	100.8	
		ND		0.29	116.0			5.2	103.8			48	96.8	
		ND		0.23	92.0			4.8	95.6			52	104.4	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.62	129.6	110.9	25	29.3	117.3	101.5	250	257	102.7	101.9
		ND		1.57	125.6			24.2	96.6			236	94.4	
		ND		1.74	139.2			23.8	95.0			268	107.4	
		ND		1.27	101.6			20.3	81.3			274	109.5	
		ND		1.32	105.6			25.7	102.8			231	92.5	
		ND		0.80	64.0			29.0	116.2			262	105.0	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	0.99	79.2	88.5	25	23.5	94.2	107.0	250	246	98.5	99.6
		ND		0.85	68.0			26.5	105.9			234	93.4	
		ND		1.27	101.6			26.5	106.0			273	109.1	
		ND		1.26	100.8			29.2	116.9			246	98.6	
		ND		1.37	109.6			27.7	110.8			263	105.0	
		ND		0.90	72.0			27.1	108.3			233	93.0	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.24	99.2	101.9	25	21.8	87.3	103.1	250	264	105.8	101.1
		ND		1.08	86.4			28.8	115.2			249	99.6	
		ND		1.66	132.8			27.8	111.2			236	94.4	
		ND		1.28	102.4			24.7	98.6			236	94.2	
		ND		0.84	67.2			22.0	88.0			265	106.1	
		ND		1.54	123.2			29.6	118.5			266	106.4	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.21	96.8	107.7	25	27.4	109.8	96.7	250	229	91.7	94.9
		ND		1.62	129.6			26.0	104.0			230	92.1	
		ND		1.27	101.6			22.7	90.8			233	93.1	
		ND		1.31	104.8			23.4	93.8			228	91.2	
		ND		1.35	108.0			24.7	98.6			236	94.4	
		ND		1.32	105.6			20.9	83.4			268	107.2	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.32	105.6	104.3	25	27.7	110.6	98.9	250	249	99.5	100.6
		ND		1.31	104.8			23.9	95.6			269	107.7	
		ND		1.44	115.2			26.4	105.7			271	108.4	
		ND		1.08	86.4			27.7	110.9			236	94.4	
		ND		1.11	88.8			21.6	86.4			261	104.3	
		ND		1.56	124.8			21.1	84.3			224	89.4	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.74	139.2	99.2	25	21.7	86.7	92.9	250	242	96.9	100.9
		ND		0.86	68.8			28.7	115.0			271	108.2	
		ND		1.59	127.2			20.8	83.4			241	96.3	
		ND		1.63	130.4			23.6	94.5			261	104.4	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.77	61.6			21.7	86.8			264	105.5	
		ND		0.85	68.0			22.8	91.0			236	94.2	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.45	116.0	122.8	25	23.4	93.4	100.3	250	259	103.4	101.6
		ND		1.63	130.4			28.3	113.0			268	107.1	
		ND		1.41	112.8			25.0	100.1			264	105.7	
		ND		1.70	136.0			24.5	98.1			231	92.5	
		ND		1.60	128.0			25.7	102.6			249	99.6	
		ND		1.42	113.6			23.6	94.6			252	101.0	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	0.75	60.0	97.9	25	28.9	115.4	103.7	250	221	88.5	101.5
		ND		1.71	136.8			26.1	104.4			264	105.5	
		ND		0.85	68.0			29.9	119.5			266	106.2	
		ND		1.15	92.0			20.2	80.9			256	102.6	
		ND		1.33	106.4			24.8	99.2			256	102.6	
		ND		1.55	124.0			25.7	102.7			260	103.9	
10	O ₈ CDF	ND	2.5	2.36	94.4	99.7	50	49.6	99.2	99.8	500	567	113.3	104.9
		ND		2.08	83.2			51.5	103.1			569	113.9	
		ND		2.54	101.6			54.7	109.4			476	95.2	
		ND		3.25	130.0			45.9	91.9			487	97.4	
		ND		1.79	71.6			52.3	104.7			556	111.3	
		ND		2.93	117.2			45.4	90.8			491	98.3	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.22	88.0	106.7	5.0	4.9	97.6	100.3	50	51	102.8	101.0
		ND		0.28	112.0			5.0	99.6			50	100.0	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.28	112.0			4.8	96.0			51	101.4	
		ND		0.24	96.0			5.1	102.8			48	95.6	
		ND		0.29	116.0			4.8	96.0			51	102.4	
		ND		0.29	116.0			5.5	110.0			52	103.8	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	1.25	1.67	133.6	100.8	25	23.9	95.7	97.0	250	260	103.8	102.5
		ND		1.00	80.0			22.6	90.4			263	105.3	
		ND		1.22	97.6			23.5	94.0			267	106.8	
		ND		0.97	77.6			29.1	116.4			223	89.3	
		ND		1.06	84.8			25.8	103.4			258	103.1	
		ND		1.64	131.2			20.5	81.8			267	106.9	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.21	96.8	84.4	25	29.9	119.5	97.9	250	265	106.0	103.4
		ND		0.85	68.0			25.5	102.1			269	107.4	
		ND		1.27	101.6			21.2	84.7			259	103.7	
		ND		1.49	119.2			20.2	80.7			229	91.6	
		ND		0.76	60.8			20.1	80.5			261	104.2	
		ND		0.75	60.0			29.9	119.7			269	107.7	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	0.78	62.4	105.7	25	23.1	92.5	96.1	250	236	94.3	99.2
		ND		0.98	78.4			22.2	88.8			268	107.1	
		ND		1.63	130.4			22.4	89.4			241	96.4	
		ND		1.37	109.6			26.5	106.2			260	104.2	
		ND		1.67	133.6			24.6	98.6			240	95.9	
		ND		1.50	120.0			25.4	101.5			243	97.2	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.16	92.8	105.3	25	25.4	101.4	106.2	250	270	107.9	97.2
		ND		0.86	68.8			21.9	87.6			239	95.8	
		ND		1.59	127.2			29.0	115.8			247	98.8	
		ND		1.38	110.4			28.6	114.2			238	95.2	
		ND		1.36	108.8			28.0	111.9			239	95.5	
		ND		1.55	124.0			26.6	106.3			226	90.2	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.19	95.2	100.5	25	27.4	109.7	90.4	250	239	95.5	99.4
		ND		1.04	83.2			20.0	80.2			252	100.7	
		ND		0.96	76.8			20.1	80.5			268	107.0	
		ND		1.75	140.0			23.4	93.8			239	95.5	
		ND		1.27	101.6			20.4	81.8			228	91.4	
		ND		1.33	106.4			24.1	96.5			266	106.6	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	2.22	88.8	88.6	50	51.4	102.9	99.4	500	503	100.5	107.0
		ND		2.24	89.6			52.9	105.7			520	104.0	
		ND		2.13	85.2			46.7	93.4			577	115.5	
		ND		1.68	67.2			54.6	109.2			512	102.3	
		ND		2.64	105.6			45.8	91.7			519	103.8	
		ND		2.38	95.2			46.6	93.3			579	115.9	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	2.6	102.3	99.0	50	49	98.3	100.8	501	506	100.9	100.6
		ND		2.1	84.3			50	99.6			503	100.5	
		ND		2.7	108.9			49	98.8			521	103.9	
		ND		2.5	98.1			54	108.1			478	95.5	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		2.4	97.3			50	100.9			513	102.3	
		ND		2.6	103.1			50	99.3			502	100.2	

表 1-29 实验室 2 空白石英砂加标测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.29	116.0	123.3	5.0	5.4	108.4	105.0	50	53	106.4	103.7
		ND		0.26	104.0			4.9	98.4			50	99.0	
		ND		0.30	120.0			5.2	103.0			52	103.0	
		ND		0.29	116.0			5.1	102.4			50	99.8	
		ND		0.34	136.0			5.5	110.0			53	106.2	
		ND		0.37	148.0			5.4	108.0			54	107.6	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.11	88.8	109.2	25	26.9	107.5	112.2	250	252	100.9	105.5
		ND		1.94	155.2			27.0	108.0			276	110.4	
		ND		1.18	94.4			25.7	102.9			262	104.6	
		ND		1.39	111.2			29.8	119.0			286	114.4	
		ND		1.41	112.8			28.7	114.8			253	101.3	
		ND		1.16	92.8			30.3	121.1			254	101.4	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.86	148.8	106.8	25	32.1	128.3	128.4	250	250	99.8	109.3
		ND		1.23	98.4			32.7	130.6			245	98.0	
		ND		1.23	98.4			32.1	128.2			296	118.4	
		ND		1.24	99.2			32.5	129.8			287	114.8	
		ND		1.14	91.2			31.2	124.7			290	116.1	
		ND		1.31	104.8			32.2	129.0			272	108.8	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.79	143.2	118.8	25	28.2	112.7	112.0	250	251	100.2	103.1

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.51	120.8			28.8	115.2			247	99.0	
		ND		1.76	140.8			27.1	108.4			269	107.7	
		ND		1.12	89.6			25.8	103.1			252	100.6	
		ND		1.21	96.8			32.1	128.4			284	113.8	
		ND		1.52	121.6			26.0	103.9			243	97.0	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.11	88.8	127.7	25	31.3	125.0	113.1	250	297	118.7	114.9
		ND		1.87	149.6			28.5	113.9			281	112.2	
		ND		1.69	135.2			31.8	127.0			296	118.4	
		ND		1.83	146.4			25.4	101.8			296	118.6	
		ND		1.95	156.0			25.2	100.8			257	102.7	
		ND		1.13	90.4			27.5	110.2			297	118.6	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.56	124.8	118.5	25	24.0	96.1	109.7	250	255	102.0	104.5
		ND		1.17	93.6			28.7	114.8			257	102.7	
		ND		1.22	97.6			32.1	128.4			257	102.6	
		ND		1.70	136.0			25.9	103.4			250	99.8	
		ND		1.30	104.0			24.8	99.0			262	105.0	
		ND		1.94	155.2			29.1	116.4			287	114.9	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.21	96.8	118.3	25	27.7	110.9	114.3	250	267	107.0	110.8
		ND		1.73	138.4			28.3	113.3			271	108.5	
		ND		1.52	121.6			26.8	107.1			250	99.8	
		ND		1.49	119.2			25.1	100.6			298	119.0	
		ND		1.74	139.2			32.2	129.0			293	117.1	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.18	94.4			31.2	124.9			283	113.2	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.25	100.0	111.9	25	27.3	109.2	102.7	250	261	104.5	108.7
		ND		1.17	93.6			24.9	99.8			256	102.4	
		ND		1.45	116.0			25.4	101.5			300	120.0	
		ND		1.27	101.6			25.3	101.1			251	100.3	
		ND		1.63	130.4			26.1	104.2			288	115.2	
		ND		1.62	129.6			25.0	100.1			275	109.8	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.34	107.2	123.6	25	30.2	120.9	114.4	250	299	119.5	113.0
		ND		1.42	113.6			30.9	123.6			271	108.3	
		ND		1.69	135.2			25.3	101.0			296	118.2	
		ND		1.84	147.2			28.7	114.7			261	104.4	
		ND		1.33	106.4			25.1	100.4			292	116.8	
		ND		1.65	132.0			31.5	126.0			277	110.8	
10	O ₈ CDF	ND	2.5	3.05	122.0	122.5	50	49.0	98.0	107.7	500	477	95.4	99.3
		ND		2.78	111.2			57.0	114.0			510	102.0	
		ND		3.18	127.2			57.0	114.1			523	104.7	
		ND		2.58	103.2			55.0	109.9			473	94.5	
		ND		3.05	122.0			50.3	100.6			517	103.4	
		ND		3.73	149.2			54.8	109.6			481	96.1	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.32	128.0	125.3	5.0	5.1	101.8	104.6	50	50	99.2	104.9
		ND		0.32	128.0			5.2	104.4			51	101.4	
		ND		0.32	128.0			5.3	105.8			52	104.8	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.32	128.0			5.5	109.6			55	109.8	
		ND		0.32	128.0			5.4	108.0			54	107.8	
		ND		0.28	112.0			4.9	98.0			53	106.4	
12	1,2,3,7,8-P ₃ CDD	ND	1.25	1.32	105.6	108.1	25	28.6	114.2	113.3	250	250	100.2	105.3
		ND		1.48	118.4			26.3	105.0			276	110.4	
		ND		1.04	83.2			27.9	111.6			242	96.6	
		ND		1.14	91.2			31.4	125.7			248	99.3	
		ND		1.74	139.2			26.5	105.8			284	113.6	
		ND		1.39	111.2			29.4	117.8			280	111.8	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.22	97.6	117.2	25	24.6	98.4	113.6	250	255	102.2	107.1
		ND		1.71	136.8			32.8	131.1			241	96.4	
		ND		1.61	128.8			29.0	116.0			272	108.8	
		ND		1.75	140.0			28.9	115.4			283	113.2	
		ND		1.40	112.0			29.0	116.1			271	108.4	
		ND		1.10	88.0			26.2	104.8			284	113.8	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.37	109.6	123.9	25	26.5	106.1	110.9	250	287	114.9	111.6
		ND		1.30	104.0			28.2	113.0			294	117.8	
		ND		1.59	127.2			26.5	106.0			243	97.2	
		ND		1.77	141.6			32.4	129.6			299	119.4	
		ND		1.46	116.8			25.2	100.8			266	106.2	
		ND		1.80	144.0			27.5	110.0			286	114.2	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.51	120.8	119.7	25	24.9	99.4	110.0	250	259	103.4	103.3

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.51	120.8			28.0	112.1			241	96.6	
		ND		1.85	148.0			25.5	101.9			240	96.0	
		ND		1.79	143.2			30.9	123.7			277	110.6	
		ND		1.16	92.8			29.3	117.0			256	102.6	
		ND		1.16	92.8			26.5	105.9			276	110.3	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.26	100.8	109.5	25	31.3	125.3	113.6	250	285	113.8	105.5
		ND		1.80	144.0			25.9	103.8			252	100.8	
		ND		1.15	92.0			29.0	116.1			289	115.6	
		ND		1.75	140.0			27.5	110.0			240	96.0	
		ND		1.14	91.2			31.3	125.1			264	105.4	
		ND		1.11	88.8			25.4	101.4			253	101.1	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	3.49	139.6	112.7	50	54.9	109.9	111.2	500	549	109.9	104.8
		ND		3.11	124.4			52.2	104.5			516	103.3	
		ND		2.62	104.8			56.8	113.7			537	107.4	
		ND		2.97	118.8			57.0	113.9			514	102.9	
		ND		2.41	96.4			55.5	110.9			536	107.1	
		ND		2.30	92.0			57.2	114.3			491	98.2	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	3.0	120.7	114.4	50	57	114.0	115.8	501	514	102.6	107.2
		ND		2.9	117.1			58	115.6			522	104.2	
		ND		2.7	108.7			58	115.7			532	106.2	
		ND		2.8	112.3			60	119.6			546	108.9	
		ND		2.9	117.3			57	113.8			557	111.3	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		2.8	110.3			58	116.3			551	110.1	

表 1-30 实验室 3 空白石英砂加标测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.20	80.0	82.0	5.0	4.7	93.6	92.3	50	42	84.8	90.0
		ND		0.19	76.0			4.5	90.0			51	101.4	
		ND		0.15	60.0			5.0	100.2			43	86.8	
		ND		0.21	84.0			4.5	90.6			47	94.8	
		ND		0.22	88.0			4.5	90.2			42	84.4	
		ND		0.26	104.0			4.5	89.4			44	88.0	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.07	85.6	114.3	25	21.4	85.6	84.5	250	245	98.0	91.2
		ND		1.54	123.2			21.2	84.8			229	91.4	
		ND		1.54	123.2			20.0	79.9			236	94.2	
		ND		1.52	121.6			23.0	92.0			234	93.5	
		ND		1.50	120.0			22.3	89.0			226	90.4	
		ND		1.40	112.0			18.9	75.7			199	79.5	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.04	83.2	104.5	25	22.4	89.5	84.8	250	255	102.2	98.0
		ND		1.46	116.8			21.5	85.9			255	102.0	
		ND		1.56	124.8			18.1	72.5			226	90.4	
		ND		1.21	96.8			18.8	75.2			235	93.8	
		ND		1.04	83.2			21.0	83.8			260	103.9	
		ND		1.53	122.4			25.5	102.0			239	95.4	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.46	116.8	116.9	25	19.8	79.3	81.4	250	256	102.4	88.6
		ND		1.36	108.8			18.8	75.0			209	83.4	
		ND		1.58	126.4			22.4	89.4			258	103.0	
		ND		1.28	102.4			19.3	77.2			204	81.4	
		ND		1.56	124.8			22.8	91.0			205	82.2	
		ND		1.53	122.4			19.1	76.3			198	79.0	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.14	91.2	100.9	25	21.7	86.8	84.4	250	201	80.2	90.1
		ND		1.56	124.8			20.1	80.6			256	102.4	
		ND		1.14	91.2			18.5	74.2			258	103.2	
		ND		1.15	92.0			19.7	78.8			211	84.2	
		ND		1.53	122.4			22.8	91.3			221	88.4	
		ND		1.05	84.0			23.7	94.8			206	82.2	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.27	101.6	114.3	25	20.4	81.6	87.9	250	201	80.3	91.8
		ND		1.23	98.4			19.9	79.7			218	87.3	
		ND		1.60	128.0			21.6	86.3			203	81.4	
		ND		1.54	123.2			25.7	103.0			244	97.6	
		ND		1.48	118.4			22.2	88.9			254	101.6	
		ND		1.45	116.0			22.0	88.2			257	102.6	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.27	101.6	98.5	25	23.1	92.5	90.9	250	227	90.8	94.7
		ND		1.17	93.6			20.1	80.4			220	88.0	
		ND		1.34	107.2			24.5	97.8			247	98.8	
		ND		1.47	117.6			25.5	101.9			255	102.0	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.11	88.8			19.3	77.4			213	85.3	
		ND		1.03	82.4			23.8	95.4			259	103.4	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.44	115.2	102.0	25	18.1	72.5	82.5	250	255	102.0	98.4
		ND		1.06	84.8			21.6	86.3			257	103.0	
		ND		1.25	100.0			20.6	82.4			257	102.8	
		ND		1.30	104.0			20.4	81.5			251	100.5	
		ND		1.27	101.6			18.6	74.3			247	98.7	
		ND		1.33	106.4			24.5	98.0			209	83.7	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.15	92.0	93.9	25	22.3	89.3	86.4	250	257	102.9	86.2
		ND		1.47	117.6			19.3	77.1			199	79.7	
		ND		1.07	85.6			21.0	84.0			192	76.8	
		ND		1.03	82.4			20.7	82.8			199	79.6	
		ND		1.22	97.6			22.1	88.4			245	98.1	
		ND		1.10	88.0			24.1	96.5			201	80.2	
10	O ₈ CDF	ND	2.5	2.49	99.6	92.7	50	40.5	81.0	89.4	500	438	87.6	88.6
		ND		2.60	104.0			48.3	96.5			492	98.4	
		ND		2.54	101.6			45.9	91.8			434	86.9	
		ND		2.19	87.6			43.0	85.9			408	81.5	
		ND		2.23	89.2			43.4	86.8			410	82.0	
		ND		1.86	74.4			47.0	94.1			476	95.2	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.15	60.0	70.0	5.0	4.5	89.2	94.6	50	45	89.8	92.9
		ND		0.15	60.0			4.6	92.6			48	96.0	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.20	80.0			4.7	94.6			48	96.2	
		ND		0.16	64.0			5.2	104.0			49	98.0	
		ND		0.19	76.0			4.6	92.4			44	88.2	
		ND		0.20	80.0			4.7	94.8			45	89.0	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	1.25	1.34	107.2	106.0	25	21.0	83.8	82.7	250	194	77.4	88.2
		ND		1.15	92.0			20.4	81.4			234	93.8	
		ND		1.47	117.6			21.8	87.3			217	87.0	
		ND		1.36	108.8			18.9	75.5			232	92.8	
		ND		1.51	120.8			21.0	83.8			254	101.8	
		ND		1.12	89.6			21.1	84.5			191	76.3	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.61	128.8	102.7	25	23.8	95.2	92.7	250	205	81.8	82.7
		ND		1.12	89.6			21.7	86.6			191	76.3	
		ND		1.38	110.4			21.8	87.2			195	77.8	
		ND		1.05	84.0			23.9	95.5			233	93.1	
		ND		1.25	100.0			24.0	96.0			205	82.0	
		ND		1.29	103.2			24.0	96.0			213	85.3	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.13	90.4	97.7	25	19.1	76.4	81.9	250	201	80.4	90.4
		ND		1.05	84.0			22.8	91.0			251	100.4	
		ND		1.29	103.2			21.2	84.9			198	79.0	
		ND		1.19	95.2			19.8	79.2			258	103.0	
		ND		1.56	124.8			19.0	76.0			226	90.5	
		ND		1.11	88.8			21.0	84.0			222	88.8	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.50	120.0	107.2	25	20.8	83.0	85.7	250	208	83.3	87.6
		ND		1.54	123.2			25.5	102.1			228	91.4	
		ND		1.16	92.8			19.8	79.3			203	81.1	
		ND		1.24	99.2			24.3	97.4			259	103.7	
		ND		1.26	100.8			20.0	80.1			219	87.6	
		ND		1.34	107.2			18.1	72.2			196	78.4	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.51	120.8	107.5	25	19.6	78.4	85.3	250	258	103.2	92.4
		ND		1.41	112.8			22.5	90.0			192	76.8	
		ND		1.17	93.6			21.6	86.2			234	93.6	
		ND		1.07	85.6			21.8	87.3			242	97.0	
		ND		1.56	124.8			18.9	75.7			254	101.8	
		ND		1.34	107.2			23.5	93.9			205	82.1	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	2.33	93.2	92.5	50	49.2	98.4	94.2	500	440	88.1	95.7
		ND		2.00	80.0			46.2	92.5			446	89.2	
		ND		2.55	102.0			44.5	89.0			450	90.1	
		ND		2.08	83.2			41.1	82.2			513	102.6	
		ND		2.62	104.8			51.6	103.2			519	103.8	
		ND		2.29	91.6			49.8	99.6			501	100.3	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	2.4	95.9	101.9	50	43	86.5	86.1	501	444	88.7	91.7
		ND		2.5	99.9			43	85.3			474	94.6	
		ND		2.8	111.8			42	83.8			450	89.8	
		ND		2.5	98.9			42	84.4			473	94.4	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		2.6	103.3			43	85.7			479	95.7	
		ND		2.5	101.7			45	90.9			436	86.9	

表 1-31 实验室 4 空白石英砂加标测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.15	60.0	79.3	5.0	4.3	86.0	88.3	50	51	101.8	96.3
		ND		0.17	68.0			4.5	89.0			44	87.4	
		ND		0.22	88.0			4.5	89.4			50	100.6	
		ND		0.21	84.0			4.3	85.2			48	95.0	
		ND		0.22	88.0			4.7	94.2			45	90.8	
		ND		0.22	88.0			4.3	86.0			51	102.0	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	0.96	76.8	83.9	25	24.2	97.0	89.9	250	217	86.6	87.7
		ND		0.99	79.2			22.8	91.0			231	92.4	
		ND		0.88	70.4			21.4	85.6			223	89.1	
		ND		1.21	96.8			24.5	97.8			197	78.8	
		ND		0.96	76.8			21.2	84.9			211	84.5	
		ND		1.29	103.2			20.8	83.3			237	94.8	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	0.95	76.0	86.7	25	24.7	99.0	94.2	250	201	80.4	83.0
		ND		1.20	96.0			20.9	83.8			208	83.1	
		ND		1.29	103.2			26.0	104.0			208	83.2	
		ND		1.23	98.4			19.3	77.4			215	86.0	
		ND		0.80	64.0			26.6	106.3			217	86.8	
		ND		1.03	82.4			23.7	94.8			197	78.6	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.09	87.2	84.1	25	25.0	99.9	90.5	250	197	78.6	83.2
		ND		0.84	67.2			23.3	93.2			205	82.0	
		ND		1.09	87.2			19.7	78.7			198	79.0	
		ND		0.91	72.8			25.3	101.1			196	78.2	
		ND		1.08	86.4			19.9	79.7			233	93.2	
		ND		1.30	104.0			22.6	90.2			220	87.8	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	0.92	73.6	80.5	25	21.9	87.6	89.7	250	235	94.1	89.4
		ND		1.29	103.2			25.0	99.9			209	83.4	
		ND		0.80	64.0			21.4	85.6			236	94.6	
		ND		0.91	72.8			22.9	91.7			224	89.7	
		ND		1.30	104.0			23.6	94.2			225	90.1	
		ND		0.82	65.6			19.8	79.1			212	84.6	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.02	81.6	86.5	25	19.6	78.5	95.0	250	205	82.2	83.3
		ND		1.09	87.2			24.8	99.4			219	87.5	
		ND		1.21	96.8			26.4	105.5			193	77.1	
		ND		1.18	94.4			25.6	102.2			195	78.1	
		ND		1.19	95.2			26.7	107.0			210	83.8	
		ND		0.80	64.0			19.4	77.7			228	91.0	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.03	82.4	88.0	25	21.8	87.2	93.2	250	215	86.1	85.4
		ND		0.93	74.4			24.3	97.1			191	76.6	
		ND		1.22	97.6			25.6	102.5			236	94.2	
		ND		1.22	97.6			24.4	97.6			229	91.5	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.92	73.6			22.4	89.4			191	76.2	
		ND		1.28	102.4			21.3	85.4			220	88.0	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.34	107.2	96.9	25	24.6	98.2	89.1	250	233	93.4	88.1
		ND		1.32	105.6			20.2	80.7			237	94.9	
		ND		1.09	87.2			21.0	84.0			224	89.6	
		ND		1.29	103.2			19.3	77.1			199	79.5	
		ND		1.04	83.2			22.9	91.6			207	82.9	
		ND		1.19	95.2			25.7	102.9			220	88.1	
		ND		1.15	92.0	80.5	25	21.7	86.9	94.5	250	205	82.0	86.6
		ND		0.95	76.0			25.1	100.5			235	94.0	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.03	82.4			24.8	99.2			228	91.1	
		ND		0.86	68.8			21.6	86.3			233	93.1	
		ND		1.12	89.6			22.1	88.4			192	76.8	
		ND		0.93	74.4			26.4	105.5			206	82.5	
10	O ₈ CDF	ND	2.5	1.81	72.4	81.7	50	44.9	89.8	87.5	500	408	81.6	85.7
		ND		1.97	78.8			41.1	82.2			450	90.1	
		ND		2.23	89.2			47.1	94.2			411	82.3	
		ND		2.40	96.0			46.9	93.8			477	95.3	
		ND		1.79	71.6			41.7	83.4			402	80.5	
		ND		2.05	82.0			40.8	81.6			421	84.2	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.23	92.0	86.0	5.0	4.2	84.8	87.7	50	48	96.8	96.2
		ND		0.21	84.0			4.1	82.8			49	97.8	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.20	80.0			4.4	87.4			46	91.6	
		ND		0.23	92.0			4.5	90.4			47	93.6	
		ND		0.19	76.0			4.7	93.8			48	96.0	
		ND		0.23	92.0			4.4	87.0			51	101.4	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	1.25	1.18	94.4	88.7	25	22.6	90.2	91.4	250	190	76.0	83.1
		ND		0.86	68.8			20.5	81.9			205	82.1	
		ND		1.24	99.2			23.1	92.3			209	83.5	
		ND		1.07	85.6			19.0	76.1			195	77.9	
		ND		1.27	101.6			25.8	103.0			209	83.4	
		ND		1.03	82.4			26.2	105.0			240	95.9	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.07	85.6	87.1	25	22.8	91.1	90.4	250	204	81.4	86.5
		ND		1.21	96.8			20.9	83.6			202	80.9	
		ND		1.17	93.6			24.9	99.7			227	90.8	
		ND		1.22	97.6			26.2	104.6			227	91.0	
		ND		0.92	73.6			21.5	85.9			238	95.3	
		ND		0.94	75.2			19.3	77.3			199	79.7	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.23	98.4	81.9	25	20.6	82.3	88.2	250	204	81.6	83.0
		ND		1.24	99.2			21.9	87.7			196	78.5	
		ND		0.80	64.0			24.8	99.4			199	79.6	
		ND		0.93	74.4			21.6	86.3			205	82.1	
		ND		0.94	75.2			24.3	97.2			216	86.5	
		ND		1.00	80.0			19.1	76.3			224	89.7	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	0.89	71.2	78.7	25	22.4	89.4	91.2	250	216	86.6	84.5
		ND		0.97	77.6			21.9	87.7			196	78.4	
		ND		0.96	76.8			20.4	81.5			224	89.4	
		ND		0.83	66.4			24.4	97.5			234	93.8	
		ND		1.06	84.8			26.6	106.6			191	76.3	
		ND		1.19	95.2			21.2	84.6			206	82.5	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	0.81	64.8	87.2	25	25.6	102.5	97.2	250	194	77.8	84.9
		ND		0.99	79.2			25.5	102.0			233	93.0	
		ND		0.99	79.2			19.7	78.8			205	82.0	
		ND		1.28	102.4			23.5	94.0			198	79.1	
		ND		1.34	107.2			25.1	100.5			220	88.2	
		ND		1.13	90.4			26.4	105.5			223	89.2	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	1.83	73.2	83.9	50	52.4	104.8	95.0	500	466	93.2	87.8
		ND		2.09	83.6			49.0	98.1			436	87.2	
		ND		2.07	82.8			46.7	93.4			471	94.3	
		ND		2.55	102.0			49.8	99.6			426	85.1	
		ND		1.80	72.0			43.2	86.4			433	86.5	
		ND		2.24	89.6			43.8	87.6			402	80.3	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	2.1	84.8	86.2	50	46	91.5	91.8	501	415	82.8	85.4
		ND		2.1	84.0			43	86.9			421	84.1	
		ND		2.3	91.7			47	95.0			429	85.6	
		ND		2.2	88.8			43	86.2			425	84.7	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		2.1	83.0			50	99.3			433	86.5	
		ND		2.1	84.7			46	91.9			444	88.6	

表 1-32 实验室 5 空白石英砂加标测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.23	92.0	92.0	5.0	5.0	100.2	97.9	50	52	104.6	101.0
		ND		0.25	100.0			5.0	100.2			51	102.0	
		ND		0.23	92.0			5.0	99.2			50	99.2	
		ND		0.21	84.0			4.8	95.2			48	95.4	
		ND		0.20	80.0			4.7	93.0			50	100.0	
		ND		0.26	104.0			5.0	99.4			52	104.6	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.00	80.0	91.7	25	26.3	105.2	105.3	250	241	96.2	100.0
		ND		1.22	97.6			26.9	107.4			270	107.8	
		ND		1.02	81.6			27.4	109.6			240	96.0	
		ND		1.36	108.8			26.6	106.6			260	103.9	
		ND		0.97	77.6			28.5	113.9			258	103.0	
		ND		1.31	104.8			22.3	89.2			233	93.3	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.20	96.0	97.1	25	26.5	105.9	102.3	250	240	96.0	100.3
		ND		1.41	112.8			27.3	109.3			235	93.8	
		ND		1.03	82.4			26.6	106.5			260	103.8	
		ND		1.31	104.8			24.1	96.4			233	93.3	
		ND		1.35	108.0			22.7	90.9			267	106.7	
		ND		0.98	78.4			26.3	105.0			271	108.2	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.03	82.4	93.1	25	28.6	114.4	105.5	250	237	94.9	102.5

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.15	92.0			27.2	108.7			258	103.2	
		ND		0.99	79.2			24.4	97.4			268	107.2	
		ND		1.45	116.0			23.2	92.7			273	109.0	
		ND		1.26	100.8			28.3	113.2			232	92.8	
		ND		1.10	88.0			26.6	106.4			270	108.0	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.28	102.4	102.1	25	22.2	88.8	97.6	250	255	102.0	99.6
		ND		1.40	112.0			23.5	94.2			232	92.8	
		ND		1.48	118.4			25.2	101.0			261	104.3	
		ND		1.02	81.6			23.8	95.0			239	95.7	
		ND		1.28	102.4			25.4	101.6			235	94.0	
		ND		1.20	96.0			26.2	104.9			272	108.8	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.24	99.2	95.6	25	27.7	111.0	102.9	250	235	93.8	100.9
		ND		1.11	88.8			25.8	103.2			251	100.3	
		ND		0.97	77.6			23.7	94.6			275	109.8	
		ND		1.25	100.0			25.0	100.1			240	96.0	
		ND		1.24	99.2			24.1	96.5			259	103.4	
		ND		1.36	108.8			28.0	111.9			255	102.0	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.16	92.8	105.3	25	27.1	108.5	100.7	250	266	106.3	101.8
		ND		1.45	116.0			23.9	95.4			264	105.4	
		ND		1.38	110.4			26.8	107.0			242	96.8	
		ND		1.24	99.2			27.1	108.4			256	102.3	
		ND		1.44	115.2			22.7	90.8			231	92.6	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.23	98.4			23.6	94.2			268	107.2	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.09	87.2	97.3	25	23.3	93.2	95.2	250	240	95.8	97.4
		ND		1.03	82.4			22.3	89.2			250	100.1	
		ND		1.41	112.8			22.8	91.4			232	92.6	
		ND		1.40	112.0			25.3	101.2			274	109.7	
		ND		1.29	103.2			25.7	102.6			231	92.2	
		ND		1.08	86.4			23.5	93.8			235	94.1	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.35	108.0	97.9	25	27.6	110.2	104.3	250	260	104.2	98.8
		ND		1.23	98.4			25.5	102.0			239	95.4	
		ND		1.09	87.2			27.9	111.6			242	96.8	
		ND		1.21	96.8			26.1	104.4			236	94.4	
		ND		0.96	76.8			22.8	91.2			260	104.0	
		ND		1.50	120.0			26.5	106.2			245	97.8	
10	O ₈ CDF	ND	2.5	2.72	108.8	117.1	50	45.2	90.3	94.2	500	576	115.3	106.5
		ND		3.33	133.2			50.2	100.5			576	115.2	
		ND		3.41	136.4			45.2	90.3			539	107.8	
		ND		2.63	105.2			54.4	108.9			481	96.3	
		ND		3.19	127.6			46.7	93.3			523	104.7	
		ND		2.28	91.2			41.0	81.9			500	99.9	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.27	108.0	104.0	5.0	5.3	106.4	105.7	50	52	104.6	100.3
		ND		0.30	120.0			5.4	107.0			49	98.8	
		ND		0.28	112.0			5.5	109.8			51	101.6	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.21	84.0			5.0	100.6			51	102.4	
		ND		0.29	116.0			5.5	110.0			49	98.0	
		ND		0.21	84.0			5.0	100.6			48	96.2	
12	1,2,3,7,8-P ₃ CDD	ND	1.25	1.51	120.8	98.4	25	22.3	89.2	98.6	250	263	105.1	97.1
		ND		1.29	103.2			26.9	107.4			232	92.6	
		ND		1.16	92.8			23.3	93.4			248	99.0	
		ND		0.98	78.4			22.1	88.5			226	90.5	
		ND		1.21	96.8			28.3	113.1			225	90.0	
		ND		1.23	98.4			25.0	100.0			264	105.5	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	0.98	78.4	98.7	25	22.1	88.3	99.5	250	246	98.2	97.3
		ND		1.23	98.4			24.2	96.7			244	97.6	
		ND		0.97	77.6			24.4	97.6			233	93.2	
		ND		1.54	123.2			27.8	111.2			248	99.3	
		ND		1.42	113.6			26.1	104.2			231	92.2	
		ND		1.26	100.8			24.8	99.2			258	103.1	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.16	92.8	104.5	25	26.8	107.2	104.9	250	253	101.3	96.4
		ND		1.55	124.0			22.5	90.0			224	89.7	
		ND		1.48	118.4			24.3	97.2			229	91.5	
		ND		1.07	85.6			28.9	115.6			255	101.9	
		ND		1.50	120.0			28.6	114.2			234	93.6	
		ND		1.08	86.4			26.3	105.0			251	100.4	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.08	86.4	95.9	25	23.6	94.2	101.4	250	228	91.3	101.1

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.19	95.2			22.5	90.0			271	108.4	
		ND		1.14	91.2			25.9	103.6			257	102.7	
		ND		1.29	103.2			26.7	106.8			248	99.0	
		ND		1.15	92.0			26.6	106.5			260	104.1	
		ND		1.34	107.2			26.9	107.4			253	101.2	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.01	80.8	87.3	25	22.2	88.6	97.6	250	228	91.2	96.9
		ND		1.12	89.6			27.7	110.9			261	104.3	
		ND		1.19	95.2			22.1	88.5			239	95.7	
		ND		1.20	96.0			22.6	90.4			229	91.7	
		ND		1.08	86.4			23.1	92.2			259	103.7	
		ND		0.95	76.0			28.7	114.8			236	94.5	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	2.19	87.6	103.3	50	44.6	89.2	96.4	500	529	105.8	103.0
		ND		2.57	102.8			51.9	103.8			481	96.2	
		ND		3.40	136.0			46.8	93.5			572	114.3	
		ND		3.24	129.6			47.1	94.1			495	99.0	
		ND		2.03	81.2			50.8	101.7			473	94.5	
		ND		2.06	82.4			48.0	96.0			542	108.5	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	2.5	101.2	98.9	50	50	100.3	101.7	501	501	100.0	99.3
		ND		2.7	107.3			52	104.2			484	96.6	
		ND		2.3	93.3			51	101.2			506	101.0	
		ND		2.4	95.0			49	98.1			483	96.4	
		ND		2.6	104.2			52	103.8			489	97.7	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		2.3	92.1			51	102.7			523	104.4	

表 1-33 实验室 6 空白石英砂加标测试数据

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.31	124.0	129.3	5.0	4.8	96.6	102.6	50	52	104.0	100.8
		ND		0.27	108.0			5.2	103.8			52	103.0	
		ND		0.39	156.0			5.2	104.6			50	99.4	
		ND		0.38	152.0			5.2	103.6			51	102.6	
		ND		0.28	112.0			5.5	109.4			50	99.8	
		ND		0.31	124.0			4.9	97.6			48	96.0	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.43	114.4	111.1	25	28.1	112.4	112.8	250	254	101.8	105.8
		ND		1.71	136.8			25.8	103.2			263	105.0	
		ND		1.10	88.0			25.1	100.5			248	99.2	
		ND		1.40	112.0			29.7	118.6			271	108.2	
		ND		1.39	111.2			31.8	127.2			272	109.0	
		ND		1.30	104.0			28.7	114.6			278	111.4	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.28	102.4	112.7	25	27.2	108.7	118.0	250	260	103.8	105.6
		ND		1.56	124.8			29.9	119.4			271	108.4	
		ND		1.54	123.2			32.1	128.4			272	108.9	
		ND		1.29	103.2			30.5	121.8			258	103.1	
		ND		1.39	111.2			29.4	117.5			270	108.0	
		ND		1.39	111.2			28.1	112.4			254	101.5	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.68	134.4	120.4	25	31.7	126.8	111.2	250	275	110.1	104.5

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.53	122.4			24.3	97.0			243	97.2	
		ND		1.70	136.0			25.8	103.2			265	105.9	
		ND		1.54	123.2			28.2	112.8			245	98.0	
		ND		1.10	88.0			27.1	108.4			265	106.0	
		ND		1.48	118.4			29.8	119.1			274	109.6	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.65	132.0	120.4	25	25.5	102.1	101.8	250	253	101.0	106.2
		ND		1.69	135.2			24.1	96.4			257	102.7	
		ND		1.71	136.8			27.2	108.9			272	108.8	
		ND		1.35	108.0			25.8	103.1			279	111.4	
		ND		1.31	104.8			25.2	100.9			259	103.4	
		ND		1.32	105.6			24.9	99.6			274	109.6	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.41	112.8	112.3	25	30.0	120.0	110.9	250	256	102.4	105.0
		ND		1.41	112.8			25.4	101.6			274	109.7	
		ND		1.50	120.0			24.9	99.8			242	96.6	
		ND		1.38	110.4			27.4	109.6			275	110.2	
		ND		1.28	102.4			27.1	108.4			262	104.8	
		ND		1.44	115.2			31.5	126.0			266	106.3	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.47	117.6	111.3	25	30.1	120.2	119.0	250	262	104.7	105.6
		ND		1.45	116.0			25.3	101.1			270	107.8	
		ND		1.39	111.2			32.8	131.2			265	106.0	
		ND		1.56	124.8			25.7	102.8			258	103.0	
		ND		1.34	107.2			32.3	129.4			264	105.6	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.14	91.2			32.3	129.2			267	106.7	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.35	108.0	115.3	25	29.2	117.0	114.6	250	251	100.4	101.5
		ND		1.38	110.4			30.0	120.1			250	100.0	
		ND		1.26	100.8			29.9	119.6			259	103.4	
		ND		1.55	124.0			31.9	127.4			242	96.8	
		ND		1.56	124.8			26.6	106.2			259	103.8	
		ND		1.55	124.0			24.3	97.2			262	104.8	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.15	92.0	103.7	25	25.9	103.5	109.9	250	277	110.9	103.6
		ND		1.10	88.0			24.9	99.7			247	98.8	
		ND		1.40	112.0			25.8	103.3			272	108.9	
		ND		1.30	104.0			30.2	120.7			266	106.5	
		ND		1.63	130.4			28.8	115.2			244	97.7	
		ND		1.20	96.0			29.3	117.0			248	99.1	
10	O ₈ CDF	ND	2.5	2.92	116.8	110.7	50	47.0	94.0	104.9	500	522	104.4	102.6
		ND		2.41	96.4			48.2	96.4			502	100.3	
		ND		2.44	97.6			58.5	117.0			501	100.2	
		ND		3.36	134.4			49.8	99.6			510	102.0	
		ND		2.30	92.0			56.4	112.8			511	102.3	
		ND		3.17	126.8			54.8	109.6			531	106.2	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.27	108.0	115.3	5.0	5.4	107.0	105.6	50	52	103.4	99.2
		ND		0.26	104.0			5.0	99.6			50	99.4	
		ND		0.31	124.0			5.4	108.2			48	95.0	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.38	152.0			5.4	108.8			49	97.0	
		ND		0.25	100.0			5.5	110.0			49	97.6	
		ND		0.26	104.0			5.0	99.8			52	103.0	
12	1,2,3,7,8-P ₃ CDD	ND	1.25	1.31	104.8	111.1	25	32.6	130.3	116.6	250	275	110.1	107.4
		ND		1.50	120.0			32.8	131.3			272	109.0	
		ND		1.43	114.4			25.2	101.0			272	108.8	
		ND		1.23	98.4			27.6	110.3			261	104.6	
		ND		1.66	132.8			28.2	112.6			259	103.4	
		ND		1.20	96.0			28.5	113.8			272	108.6	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.33	106.4	114.4	25	31.9	127.7	118.0	250	277	110.9	108.7
		ND		1.16	92.8			27.7	110.8			275	110.0	
		ND		1.57	125.6			29.8	119.3			274	109.4	
		ND		1.24	99.2			30.3	121.1			267	106.8	
		ND		1.72	137.6			27.7	110.7			278	111.0	
		ND		1.56	124.8			29.6	118.2			260	103.8	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.32	105.6	118.8	25	25.3	101.2	111.1	250	273	109.1	106.1
		ND		1.37	109.6			27.5	110.0			273	109.4	
		ND		1.55	124.0			30.5	122.0			241	96.4	
		ND		1.18	94.4			30.3	121.2			271	108.5	
		ND		1.75	140.0			24.9	99.7			254	101.6	
		ND		1.74	139.2			28.2	112.7			280	112.0	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.62	129.6	126.8	25	29.6	118.5	117.5	250	278	111.2	104.6

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.75	140.0			28.3	113.1			243	97.2	
		ND		1.53	122.4			29.4	117.6			267	106.9	
		ND		1.71	136.8			27.2	109.0			260	104.0	
		ND		1.36	108.8			32.2	128.8			251	100.3	
		ND		1.54	123.2			29.6	118.4			270	108.0	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.54	123.2	106.9	25	26.7	106.8	117.0	250	279	111.4	107.1
		ND		1.31	104.8			27.1	108.5			255	101.8	
		ND		1.20	96.0			31.0	124.1			266	106.4	
		ND		1.40	112.0			32.6	130.5			274	109.7	
		ND		1.29	103.2			27.9	111.7			260	104.2	
		ND		1.28	102.4			30.1	120.2			273	109.0	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	3.19	127.6	111.9	50	53.4	106.8	108.1	500	492	98.4	100.5
		ND		2.37	94.8			58.4	116.8			486	97.2	
		ND		3.02	120.8			50.1	100.2			511	102.2	
		ND		2.32	92.8			51.4	102.8			511	102.2	
		ND		2.98	119.2			55.6	111.2			515	103.0	
		ND		2.90	116.0			55.4	110.8			500	100.0	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	2.8	110.5	114.6	50	58	116.9	114.4	501	533	106.5	105.4
		ND		3.0	119.2			57	114.6			532	106.1	
		ND		3.0	121.1			57	113.8			529	105.5	
		ND		2.8	111.7			57	114.0			521	104.0	
		ND		2.9	116.3			57	114.0			524	104.5	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		2.7	108.8			57	113.4			531	106.0	

表 1-34 实验室 1 土壤样品的加标测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.28	112.0	101.3	5.0	4.9	98.8	98.5	50	49	97.8	99.1
		ND		0.26	104.0			4.8	96.2			51	102.2	
		ND		0.23	92.0			5.1	101.8			51	101.6	
		ND		0.26	104.0			4.8	95.2			50	99.2	
		ND		0.24	96.0			4.9	98.0			49	97.0	
		ND		0.25	100.0			5.1	101.2			48	96.8	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	0.77	61.6	81.7	25	20.1	80.2	89.3	250	252	100.6	97.2
		ND		1.05	84.0			21.3	85.3			230	92.2	
		ND		1.23	98.4			27.2	108.6			235	94.0	
		ND		0.89	71.2			21.9	87.6			241	96.2	
		ND		1.30	104.0			20.5	82.0			233	93.0	
		ND		0.89	71.2			23.0	91.9			268	107.3	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.29	103.2	115.3	25	25.2	100.6	99.3	250	248	99.3	99.1
		ND		1.27	101.6			25.1	100.5			234	93.5	
		ND		1.58	126.4			23.5	94.1			251	100.4	
		ND		1.47	117.6			25.3	101.2			259	103.4	
		ND		1.35	108.0			20.6	82.4			265	106.1	
		ND		1.69	135.2			29.2	117.0			229	91.7	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	0.96	76.8	84.3	25	29.8	119.3	102.5	250	258	103.2	96.7

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.14	91.2			24.0	96.1			244	97.6	
		ND		1.53	122.4			26.4	105.7			256	102.5	
		ND		0.81	64.8			24.1	96.5			236	94.3	
		ND		0.87	69.6			26.4	105.4			226	90.3	
		ND		1.01	80.8			23.0	91.9			230	92.0	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	0.93	74.4	102.5	25	25.2	100.9	100.0	250	231	92.4	96.4
		ND		1.01	80.8			20.9	83.5			271	108.3	
		ND		1.65	132.0			22.6	90.3			243	97.1	
		ND		1.44	115.2			27.7	110.9			236	94.6	
		ND		1.54	123.2			23.8	95.2			233	93.4	
		ND		1.12	89.6			29.9	119.4			231	92.4	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.42	113.6	100.9	25	24.7	98.9	97.1	250	272	108.6	97.7
		ND		1.64	131.2			21.5	86.0			251	100.4	
		ND		1.03	82.4			23.1	92.6			221	88.3	
		ND		0.85	68.0			26.3	105.3			274	109.6	
		ND		1.62	129.6			24.2	96.6			229	91.4	
		ND		1.01	80.8			25.8	103.3			220	88.1	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.02	81.6	95.3	25	26.5	106.0	93.9	250	259	103.6	100.6
		ND		1.10	88.0			23.1	92.5			244	97.5	
		ND		1.08	86.4			23.4	93.6			248	99.4	
		ND		1.27	101.6			24.2	96.8			252	101.0	
		ND		1.63	130.4			23.6	94.4			269	107.7	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.05	84.0			20.0	80.1			236	94.5	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.50	120.0	88.1	25	28.7	114.8	101.2	250	221	88.4	98.1
		ND		1.12	89.6			21.0	84.2			256	102.3	
		ND		0.92	73.6			23.7	94.6			249	99.8	
		ND		0.78	62.4			29.5	118.0			225	89.9	
		ND		0.78	62.4			27.5	109.9			248	99.3	
		ND		1.51	120.8			21.5	86.0			272	108.8	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.72	137.6	99.7	25	25.1	100.4	107.3	250	274	109.5	98.4
		ND		0.85	68.0			29.9	119.4			241	96.6	
		ND		0.90	72.0			26.1	104.5			240	96.1	
		ND		1.57	125.6			22.0	88.0			255	102.0	
		ND		0.84	67.2			29.6	118.4			236	94.5	
		ND		1.60	128.0			28.3	113.0			230	91.8	
10	O ₈ CDF	ND	2.5	2.86	114.4	96.8	50	48.2	96.3	102.1	500	527	105.4	107.0
		ND		1.91	76.4			54.3	108.7			551	110.2	
		ND		2.23	89.2			45.3	90.6			530	106.0	
		ND		1.90	76.0			51.9	103.7			530	106.0	
		ND		3.26	130.4			53.0	106.1			498	99.5	
		ND		2.36	94.4			53.7	107.4			575	114.9	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.21	84.0	102.7	5.0	5.3	106.2	101.3	50	52	103.0	102.8
		ND		0.27	108.0			5.5	109.2			49	98.6	
		ND		0.30	120.0			5.4	107.0			52	104.4	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.24	96.0			5.0	100.6			52	104.0	
		ND		0.27	108.0			4.6	92.4			52	104.2	
		ND		0.25	100.0			4.6	92.4			51	102.6	
12	1,2,3,7,8-P ₃ CDD	ND	1.25	0.79	63.2	105.9	25	28.7	114.9	102.6	250	258	103.0	99.4
		ND		1.48	118.4			27.1	108.6			254	101.6	
		ND		1.38	110.4			26.1	104.4			225	89.8	
		ND		1.72	137.6			23.9	95.7			250	100.0	
		ND		0.97	77.6			27.4	109.6			264	105.6	
		ND		1.60	128.0			20.7	82.6			242	96.6	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	0.77	61.6	90.1	25	29.4	117.5	101.7	250	234	93.7	100.6
		ND		1.50	120.0			23.7	94.9			262	104.8	
		ND		1.45	116.0			23.9	95.6			251	100.6	
		ND		1.17	93.6			25.8	103.3			222	88.8	
		ND		1.01	80.8			26.0	104.0			266	106.3	
		ND		0.86	68.8			23.8	95.1			273	109.2	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	0.87	69.6	89.3	25	27.3	109.0	99.2	250	228	91.1	97.9
		ND		1.11	88.8			25.2	100.8			258	103.3	
		ND		1.04	83.2			25.7	102.7			253	101.1	
		ND		1.63	130.4			20.2	80.9			243	97.3	
		ND		0.83	66.4			27.0	108.1			259	103.4	
		ND		1.22	97.6			23.4	93.5			228	91.0	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.44	115.2	121.3	25	23.3	93.1	94.2	250	254	101.7	102.1

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.62	129.6			28.1	112.5			259	103.5	
		ND		1.68	134.4			23.6	94.4			253	101.3	
		ND		1.46	116.8			20.5	81.8			256	102.5	
		ND		1.40	112.0			23.9	95.7			272	108.9	
		ND		1.50	120.0			21.9	87.4			237	94.7	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.66	132.8	107.6	25	29.1	116.2	103.1	250	233	93.0	101.0
		ND		1.74	139.2			27.4	109.8			271	108.2	
		ND		1.09	87.2			20.5	82.0			264	105.5	
		ND		1.20	96.0			24.7	98.8			246	98.5	
		ND		1.56	124.8			28.8	115.0			260	104.0	
		ND		0.82	65.6			24.1	96.5			242	96.6	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	3.25	130.0	103.0	50	52.4	104.8	99.7	500	534	106.7	104.7
		ND		1.58	63.2			52.4	104.8			578	115.6	
		ND		3.32	132.8			49.9	99.9			484	96.8	
		ND		2.00	80.0			45.6	91.2			490	98.1	
		ND		1.94	77.6			51.8	103.6			508	101.6	
		ND		3.36	134.4			47.1	94.2			548	109.5	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	2.1	84.5	104.5	50	53	106.6	100.0	501	504	100.6	99.4
		ND		2.7	107.0			51	101.4			497	99.3	
		ND		2.8	113.8			50	99.4			488	97.4	
		ND		2.8	112.3			49	97.9			504	100.5	
		ND		2.4	97.8			49	97.2			517	103.2	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		2.8	111.5			49	97.7			479	95.6	

表 1-35 实验室 2 土壤样品加标测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.26	104.0	128.0	5.0	5.4	108.4	101.7	50	54	107.4	103.0
		ND		0.29	116.0			4.9	98.6			54	107.0	
		ND		0.34	136.0			5.1	101.6			50	99.2	
		ND		0.34	136.0			4.9	98.6			53	106.2	
		ND		0.32	128.0			4.9	98.4			50	99.2	
		ND		0.37	148.0			5.2	104.8			50	99.0	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.23	98.4	127.9	25	24.2	96.7	108.7	250	278	111.3	106.7
		ND		1.88	150.4			28.9	115.4			247	98.8	
		ND		1.55	124.0			29.1	116.4			288	115.1	
		ND		1.60	128.0			26.3	105.2			248	99.2	
		ND		1.74	139.2			29.6	118.5			242	96.8	
		ND		1.59	127.2			25.0	100.0			298	119.1	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.85	148.0	131.2	25	28.3	113.0	118.3	250	284	113.5	109.5
		ND		1.55	124.0			24.5	97.8			276	110.2	
		ND		1.50	120.0			32.7	130.6			249	99.7	
		ND		1.45	116.0			32.1	128.3			271	108.2	
		ND		1.66	132.8			31.8	127.0			274	109.6	
		ND		1.83	146.4			28.2	113.0			289	115.6	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.61	128.8	120.7	25	28.0	111.9	115.0	250	251	100.3	102.3
		ND		1.34	107.2			32.0	128.0			264	105.6	
		ND		1.55	124.0			29.9	119.6			245	98.0	
		ND		1.44	115.2			31.0	123.8			252	100.8	
		ND		1.58	126.4			25.3	101.0			277	110.8	
		ND		1.53	122.4			26.4	105.7			245	98.1	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.90	152.0	125.3	25	27.1	108.4	116.7	250	298	119.2	110.2
		ND		1.52	121.6			29.5	118.0			285	113.8	
		ND		1.12	89.6			29.0	116.2			251	100.5	
		ND		1.52	121.6			31.6	126.3			268	107.3	
		ND		1.40	112.0			25.9	103.7			257	102.8	
		ND		1.94	155.2			31.9	127.4			294	117.4	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.72	137.6	133.2	25	31.4	125.6	120.4	250	275	110.0	108.4
		ND		1.52	121.6			30.0	120.0			292	116.6	
		ND		1.77	141.6			32.5	130.1			252	100.8	
		ND		1.87	149.6			30.5	121.8			263	105.2	
		ND		1.76	140.8			31.7	126.7			294	117.6	
		ND		1.35	108.0			24.6	98.4			250	99.9	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.37	109.6	111.1	25	25.1	100.2	108.0	250	252	100.7	104.1
		ND		1.61	128.8			30.4	121.4			256	102.3	
		ND		1.16	92.8			28.8	115.2			261	104.2	
		ND		1.11	88.8			24.4	97.6			251	100.4	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.26	100.8			24.7	98.7			251	100.5	
		ND		1.82	145.6			28.7	115.0			291	116.5	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.37	109.6	124.3	25	25.4	101.5	112.6	250	254	101.6	109.6
		ND		1.84	147.2			25.5	101.8			269	107.6	
		ND		1.48	118.4			26.8	107.0			262	104.6	
		ND		1.58	126.4			32.3	129.2			287	114.9	
		ND		1.14	91.2			27.3	109.2			282	112.6	
		ND		1.91	152.8			31.6	126.6			291	116.3	
		ND		1.79	143.2	123.9	25	29.5	117.9	116.0	250	248	99.2	103.1
		ND		1.30	104.0			30.6	122.4			245	97.9	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.75	140.0			31.1	124.3			249	99.7	
		ND		1.58	126.4			26.4	105.5			246	98.4	
		ND		1.70	136.0			31.5	125.9			274	109.6	
		ND		1.17	93.6			25.0	100.0			284	113.6	
10	O ₈ CDF	ND	2.5	3.64	145.6	117.5	50	54.7	109.3	109.8	500	522	104.4	104.3
		ND		2.84	113.6			54.7	109.4			516	103.3	
		ND		3.42	136.8			53.4	106.7			520	104.1	
		ND		2.49	99.6			57.3	114.6			510	101.9	
		ND		2.49	99.6			57.9	115.8			514	102.7	
		ND		2.75	110.0			51.4	102.8			548	109.6	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.31	124.0	137.3	5.0	5.0	100.4	104.2	50	51	102.4	104.0
		ND		0.31	124.0			5.4	108.6			55	109.6	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.37	148.0			5.2	104.6			51	102.2	
		ND		0.33	132.0			5.0	99.8			55	109.4	
		ND		0.37	148.0			5.4	108.2			51	101.2	
		ND		0.37	148.0			5.2	103.8			50	99.2	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	1.25	0.99	79.2	98.7	25	27.3	109.1	115.6	250	263	105.2	106.2
		ND		1.62	129.6			30.7	122.9			286	114.4	
		ND		1.42	113.6			28.5	114.1			273	109.1	
		ND		0.84	67.2			32.6	130.4			244	97.8	
		ND		1.42	113.6			27.4	109.6			250	100.1	
		ND		1.11	88.8			26.9	107.6			277	110.6	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.36	108.8	102.3	25	25.8	103.0	103.1	250	291	116.2	108.3
		ND		1.12	89.6			29.1	116.6			270	108.2	
		ND		1.32	105.6			24.7	98.6			265	106.0	
		ND		1.30	104.0			25.1	100.2			258	103.2	
		ND		1.46	116.8			25.2	100.6			278	111.3	
		ND		1.11	88.8			24.8	99.3			262	104.8	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.66	132.8	130.8	25	33.0	132.0	118.2	250	288	115.2	109.1
		ND		1.55	124.0			29.4	117.6			252	100.6	
		ND		1.27	101.6			27.7	110.9			299	119.6	
		ND		1.59	127.2			28.6	114.2			269	107.4	
		ND		1.89	151.2			31.8	127.2			258	103.1	
		ND		1.85	148.0			26.8	107.3			272	108.8	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.34	107.2	133.6	25	26.4	105.8	108.7	250	240	96.2	107.1
		ND		1.28	102.4			24.8	99.3			257	102.8	
		ND		1.74	139.2			29.7	118.8			256	102.5	
		ND		1.92	153.6			29.8	119.0			270	108.2	
		ND		1.90	152.0			27.9	111.6			293	117.1	
		ND		1.84	147.2			24.4	97.8			290	116.1	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.15	92.0	123.3	25	29.3	117.0	113.2	250	273	109.4	107.1
		ND		1.84	147.2			31.2	124.6			259	103.4	
		ND		1.39	111.2			26.2	104.9			244	97.4	
		ND		1.94	155.2			26.5	106.1			300	119.8	
		ND		1.15	92.0			30.6	122.4			253	101.0	
		ND		1.78	142.4			26.0	104.2			278	111.3	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	3.33	133.2	127.7	50	55.6	111.3	109.3	500	482	96.4	102.3
		ND		3.00	120.0			56.5	113.0			480	96.1	
		ND		3.35	134.0			55.1	110.3			530	106.1	
		ND		3.69	147.6			52.8	105.7			537	107.4	
		ND		2.75	110.0			54.5	109.0			548	109.5	
		ND		3.03	121.2			53.4	106.8			493	98.6	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	3.0	118.5	120.6	50	55	110.3	114.1	501	542	108.2	107.1
		ND		3.1	122.7			56	112.9			550	109.7	
		ND		3.0	119.5			59	117.9			523	104.4	
		ND		2.7	108.8			60	120.3			522	104.3	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		3.2	128.0			57	114.4			530	105.7	
		ND		3.2	126.2			54	108.5			552	110.2	

表 1-36 实验室 3 土壤样品加标测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.19	76.0	82.0	5.0	5.0	99.4	94.3	50	46	91.6	95.4
		ND		0.26	104.0			4.5	90.6			46	92.2	
		ND		0.24	96.0			4.9	98.2			51	101.6	
		ND		0.17	68.0			4.8	96.4			49	98.6	
		ND		0.22	88.0			4.4	88.2			47	93.6	
		ND		0.15	60.0			4.6	92.8			47	94.8	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.42	113.6	102.8	25	20.7	82.9	87.6	250	250	99.9	94.6
		ND		1.17	93.6			21.4	85.4			209	83.4	
		ND		1.30	104.0			25.8	103.4			224	89.5	
		ND		1.43	114.4			18.3	73.0			242	96.8	
		ND		1.17	93.6			22.2	88.7			245	98.0	
		ND		1.22	97.6			23.1	92.3			249	99.7	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.34	107.2	105.3	25	20.3	81.3	91.3	250	217	86.9	91.7
		ND		1.42	113.6			25.7	103.0			203	81.2	
		ND		1.62	129.6			20.0	80.2			256	102.3	
		ND		1.14	91.2			21.6	86.4			228	91.2	
		ND		1.10	88.0			24.7	98.8			225	89.8	
		ND		1.28	102.4			24.6	98.2			247	98.7	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.39	111.2	102.7	25	24.1	96.3	89.9	250	199	79.7	88.5

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.44	115.2			24.3	97.2			228	91.2	
		ND		1.02	81.6			18.3	73.1			229	91.6	
		ND		1.46	116.8			24.0	95.9			223	89.1	
		ND		1.14	91.2			19.5	78.0			254	101.7	
		ND		1.25	100.0			24.8	99.1			194	77.7	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.49	119.2	109.6	25	22.9	91.8	86.1	250	230	92.0	92.4
		ND		1.53	122.4			19.0	76.1			253	101.0	
		ND		1.64	131.2			20.9	83.4			257	102.7	
		ND		1.11	88.8			21.7	87.0			197	78.8	
		ND		1.13	90.4			21.4	85.6			201	80.4	
		ND		1.32	105.6			23.2	92.7			248	99.2	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.52	121.6	108.3	25	23.7	94.8	91.8	250	240	96.1	88.1
		ND		1.31	104.8			23.6	94.3			212	84.6	
		ND		1.42	113.6			23.6	94.3			227	90.8	
		ND		1.32	105.6			25.6	102.5			239	95.4	
		ND		1.26	100.8			19.9	79.5			195	78.2	
		ND		1.29	103.2			21.4	85.4			209	83.7	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.32	105.6	106.7	25	25.0	100.1	90.8	250	216	86.3	86.8
		ND		1.09	87.2			25.9	103.6			223	89.2	
		ND		1.48	118.4			24.0	96.2			193	77.4	
		ND		1.22	97.6			21.9	87.6			199	79.5	
		ND		1.56	124.8			19.1	76.4			252	100.8	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.33	106.4			20.3	81.2			219	87.6	
8	1,2,3,4,6,7,8-H7CDF	ND	1.25	1.36	108.8	101.9	25	18.9	75.5	89.6	250	246	98.5	90.5
		ND		1.10	88.0			22.8	91.2			256	102.5	
		ND		1.30	104.0			24.1	96.5			197	78.8	
		ND		1.53	122.4			19.4	77.4			206	82.3	
		ND		1.33	106.4			23.9	95.7			216	86.3	
		ND		1.02	81.6			25.3	101.0			237	94.7	
9	1,2,3,4,7,8,9-H7CDF	ND	1.25	1.22	97.6	103.2	25	25.9	103.6	87.7	250	217	86.7	87.0
		ND		1.60	128.0			21.5	86.1			230	91.9	
		ND		1.18	94.4			18.2	72.9			210	83.9	
		ND		1.38	110.4			24.9	99.5			235	94.0	
		ND		1.06	84.8			20.7	82.7			209	83.5	
		ND		1.30	104.0			20.3	81.2			205	82.0	
10	O ₈ CDF	ND	2.5	2.25	90.0	94.9	50	52.0	103.9	95.2	500	500	100.1	89.4
		ND		2.61	104.4			47.5	94.9			438	87.5	
		ND		2.61	104.4			45.1	90.2			435	87.1	
		ND		2.03	81.2			47.4	94.9			484	96.7	
		ND		2.21	88.4			46.2	92.5			416	83.3	
		ND		2.53	101.2			47.5	95.0			408	81.6	
11	2,3,7,8-T4CDD	ND	0.25	0.24	96.0	78.7	5.0	5.2	103.6	95.7	50	51	101.0	92.2
		ND		0.16	64.0			5.0	99.0			46	92.8	
		ND		0.23	92.0			5.1	102.2			42	83.0	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.17	68.0			4.6	92.8			47	93.2	
		ND		0.17	68.0			4.5	89.6			49	98.0	
		ND		0.21	84.0			4.4	87.2			43	85.4	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	1.25	1.25	100.0	101.3	25	24.4	97.4	84.2	250	218	87.0	86.8
		ND		1.33	106.4			18.1	72.4			225	89.9	
		ND		1.42	113.6			18.0	72.1			197	78.9	
		ND		1.51	120.8			20.1	80.6			210	83.9	
		ND		1.00	80.0			20.4	81.5			212	84.7	
		ND		1.09	87.2			25.3	101.3			241	96.3	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.31	104.8	112.4	25	20.7	82.7	86.7	250	209	83.6	89.5
		ND		1.57	125.6			24.5	97.8			243	97.0	
		ND		1.27	101.6			21.1	84.5			204	81.6	
		ND		1.64	131.2			23.7	94.8			213	85.4	
		ND		1.61	128.8			21.7	86.8			251	100.3	
		ND		1.03	82.4			18.5	73.8			223	89.1	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.22	97.6	104.5	25	18.7	74.9	83.2	250	256	102.5	90.0
		ND		1.19	95.2			18.9	75.8			256	102.4	
		ND		1.52	121.6			20.4	81.6			197	78.9	
		ND		1.25	100.0			21.4	85.5			233	93.3	
		ND		1.13	90.4			25.6	102.6			208	83.4	
		ND		1.53	122.4			19.7	79.0			199	79.4	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.28	102.4	101.6	25	18.1	72.5	87.6	250	228	91.2	87.7

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.18	94.4			23.3	93.2			201	80.2	
		ND		1.12	89.6			20.4	81.7			190	76.0	
		ND		1.30	104.0			22.8	91.3			239	95.6	
		ND		1.46	116.8			25.1	100.3			242	96.9	
		ND		1.28	102.4			21.6	86.6			216	86.4	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.53	122.4	100.1	25	25.8	103.2	90.4	250	223	89.3	82.6
		ND		1.00	80.0			24.3	97.1			230	92.0	
		ND		1.38	110.4			25.1	100.2			204	81.6	
		ND		1.11	88.8			19.9	79.6			192	76.9	
		ND		1.47	117.6			18.9	75.6			194	77.6	
		ND		1.02	81.6			21.7	86.9			195	78.1	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	2.56	102.4	96.3	50	48.6	97.1	89.6	500	473	94.6	93.5
		ND		2.62	104.8			43.7	87.3			453	90.6	
		ND		2.56	102.4			46.5	92.9			478	95.5	
		ND		2.14	85.6			40.7	81.3			504	100.8	
		ND		2.28	91.2			43.3	86.6			470	93.9	
		ND		2.29	91.6			46.2	92.5			428	85.6	
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	2.6	105.0	101.9	50	45	90.4	88.9	501	451	90.0	89.6
		ND		2.6	103.7			45	90.2			445	88.8	
		ND		2.8	113.2			42	83.1			441	88.0	
		ND		2.6	102.3			44	87.5			444	88.6	
		ND		2.3	90.9			45	89.0			452	90.1	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		2.4	96.5			47	93.3			462	92.1	

表 1-37 实验室 4 土壤样品加标测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.21	84.0	86.0	5.0	4.4	88.6	89.3	50	46	91.2	93.3
		ND		0.23	92.0			4.1	81.4			48	95.2	
		ND		0.19	76.0			5.0	99.2			50	100.2	
		ND		0.20	80.0			4.3	86.6			46	91.6	
		ND		0.23	92.0			4.8	95.8			44	88.0	
		ND		0.23	92.0			4.2	84.2			47	93.8	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.17	93.6	77.9	25	25.9	103.6	96.2	250	227	90.6	90.5
		ND		0.80	64.0			25.9	103.7			240	96.0	
		ND		0.86	68.8			21.9	87.6			228	91.1	
		ND		1.16	92.8			26.2	104.6			212	84.7	
		ND		0.90	72.0			20.5	81.9			232	92.6	
		ND		0.95	76.0			23.9	95.8			220	87.8	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.12	89.6	86.3	25	26.5	106.1	97.8	250	217	86.7	87.1
		ND		1.08	86.4			25.6	102.5			201	80.5	
		ND		0.90	72.0			24.3	97.3			225	90.0	
		ND		1.05	84.0			23.8	95.0			228	91.2	
		ND		1.26	100.8			22.8	91.1			239	95.7	
		ND		1.06	84.8			23.7	94.8			197	78.6	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	0.96	76.8	83.3	25	21.1	84.4	88.5	250	191	76.4	84.0
		ND		1.02	81.6			25.9	103.4			206	82.3	
		ND		0.83	66.4			20.6	82.4			193	77.3	
		ND		1.10	88.0			26.4	105.7			225	89.8	
		ND		1.25	100.0			19.2	76.9			206	82.5	
		ND		1.09	87.2			19.5	77.9			239	95.4	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	0.99	79.2	80.1	25	20.3	81.4	90.2	250	234	93.8	89.0
		ND		0.89	71.2			26.5	106.0			224	89.5	
		ND		0.83	66.4			25.8	103.3			235	93.9	
		ND		1.14	91.2			23.1	92.4			236	94.3	
		ND		1.25	100.0			19.2	76.6			198	79.4	
		ND		0.91	72.8			20.4	81.6			208	83.0	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	0.94	75.2	75.7	25	23.6	94.2	92.1	250	194	77.6	83.1
		ND		0.96	76.8			20.8	83.4			213	85.2	
		ND		0.83	66.4			25.1	100.5			231	92.2	
		ND		0.83	66.4			19.9	79.7			191	76.3	
		ND		1.06	84.8			25.9	103.5			210	84.1	
		ND		1.06	84.8			22.9	91.6			208	83.4	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.02	81.6	89.3	25	25.9	103.4	86.9	250	197	78.9	87.4
		ND		1.33	106.4			21.8	87.0			229	91.7	
		ND		0.89	71.2			24.2	96.7			221	88.5	
		ND		1.17	93.6			19.7	78.6			229	91.4	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.98	78.4			19.4	77.8			218	87.0	
		ND		1.31	104.8			19.5	78.0			217	86.7	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	0.98	78.4	77.1	25	20.5	82.1	89.0	250	236	94.4	86.3
		ND		0.92	73.6			21.6	86.5			220	88.0	
		ND		1.16	92.8			20.7	82.6			191	76.4	
		ND		0.81	64.8			26.3	105.2			204	81.8	
		ND		0.94	75.2			21.1	84.4			215	86.0	
		ND		0.97	77.6			23.3	93.3			228	91.4	
		ND												
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.30	104.0	91.2	25	22.4	89.7	89.9	250	218	87.3	87.0
		ND		1.10	88.0			20.1	80.5			237	94.6	
		ND		1.22	97.6			23.1	92.4			218	87.3	
		ND		1.34	107.2			19.6	78.4			208	83.4	
		ND		0.95	76.0			24.1	96.5			225	89.9	
		ND		0.93	74.4			25.4	101.6			199	79.7	
		ND												
10	O ₈ CDF	ND	2.5	2.20	88.0	82.9	50	51.7	103.4	92.5	500	433	86.6	90.3
		ND		1.73	69.2			43.2	86.4			485	96.9	
		ND		2.22	88.8			43.5	87.0			422	84.4	
		ND		1.75	70.0			45.8	91.6			481	96.1	
		ND		1.98	79.2			42.5	85.0			428	85.5	
		ND		2.55	102.0			50.9	101.7			463	92.5	
		ND												
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.23	92.0	82.0	5.0	4.8	95.2	92.1	50	48	96.2	92.3
		ND		0.21	84.0			4.9	98.0			46	92.0	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.18	72.0			4.1	81.0			45	90.8	
		ND		0.22	88.0			4.8	96.2			48	95.6	
		ND		0.18	72.0			4.4	88.0			44	87.2	
		ND		0.21	84.0			4.7	94.4			46	91.8	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	1.25	1.32	105.6	90.0	25	20.0	79.9	87.4	250	214	85.5	80.6
		ND		1.26	100.8			20.5	81.9			194	77.5	
		ND		0.97	77.6			24.8	99.2			205	82.0	
		ND		1.21	96.8			19.3	77.2			206	82.3	
		ND		0.99	79.2			23.8	95.4			201	80.5	
		ND		1.00	80.0			22.7	90.8			190	76.0	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.22	97.6	84.5	25	22.0	88.1	90.8	250	204	81.5	85.5
		ND		1.23	98.4			24.0	96.2			222	88.8	
		ND		0.94	75.2			24.4	97.7			213	85.0	
		ND		1.03	82.4			23.0	92.0			211	84.4	
		ND		1.11	88.8			19.9	79.6			227	90.8	
		ND		0.81	64.8			22.8	91.1			207	82.7	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.19	95.2	84.1	25	20.3	81.3	87.6	250	207	82.8	85.3
		ND		1.30	104.0			23.6	94.6			227	90.9	
		ND		0.80	64.0			19.3	77.1			191	76.4	
		ND		0.87	69.6			21.2	84.7			209	83.7	
		ND		1.06	84.8			25.1	100.5			211	84.4	
		ND		1.09	87.2			21.9	87.7			234	93.6	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.17	93.6	96.7	25	19.7	79.0	87.4	250	220	88.2	83.3
		ND		1.14	91.2			25.5	101.8			206	82.4	
		ND		1.00	80.0			26.7	106.6			206	82.2	
		ND		1.26	100.8			19.6	78.5			212	84.8	
		ND		1.33	106.4			20.1	80.4			215	86.2	
		ND		1.35	108.0			19.6	78.4			190	76.1	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	0.89	71.2	74.8	25	21.4	85.7	96.4	250	202	80.8	83.5
		ND		0.80	64.0			23.9	95.5			217	86.7	
		ND		1.03	82.4			26.3	105.1			190	76.1	
		ND		0.96	76.8			26.0	103.9			193	77.0	
		ND		1.09	87.2			22.8	91.0			226	90.4	
		ND		0.84	67.2			24.2	96.8			225	89.9	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	2.37	94.8	97.0	50	48.3	96.5	97.9	500	439	87.9	94.1
		ND		2.58	103.2			51.5	103.1			486	97.2	
		ND		2.44	97.6			48.9	97.8			466	93.1	
		ND		2.51	100.4			52.1	104.3			480	96.0	
		ND		2.43	97.2			47.7	95.3			466	93.2	
		ND		2.22	88.8			45.2	90.3			486	97.1	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	2.3	92.5	85.5	50	46	91.6	91.6	501	431	86.1	85.5
		ND		2.2	88.1			47	94.4			421	84.0	
		ND		1.8	71.9			48	95.2			433	86.3	
		ND		2.2	88.1			44	88.4			438	87.4	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		2.2	88.2			45	89.7			436	87.0	
		ND		2.1	84.2			45	90.0			413	82.3	

表 1-38 实验室 5 土壤样品加标测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.29	116.0	101.3	5.0	5.0	100.8	97.6	50	48	95.8	98.6
		ND		0.27	108.0			4.6	91.2			49	98.6	
		ND		0.22	88.0			5.2	103.8			51	101.4	
		ND		0.20	80.0			4.6	91.8			50	99.4	
		ND		0.28	112.0			4.6	92.2			50	100.8	
		ND		0.26	104.0			5.3	105.8			48	95.6	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.38	110.4	104.5	25	28.5	114.1	108.1	250	254	101.5	105.7
		ND		1.24	99.2			24.6	98.2			271	108.4	
		ND		1.12	89.6			28.6	114.4			262	104.7	
		ND		1.04	83.2			28.9	115.6			262	104.8	
		ND		1.55	124.0			27.2	108.7			272	108.7	
		ND		1.51	120.8			24.3	97.3			265	106.0	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.48	118.4	92.5	25	27.4	109.6	98.8	250	243	97.1	101.4
		ND		1.10	88.0			22.6	90.2			259	103.4	
		ND		1.08	86.4			27.8	111.0			254	101.8	
		ND		1.16	92.8			25.0	100.2			258	103.0	
		ND		0.99	79.2			22.4	89.6			248	99.0	
		ND		1.13	90.4			23.0	92.2			260	103.9	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	0.98	78.4	93.6	25	28.3	113.1	103.3	250	250	100.2	100.7
		ND		1.39	111.2			24.6	98.4			266	106.4	
		ND		1.42	113.6			22.9	91.6			262	104.9	
		ND		1.11	88.8			28.3	113.1			231	92.5	
		ND		1.08	86.4			25.8	103.3			267	106.6	
		ND		1.04	83.2			25.1	100.6			234	93.6	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.35	108.0	107.9	25	25.2	100.7	104.2	250	263	105.0	103.0
		ND		1.44	115.2			22.5	90.0			272	108.8	
		ND		1.33	106.4			27.0	107.8			234	93.7	
		ND		1.16	92.8			28.8	115.0			261	104.3	
		ND		1.53	122.4			27.2	108.6			259	103.4	
		ND		1.28	102.4			25.7	102.7			258	103.0	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.02	81.6	93.7	25	27.4	109.7	109.9	250	269	107.4	99.5
		ND		1.27	101.6			28.5	114.1			235	93.8	
		ND		1.04	83.2			25.7	102.8			241	96.3	
		ND		1.18	94.4			28.6	114.4			254	101.7	
		ND		1.53	122.4			25.7	102.6			244	97.6	
		ND		0.99	79.2			29.0	115.8			251	100.2	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.54	123.2	106.0	25	27.6	110.2	107.3	250	258	103.2	98.4
		ND		1.43	114.4			25.1	100.3			241	96.3	
		ND		1.34	107.2			29.0	116.0			264	105.5	
		ND		1.07	85.6			27.4	109.8			240	96.0	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.21	96.8			24.3	97.2			237	94.8	
		ND		1.36	108.8			27.6	110.4			236	94.4	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.29	103.2	96.7	25	26.6	106.5	93.2	250	253	101.3	95.9
		ND		1.11	88.8			22.3	89.2			241	96.4	
		ND		1.38	110.4			22.9	91.5			234	93.7	
		ND		1.06	84.8			22.3	89.2			235	94.0	
		ND		0.96	76.8			22.8	91.4			238	95.0	
		ND		1.45	116.0			22.8	91.1			238	95.0	
		ND												
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	0.97	77.6	87.5	25	23.2	92.8	99.8	250	264	105.6	101.4
		ND		1.27	101.6			27.9	111.8			268	107.2	
		ND		1.10	88.0			24.8	99.3			235	93.9	
		ND		1.06	84.8			24.3	97.0			255	102.1	
		ND		1.04	83.2			22.8	91.1			239	95.4	
		ND		1.12	89.6			26.8	107.0			260	104.0	
		ND												
10	O ₈ CDF	ND	2.5	2.70	108.0	109.9	50	40.4	80.8	95.9	500	543	108.5	107.5
		ND		2.13	85.2			51.9	103.8			536	107.2	
		ND		2.11	84.4			51.5	103.0			570	114.0	
		ND		3.19	127.6			45.5	91.0			515	103.0	
		ND		3.12	124.8			51.7	103.3			566	113.3	
		ND		3.24	129.6			46.9	93.7			495	99.0	
		ND												
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.24	96.0	94.7	5.0	4.8	96.0	96.9	50	49	98.0	99.8
		ND		0.23	92.0			5.1	101.0			48	95.4	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.21	84.0			5.0	99.2			48	95.0	
		ND		0.24	96.0			4.5	90.8			52	103.8	
		ND		0.27	108.0			5.0	99.0			51	101.6	
		ND		0.23	92.0			4.8	95.4			53	105.0	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	1.25	1.13	90.4	108.4	25	26.8	107.2	103.2	250	270	107.9	103.2
		ND		1.54	123.2			27.0	108.0			241	96.2	
		ND		1.44	115.2			24.3	97.1			271	108.4	
		ND		1.21	96.8			22.7	90.9			244	97.6	
		ND		1.40	112.0			25.4	101.4			262	104.8	
		ND		1.41	112.8			28.6	114.4			261	104.4	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.23	98.4	106.3	25	24.6	98.3	101.6	250	247	98.8	98.1
		ND		1.38	110.4			27.6	110.3			274	109.4	
		ND		1.39	111.2			28.9	115.4			223	89.1	
		ND		1.36	108.8			24.0	96.1			249	99.7	
		ND		1.14	91.2			24.8	99.0			247	98.7	
		ND		1.47	117.6			22.7	90.6			232	92.7	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.53	122.4	100.3	25	25.2	100.8	102.2	250	230	92.0	99.3
		ND		1.47	117.6			23.5	94.2			239	95.4	
		ND		0.95	76.0			23.1	92.2			261	104.5	
		ND		1.43	114.4			28.9	115.4			256	102.2	
		ND		1.14	91.2			26.9	107.7			250	100.2	
		ND		1.00	80.0			25.8	103.2			254	101.6	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.42	113.6	111.3	25	22.1	88.5	96.4	250	269	107.6	97.6
		ND		1.28	102.4			25.9	103.4			225	89.9	
		ND		1.48	118.4			22.6	90.2			233	93.0	
		ND		1.34	107.2			25.4	101.4			267	106.8	
		ND		1.40	112.0			25.1	100.6			241	96.5	
		ND		1.43	114.4			23.7	94.6			229	91.6	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.40	112.0	100.0	25	24.1	96.4	98.9	250	272	108.9	98.5
		ND		1.46	116.8			24.4	97.6			235	93.9	
		ND		0.98	78.4			26.2	104.8			246	98.5	
		ND		1.49	119.2			23.0	92.0			242	96.8	
		ND		1.19	95.2			26.0	104.2			257	102.9	
		ND		0.98	78.4			24.6	98.4			226	90.2	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	2.33	93.2	107.0	50	50.2	100.5	100.3	500	501	100.1	100.1
		ND		2.24	89.6			42.3	84.7			532	106.3	
		ND		2.82	112.8			52.9	105.9			473	94.5	
		ND		2.92	116.8			46.8	93.6			492	98.4	
		ND		3.21	128.4			53.8	107.6			521	104.2	
		ND		2.53	101.2			54.8	109.6			485	97.0	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	2.6	103.7	100.9	50	53	105.4	101.8	501	510	101.8	101.1
		ND		2.6	105.9			50	100.2			499	99.6	
		ND		2.5	99.3			52	103.3			508	101.5	
		ND		2.4	96.2			50	100.5			505	100.8	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		2.5	100.5			49	98.9			507	101.2	
		ND		2.5	100.0			51	102.2			508	101.5	

表 1-39 实验室 6 土壤样品加标测试数据

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率(%)	平均回收率(%)	加标浓度	样品浓度	回收率(%)	平均回收率(%)	加标浓度	样品浓度	回收率(%)	平均回收率(%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.32	128.0	118.0	5.0	4.6	92.2	98.3	50	50	100.4	99.0
		ND		0.32	128.0			4.9	97.0			48	95.4	
		ND		0.28	112.0			4.8	95.2			51	101.2	
		ND		0.34	136.0			4.9	97.4			50	100.0	
		ND		0.27	108.0			5.4	108.8			48	95.0	
		ND		0.24	96.0			5.0	99.0			51	101.8	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.61	128.8	113.2	25	30.6	122.4	110.5	250	242	96.8	101.6
		ND		1.61	128.8			29.4	117.4			246	98.6	
		ND		1.14	91.2			24.0	96.2			260	104.0	
		ND		1.36	108.8			24.7	98.7			258	103.4	
		ND		1.20	96.0			25.9	103.5			254	101.5	
		ND		1.57	125.6			31.1	124.6			264	105.4	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.30	104.0	112.8	25	25.8	103.3	115.1	250	245	98.0	103.3
		ND		1.20	96.0			28.5	113.9			252	100.9	
		ND		1.72	137.6			30.4	121.7			258	103.4	
		ND		1.52	121.6			32.6	130.4			255	102.0	
		ND		1.12	89.6			26.8	107.3			266	106.5	
		ND		1.60	128.0			28.6	114.3			273	109.2	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率%	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.15	92.0	111.6	25	29.2	116.8	120.4	250	247	98.8	104.0
		ND		1.29	103.2			24.6	98.6			260	104.1	
		ND		1.37	109.6			32.6	130.5			256	102.5	
		ND		1.13	90.4			28.9	115.4			270	107.8	
		ND		1.75	140.0			32.5	129.9			249	99.7	
		ND		1.68	134.4			32.9	131.4			278	111.2	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.37	109.6	117.2	25	31.5	126.1	113.5	250	256	102.5	102.5
		ND		1.29	103.2			24.7	98.9			278	111.0	
		ND		1.57	125.6			28.5	114.1			279	111.4	
		ND		1.29	103.2			31.6	126.5			240	96.2	
		ND		1.58	126.4			24.6	98.5			245	97.9	
		ND		1.69	135.2			29.3	117.3			240	96.1	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.64	131.2	121.1	25	25.3	101.0	107.7	250	267	106.8	107.0
		ND		1.67	133.6			28.7	114.9			265	105.9	
		ND		1.64	131.2			27.2	108.8			255	101.8	
		ND		1.61	128.8			30.1	120.4			274	109.4	
		ND		1.22	97.6			25.6	102.3			273	109.3	
		ND		1.30	104.0			24.7	98.9			272	108.8	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.21	96.8	105.1	25	29.8	119.2	112.8	250	262	104.9	102.4
		ND		1.26	100.8			27.1	108.5			266	106.2	
		ND		1.40	112.0			27.4	109.6			258	103.2	
		ND		1.23	98.4			25.2	100.7			242	96.7	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率%	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.34	107.2			26.8	107.3			265	106.1	
		ND		1.44	115.2			32.9	131.5			243	97.2	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.13	90.4	106.0	25	25.8	103.2	119.3	250	253	101.1	103.0
		ND		1.36	108.8			28.1	112.3			272	108.8	
		ND		1.45	116.0			31.8	127.2			251	100.3	
		ND		1.12	89.6			32.6	130.5			279	111.8	
		ND		1.25	100.0			31.2	124.7			245	98.1	
		ND		1.64	131.2			29.5	118.0			245	97.8	
		ND												
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.20	96.0	120.8	25	25.0	99.8	118.2	250	265	106.0	104.8
		ND		1.55	124.0			31.9	127.4			279	111.6	
		ND		1.65	132.0			31.6	126.3			249	99.8	
		ND		1.54	123.2			31.1	124.4			251	100.4	
		ND		1.40	112.0			28.0	111.8			264	105.6	
		ND		1.72	137.6			29.8	119.2			264	105.5	
		ND												
10	O ₈ CDF	ND	2.5	2.31	92.4	107.6	50	53.6	107.2	105.4	500	506	101.2	101.9
		ND		2.75	110.0			51.8	103.6			516	103.3	
		ND		2.63	105.2			51.2	102.4			519	103.8	
		ND		2.73	109.2			53.3	106.6			489	97.8	
		ND		2.60	104.0			53.3	106.6			519	103.8	
		ND		3.12	124.8			52.9	105.8			508	101.5	
		ND												
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.31	124.0	129.3	5.0	5.3	105.2	104.0	50	50	100.8	100.0
		ND		0.29	116.0			5.1	101.0			49	98.8	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率%	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.33	132.0			5.5	110.0			51	101.4	
		ND		0.35	140.0			5.1	101.6			50	100.4	
		ND		0.29	116.0			4.9	98.2			48	95.4	
		ND		0.37	148.0			5.4	108.2			52	103.2	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	1.25	1.16	92.8	107.9	25	30.1	120.4	121.6	250	268	107.3	105.6
		ND		1.37	109.6			32.8	131.2			268	107.3	
		ND		1.64	131.2			32.7	130.6			273	109.4	
		ND		1.34	107.2			30.4	121.4			259	103.7	
		ND		1.38	110.4			26.2	104.9			270	108.2	
		ND		1.20	96.0			30.2	120.8			245	98.1	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.75	140.0	122.9	25	32.2	128.7	106.3	250	265	106.0	102.2
		ND		1.58	126.4			25.9	103.4			277	111.0	
		ND		1.56	124.8			25.2	100.7			242	96.8	
		ND		1.36	108.8			26.4	105.5			240	96.0	
		ND		1.48	118.4			25.8	103.1			260	104.0	
		ND		1.49	119.2			24.2	96.7			248	99.3	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.28	102.4	114.8	25	31.7	126.8	120.6	250	255	102.0	104.0
		ND		1.42	113.6			27.9	111.6			260	104.1	
		ND		1.67	133.6			26.3	105.2			243	97.1	
		ND		1.67	133.6			30.8	123.1			267	106.6	
		ND		1.43	114.4			31.6	126.2			269	107.5	
		ND		1.14	91.2			32.8	131.1			266	106.5	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率%	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.60	128.0	118.9	25	26.5	105.9	111.8	250	261	104.4	102.9
		ND		1.36	108.8			25.9	103.7			266	106.2	
		ND		1.51	120.8			27.7	110.9			242	96.8	
		ND		1.51	120.8			29.0	115.9			244	97.6	
		ND		1.42	113.6			31.1	124.4			272	108.9	
		ND		1.52	121.6			27.5	109.8			259	103.8	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.21	96.8	113.7	25	26.4	105.6	107.5	250	275	109.8	105.5
		ND		1.57	125.6			25.5	102.1			265	105.8	
		ND		1.37	109.6			28.4	113.5			255	101.8	
		ND		1.71	136.8			24.4	97.5			247	98.8	
		ND		1.25	100.0			28.3	113.3			265	106.1	
		ND		1.42	113.6			28.2	112.7			276	110.4	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	3.19	127.6	111.9	50	53.8	107.6	111.8	500	497	99.4	97.9
		ND		2.37	94.8			58.7	117.4			483	96.5	
		ND		3.02	120.8			57.6	115.2			480	96.0	
		ND		2.32	92.8			56.3	112.6			495	99.0	
		ND		2.98	119.2			53.4	106.8			502	100.3	
		ND		2.90	116.0			55.6	111.2			482	96.4	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	2.7	108.9	115.7	50	57	113.4	114.9	501	514	102.7	103.6
		ND		2.7	109.0			57	114.2			523	104.4	
		ND		3.2	128.7			59	118.5			521	103.9	
		ND		2.9	117.6			59	118.9			512	102.1	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率%	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		2.8	111.7			54	108.1			526	104.9	
		ND		3.0	118.1			58	116.5			519	103.5	

表 1-40 实验室 1 沉积物样品的加标测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.28	112.0	94.7	5.0	4.7	94.4	96.9	50	51	101.6	100.8
		ND		0.21	84.0			4.9	97.0			48	96.6	
		ND		0.22	88.0			5.0	100.6			52	104.8	
		ND		0.22	88.0			4.8	96.6			50	100.2	
		ND		0.28	112.0			4.5	90.8			49	97.4	
		ND		0.21	84.0			5.1	102.2			52	104.0	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.68	134.4	116.7	25	22.1	88.4	97.8	250	261	104.5	98.3
		ND		1.03	82.4			26.0	103.9			226	90.3	
		ND		1.73	138.4			29.0	116.0			229	91.5	
		ND		1.36	108.8			21.9	87.5			260	103.9	
		ND		1.34	107.2			27.7	110.7			228	91.2	
		ND		1.61	128.8			20.1	80.4			272	108.6	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	0.87	69.6	91.1	25	28.5	113.8	105.8	250	223	89.2	97.8
		ND		1.20	96.0			22.1	88.3			267	106.9	
		ND		0.93	74.4			27.2	108.6			259	103.6	
		ND		1.33	106.4			28.4	113.6			233	93.3	
		ND		1.64	131.2			26.1	104.4			245	98.0	
		ND		0.86	68.8			26.5	105.9			239	95.5	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.53	122.4	109.2	25	25.2	100.7	102.2	250	246	98.4	95.5
		ND		1.14	91.2			26.5	106.2			242	96.8	
		ND		1.59	127.2			20.5	82.0			222	89.0	
		ND		1.27	101.6			27.4	109.6			259	103.6	
		ND		1.15	92.0			25.2	100.8			241	96.2	
		ND		1.51	120.8			28.5	114.2			222	89.0	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	0.96	76.8	83.2	25	20.0	80.0	101.2	250	249	99.6	100.9
		ND		0.82	65.6			29.8	119.2			249	99.6	
		ND		1.74	139.2			20.1	80.3			239	95.6	
		ND		0.98	78.4			27.7	110.8			239	95.7	
		ND		0.76	60.8			27.3	109.1			266	106.3	
		ND		0.98	78.4			26.9	107.7			272	108.8	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.27	101.6	87.3	25	27.2	109.0	102.1	250	270	108.1	101.3
		ND		1.06	84.8			26.3	105.4			222	88.6	
		ND		0.75	60.0			26.2	104.9			274	109.5	
		ND		1.39	111.2			21.7	86.9			251	100.4	
		ND		1.08	86.4			24.3	97.1			254	101.6	
		ND		1.00	80.0			27.3	109.3			249	99.4	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.02	81.6	93.7	25	27.7	110.6	106.0	250	257	102.6	96.3
		ND		1.62	129.6			22.8	91.3			230	92.2	
		ND		0.90	72.0			29.6	118.3			226	90.5	
		ND		0.86	68.8			26.4	105.6			242	96.7	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.00	80.0			28.7	114.9			223	89.3	
		ND		1.63	130.4			23.9	95.6			266	106.3	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	0.76	60.8	94.4	25	26.5	106.0	96.0	250	242	97.0	98.2
		ND		1.23	98.4			24.4	97.4			250	100.0	
		ND		1.43	114.4			20.6	82.2			249	99.4	
		ND		1.36	108.8			24.1	96.2			227	90.9	
		ND		1.35	108.0			27.0	108.0			246	98.6	
		ND		0.95	76.0			21.6	86.2			258	103.4	
		ND												
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.24	99.2	95.1	25	29.1	116.4	106.1	250	262	104.8	98.5
		ND		0.91	72.8			28.3	113.3			237	94.9	
		ND		0.89	71.2			27.0	107.9			268	107.2	
		ND		1.51	120.8			25.2	100.9			255	102.0	
		ND		1.28	102.4			27.1	108.3			233	93.3	
		ND		1.30	104.0			22.4	89.6			222	88.9	
		ND												
10	O ₈ CDF	ND	2.5	3.32	132.8	110.2	50	46.2	92.3	99.2	500	486	97.2	106.3
		ND		2.39	95.6			50.2	100.3			534	106.9	
		ND		3.14	125.6			48.0	96.0			571	114.2	
		ND		2.67	106.8			50.3	100.7			575	114.9	
		ND		1.88	75.2			50.7	101.4			506	101.2	
		ND		3.13	125.2			52.2	104.3			517	103.5	
		ND												
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.21	84.0	96.0	5.0	5.4	108.4	100.7	50	51	102.8	99.8
		ND		0.20	80.0			5.1	101.6			49	98.2	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.25	100.0			4.7	94.4			49	97.8	
		ND		0.28	112.0			4.7	93.4			49	97.0	
		ND		0.30	120.0			5.0	99.8			49	98.0	
		ND		0.20	80.0			5.3	106.6			53	105.0	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	1.25	0.97	77.6	104.9	25	22.4	89.4	96.8	250	239	95.8	98.6
		ND		1.62	129.6			23.4	93.8			248	99.3	
		ND		0.88	70.4			27.0	108.0			272	108.6	
		ND		1.48	118.4			29.6	118.3			233	93.1	
		ND		1.23	98.4			22.6	90.3			222	88.7	
		ND		1.69	135.2			20.3	81.2			265	105.9	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	0.98	78.4	87.9	25	21.9	87.4	102.3	250	242	96.6	101.6
		ND		0.86	68.8			27.9	111.4			254	101.7	
		ND		1.32	105.6			25.4	101.4			268	107.3	
		ND		1.27	101.6			20.2	80.7			258	103.0	
		ND		0.90	72.0			29.8	119.1			257	102.7	
		ND		1.26	100.8			28.4	113.4			246	98.5	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.57	125.6	109.1	25	26.3	105.0	96.1	250	266	106.4	102.6
		ND		1.68	134.4			24.2	96.7			245	98.1	
		ND		1.05	84.0			21.6	86.4			261	104.2	
		ND		0.84	67.2			25.7	102.7			254	101.6	
		ND		1.41	112.8			24.7	98.6			271	108.3	
		ND		1.63	130.4			21.7	86.9			243	97.1	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.46	116.8	97.7	25	21.7	86.9	98.4	250	225	90.0	96.6
		ND		1.24	99.2			29.7	118.6			244	97.6	
		ND		0.86	68.8			21.2	84.8			224	89.5	
		ND		0.96	76.8			26.5	106.2			256	102.3	
		ND		1.70	136.0			26.4	105.4			244	97.7	
		ND		1.11	88.8			22.2	88.6			256	102.5	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	0.96	76.8	78.4	25	26.9	107.4	102.7	250	271	108.5	99.8
		ND		0.91	72.8			27.8	111.1			238	95.3	
		ND		0.87	69.6			22.9	91.7			228	91.2	
		ND		0.79	63.2			25.3	101.2			261	104.4	
		ND		1.58	126.4			27.1	108.5			242	96.8	
		ND		0.77	61.6			24.1	96.5			256	102.4	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	1.54	61.6	100.7	50	51.7	103.4	96.2	500	568	113.6	107.3
		ND		2.39	95.6			45.1	90.3			488	97.6	
		ND		2.81	112.4			46.3	92.7			524	104.7	
		ND		3.19	127.6			48.5	97.0			565	113.1	
		ND		2.38	95.2			48.1	96.2			573	114.6	
		ND		2.80	112.0			48.8	97.7			501	100.3	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	2.2	86.2	97.4	50	50	100.6	101.3	501	485	96.8	98.8
		ND		2.6	102.4			49	98.5			500	99.8	
		ND		2.1	84.9			51	102.0			511	102.0	
		ND		2.6	103.0			54	107.3			484	96.6	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		2.7	107.1			51	101.4			483	96.3	
		ND		2.5	101.0			49	97.8			507	101.2	

表 1-41 实验室 2 沉积物加标测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.37	148.0	136.7	5.0	5.2	103.8	106.2	50	54	108.6	102.8
		ND		0.36	144.0			5.4	108.8			52	103.4	
		ND		0.28	112.0			5.5	109.8			51	101.2	
		ND		0.31	124.0			5.2	104.0			50	100.6	
		ND		0.37	148.0			5.4	107.4			52	103.2	
		ND		0.36	144.0			5.2	103.6			50	99.6	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.41	112.8	126.0	25	31.8	127.0	113.7	250	261	104.2	105.3
		ND		1.62	129.6			26.3	105.3			292	116.8	
		ND		1.71	136.8			24.6	98.2			292	116.8	
		ND		1.72	137.6			32.7	130.9			250	99.9	
		ND		1.27	101.6			26.8	107.2			243	97.3	
		ND		1.72	137.6			28.3	113.4			241	96.6	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.12	89.6	113.9	25	31.6	126.4	111.3	250	297	119.0	110.4
		ND		1.53	122.4			27.5	109.8			296	118.4	
		ND		1.42	113.6			28.4	113.5			244	97.8	
		ND		1.54	123.2			27.3	109.3			268	107.4	
		ND		1.39	111.2			26.1	104.4			293	117.3	
		ND		1.54	123.2			26.1	104.4			257	102.8	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.54	123.2	123.9	25	26.7	106.9	116.6	250	246	98.5	102.8

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.43	114.4			26.9	107.5			246	98.3	
		ND		1.37	109.6			28.1	112.4			260	104.2	
		ND		1.88	150.4			32.1	128.2			281	112.2	
		ND		1.50	120.0			30.7	122.9			251	100.2	
		ND		1.57	125.6			30.4	121.4			258	103.3	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.88	150.4	130.9	25	32.3	129.2	123.7	250	299	119.7	112.9
		ND		1.74	139.2			32.5	130.1			298	119.0	
		ND		1.70	136.0			30.7	122.8			272	108.9	
		ND		1.30	104.0			31.8	127.3			254	101.5	
		ND		1.90	152.0			31.1	124.6			272	108.9	
		ND		1.30	104.0			27.0	108.1			299	119.6	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.11	88.8	115.3	25	30.6	122.6	111.6	250	269	107.4	112.9
		ND		1.28	102.4			29.2	116.6			293	117.1	
		ND		1.41	112.8			26.2	104.9			282	112.6	
		ND		1.83	146.4			25.1	100.5			288	115.2	
		ND		1.46	116.8			25.3	101.0			293	117.2	
		ND		1.56	124.8			30.9	123.8			269	107.8	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.82	145.6	125.6	25	26.6	106.5	114.6	250	279	111.5	109.6
		ND		1.64	131.2			30.9	123.5			292	117.0	
		ND		1.79	143.2			26.5	106.2			271	108.3	
		ND		1.39	111.2			32.5	130.1			252	100.8	
		ND		1.11	88.8			28.8	115.0			284	113.6	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.67	133.6			26.6	106.5			266	106.4	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.53	122.4	137.2	25	32.2	128.8	114.9	250	262	104.6	104.8
		ND		1.49	119.2			30.6	122.2			254	101.7	
		ND		1.84	147.2			28.9	115.4			261	104.2	
		ND		1.67	133.6			24.2	96.8			275	110.2	
		ND		1.91	152.8			31.4	125.4			254	101.6	
		ND		1.85	148.0			25.2	101.0			266	106.3	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.65	132.0	126.5	25	28.1	112.2	112.3	250	243	97.1	107.9
		ND		1.69	135.2			26.8	107.3			265	105.9	
		ND		1.70	136.0			32.1	128.2			276	110.5	
		ND		1.48	118.4			30.7	122.9			283	113.0	
		ND		1.65	132.0			25.6	102.4			278	111.2	
		ND		1.32	105.6			25.2	100.8			274	109.4	
10	O ₈ CDF	ND	2.5	2.89	115.6	118.5	50	50.0	99.9	105.6	500	489	97.8	102.8
		ND		2.97	118.8			52.3	104.5			488	97.5	
		ND		3.22	128.8			51.0	102.0			521	104.3	
		ND		3.16	126.4			52.1	104.2			529	105.9	
		ND		2.80	112.0			53.8	107.7			543	108.6	
		ND		2.73	109.2			57.6	115.1			514	102.8	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.33	132.0	131.3	5.0	5.4	108.8	106.6	50	55	109.8	106.5
		ND		0.35	140.0			5.3	106.4			55	109.8	
		ND		0.32	128.0			5.1	101.4			51	102.8	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.34	136.0			5.5	109.8			53	105.4	
		ND		0.30	120.0			5.5	109.2			52	104.0	
		ND		0.33	132.0			5.2	104.2			54	107.4	
12	1,2,3,7,8-P ₃ CDD	ND	1.25	1.51	120.8	104.4	25	30.4	121.4	109.9	250	271	108.4	105.6
		ND		1.41	112.8			25.4	101.7			254	101.5	
		ND		0.89	71.2			24.0	96.1			269	107.6	
		ND		0.98	78.4			28.9	115.6			248	99.1	
		ND		1.75	140.0			29.9	119.4			291	116.5	
		ND		1.29	103.2			26.2	104.8			252	100.6	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.61	128.8	126.5	25	28.1	112.3	110.4	250	275	110.1	111.0
		ND		1.35	108.0			29.7	118.9			280	112.0	
		ND		1.79	143.2			26.3	105.3			278	111.0	
		ND		1.93	154.4			24.8	99.0			268	107.2	
		ND		1.52	121.6			31.2	124.8			266	106.3	
		ND		1.29	103.2			25.5	102.0			298	119.2	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.32	105.6	126.8	25	26.1	104.4	111.2	250	245	97.8	110.4
		ND		1.89	151.2			24.8	99.2			273	109.0	
		ND		1.56	124.8			31.5	125.8			296	118.3	
		ND		1.43	114.4			31.1	124.2			294	117.6	
		ND		1.52	121.6			28.9	115.5			281	112.5	
		ND		1.79	143.2			24.5	97.9			269	107.4	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.82	145.6	131.1	25	24.8	99.3	109.9	250	241	96.3	105.0

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.62	129.6			24.6	98.2			255	102.0	
		ND		1.43	114.4			32.6	130.5			258	103.2	
		ND		1.22	97.6			28.8	115.2			286	114.2	
		ND		1.95	156.0			27.2	108.6			264	105.4	
		ND		1.79	143.2			26.9	107.4			272	108.7	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.27	101.6	104.7	25	28.4	113.5	114.2	250	288	115.4	105.6
		ND		1.11	88.8			27.8	111.1			264	105.4	
		ND		1.17	93.6			30.4	121.4			253	101.3	
		ND		1.19	95.2			25.8	103.3			240	96.1	
		ND		1.82	145.6			26.1	104.5			268	107.4	
		ND		1.29	103.2			32.8	131.4			270	108.0	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	3.80	152.0	120.3	50	55.9	111.8	108.2	500	486	97.1	101.4
		ND		2.58	103.2			56.8	113.5			545	108.9	
		ND		3.71	148.4			56.3	112.7			490	98.1	
		ND		2.38	95.2			53.3	106.7			485	97.1	
		ND		2.60	104.0			49.3	98.6			533	106.5	
		ND		2.97	118.8			52.9	105.8			502	100.4	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	2.9	116.7	118.4	50	59	118.1	111.7	501	552	110.1	108.1
		ND		3.1	123.2			54	108.9			552	110.2	
		ND		2.7	109.9			54	108.5			528	105.4	
		ND		2.9	114.6			57	114.6			529	105.7	
		ND		3.1	125.1			57	113.1			562	112.1	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		3.0	120.8			53	106.9			527	105.2	

表 1-42 实验室 3 沉积物样品加标测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.24	96.0	82.7	5.0	4.7	94.6	98.3	50	42	83.2	90.3
		ND		0.16	64.0			4.9	98.2			45	90.0	
		ND		0.24	96.0			5.1	102.6			46	92.2	
		ND		0.17	68.0			4.9	97.4			41	81.2	
		ND		0.18	72.0			5.0	99.8			51	101.0	
		ND		0.25	100.0			4.9	97.2			47	94.2	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.30	104.0	108.7	25	20.8	83.0	85.7	250	227	90.6	88.1
		ND		1.41	112.8			20.8	83.0			245	98.2	
		ND		1.33	106.4			24.6	98.4			230	92.0	
		ND		1.00	80.0			19.0	76.0			192	76.8	
		ND		1.61	128.8			24.7	98.8			232	92.6	
		ND		1.50	120.0			18.8	75.1			196	78.6	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.54	123.2	110.3	25	22.0	87.9	86.4	250	206	82.5	86.8
		ND		1.19	95.2			21.5	86.1			228	91.1	
		ND		1.19	95.2			19.2	76.6			217	86.8	
		ND		1.28	102.4			21.5	85.8			219	87.6	
		ND		1.47	117.6			20.2	80.9			239	95.6	
		ND		1.60	128.0			25.3	101.1			193	77.1	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.00	80.0	96.7	25	19.6	78.4	88.2	250	191	76.6	88.1
		ND		1.00	80.0			26.0	103.9			231	92.6	
		ND		1.48	118.4			19.7	78.9			230	91.8	
		ND		1.15	92.0			23.7	94.6			206	82.3	
		ND		1.56	124.8			22.2	88.7			242	96.6	
		ND		1.06	84.8			21.3	85.0			221	88.5	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.07	85.6	114.4	25	22.3	89.2	85.0	250	249	99.4	92.2
		ND		1.57	125.6			21.0	84.0			235	93.9	
		ND		1.49	119.2			24.6	98.4			256	102.4	
		ND		1.59	127.2			23.5	94.0			220	87.8	
		ND		1.30	104.0			18.0	72.0			192	76.8	
		ND		1.56	124.8			18.1	72.6			232	92.7	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.43	114.4	104.9	25	22.2	88.9	92.5	250	250	99.8	94.7
		ND		1.35	108.0			23.7	94.6			246	98.5	
		ND		1.63	130.4			21.5	86.2			216	86.4	
		ND		1.07	85.6			25.0	99.9			246	98.2	
		ND		1.16	92.8			23.9	95.8			203	81.4	
		ND		1.23	98.4			22.5	89.8			260	103.9	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.33	106.4	100.1	25	23.8	95.0	94.5	250	202	80.8	81.3
		ND		1.55	124.0			24.5	98.0			199	79.6	
		ND		1.00	80.0			23.9	95.8			207	82.7	
		ND		1.27	101.6			25.5	102.1			193	77.3	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.35	108.0			22.3	89.1			220	88.1	
		ND		1.01	80.8			21.8	87.2			198	79.4	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.56	124.8	115.9	25	19.8	79.1	86.2	250	240	95.9	91.9
		ND		1.02	81.6			25.0	99.8			243	97.1	
		ND		1.62	129.6			23.9	95.5			208	83.2	
		ND		1.44	115.2			23.9	95.5			201	80.3	
		ND		1.56	124.8			18.3	73.2			238	95.2	
		ND		1.49	119.2			18.6	74.3			250	99.9	
		ND		1.04	83.2	102.7	25	24.4	97.7	90.7	250	258	103.3	91.8
		ND		1.19	95.2			20.5	82.2			237	94.8	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.50	120.0			22.3	89.0			212	84.6	
		ND		1.28	102.4			25.6	102.2			232	92.6	
		ND		1.46	116.8			22.6	90.3			201	80.4	
		ND		1.23	98.4			20.8	83.0			237	94.8	
10	O ₈ CDF	ND	2.5	2.01	80.4	85.3	50	47.5	95.0	90.7	500	429	85.7	87.7
		ND		2.06	82.4			42.1	84.2			406	81.3	
		ND		2.34	93.6			51.3	102.6			402	80.4	
		ND		2.07	82.8			40.7	81.4			476	95.1	
		ND		1.97	78.8			42.8	85.6			456	91.2	
		ND		2.34	93.6			47.6	95.2			462	92.5	
		ND		0.22	88.0	75.3	5.0	5.1	101.4	95.0	50	51	101.8	95.5
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.20	80.0			4.7	94.2			49	97.4	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.21	84.0			4.6	91.0			43	86.0	
		ND		0.17	68.0			4.7	93.2			45	90.4	
		ND		0.15	60.0			4.4	87.2			51	101.0	
		ND		0.18	72.0			5.1	102.8			48	96.2	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	1.25	1.32	105.6	104.9	25	25.3	101.3	89.4	250	218	87.0	88.8
		ND		1.29	103.2			22.0	88.0			199	79.5	
		ND		1.07	85.6			19.6	78.4			216	86.6	
		ND		1.09	87.2			20.1	80.5			199	79.8	
		ND		1.58	126.4			24.6	98.5			243	97.1	
		ND		1.52	121.6			22.4	89.6			257	102.9	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.13	90.4	99.7	25	18.8	75.3	84.3	250	194	77.7	91.8
		ND		1.02	81.6			24.2	96.8			225	90.1	
		ND		1.20	96.0			18.5	73.9			243	97.1	
		ND		1.62	129.6			22.7	90.9			219	87.5	
		ND		1.11	88.8			18.0	72.0			245	98.0	
		ND		1.40	112.0			24.2	96.7			252	100.6	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.14	91.2	90.3	25	20.7	82.9	88.3	250	208	83.4	88.0
		ND		1.13	90.4			21.5	86.1			229	91.5	
		ND		1.03	82.4			21.7	86.9			244	97.4	
		ND		1.18	94.4			24.8	99.2			230	91.8	
		ND		1.03	82.4			21.6	86.4			191	76.2	
		ND		1.26	100.8			22.1	88.6			220	88.0	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.06	84.8	96.7	25	18.5	74.0	91.6	250	230	92.0	85.4
		ND		1.17	93.6			24.6	98.6			195	77.8	
		ND		1.01	80.8			22.7	90.7			200	80.2	
		ND		1.63	130.4			23.6	94.2			227	90.7	
		ND		1.08	86.4			25.9	103.5			205	81.9	
		ND		1.30	104.0			22.2	88.6			224	89.7	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.29	103.2	114.9	25	19.5	78.1	86.8	250	259	103.5	97.1
		ND		1.56	124.8			18.7	74.8			232	92.7	
		ND		1.02	81.6			26.0	103.8			247	98.6	
		ND		1.56	124.8			18.9	75.7			245	97.9	
		ND		1.54	123.2			24.4	97.7			238	95.0	
		ND		1.65	132.0			22.8	91.0			238	95.0	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	2.05	82.0	80.1	50	46.8	93.6	91.3	500	490	97.9	94.9
		ND		2.28	91.2			40.9	81.7			493	98.5	
		ND		1.93	77.2			43.7	87.3			460	92.1	
		ND		1.83	73.2			47.7	95.4			426	85.2	
		ND		1.98	79.2			42.8	85.7			520	103.9	
		ND		1.95	78.0			52.0	104.0			458	91.6	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	2.6	103.9	101.8	50	46	91.1	89.3	501	439	87.7	89.0
		ND		2.4	97.9			45	90.6			443	88.4	
		ND		2.4	94.4			42	83.5			443	88.4	
		ND		2.4	96.8			45	89.1			430	85.8	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		2.7	107.3			44	88.9			465	92.9	
		ND		2.8	110.8			46	92.7			457	91.1	

表 1-43 实验室 4 沉积物样品加标测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.18	72.0	80.0	5.0	4.1	82.4	91.4	50	46	91.6	91.3
		ND		0.23	92.0			4.4	88.4			48	95.6	
		ND		0.21	84.0			5.0	99.6			44	88.0	
		ND		0.20	80.0			5.0	100.8			45	89.6	
		ND		0.19	76.0			4.5	90.2			47	93.2	
		ND		0.19	76.0			4.3	86.8			45	89.8	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.09	87.2	93.9	25	24.2	96.9	90.9	250	198	79.2	81.7
		ND		1.25	100.0			22.0	88.1			211	84.4	
		ND		1.28	102.4			25.9	103.5			210	84.1	
		ND		1.07	85.6			22.0	88.1			196	78.4	
		ND		1.06	84.8			22.7	90.6			207	82.8	
		ND		1.29	103.2			19.5	78.0			203	81.2	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.21	96.8	84.9	25	23.9	95.7	96.1	250	209	83.6	86.1
		ND		1.07	85.6			24.6	98.4			234	93.7	
		ND		0.89	71.2			21.6	86.3			214	85.5	
		ND		0.87	69.6			22.5	90.1			208	83.0	
		ND		1.23	98.4			25.5	101.8			210	83.8	
		ND		1.10	88.0			26.1	104.2			217	86.7	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	0.81	64.8	84.3	25	26.9	107.4	92.7	250	228	91.2	85.6
		ND		1.01	80.8			26.0	104.0			193	77.3	
		ND		1.01	80.8			19.2	76.7			230	92.0	
		ND		1.30	104.0			20.8	83.3			192	76.7	
		ND		1.12	89.6			19.3	77.3			205	81.9	
		ND		1.07	85.6			26.9	107.4			236	94.6	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	0.80	64.0	91.1	25	26.0	104.0	98.0	250	237	94.9	88.7
		ND		1.18	94.4			26.4	105.6			237	94.9	
		ND		1.22	97.6			19.1	76.4			213	85.1	
		ND		1.16	92.8			26.1	104.4			239	95.6	
		ND		1.28	102.4			22.5	90.0			210	84.1	
		ND		1.19	95.2			26.9	107.6			194	77.5	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	0.98	78.4	85.7	25	24.5	97.8	91.9	250	210	83.8	86.9
		ND		0.86	68.8			25.7	102.9			233	93.2	
		ND		0.84	67.2			22.2	88.7			215	86.1	
		ND		1.33	106.4			21.2	84.8			223	89.2	
		ND		1.17	93.6			19.6	78.4			197	78.9	
		ND		1.25	100.0			24.7	98.7			226	90.4	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	0.89	71.2	79.1	25	19.2	76.6	84.2	250	193	77.2	82.0
		ND		1.10	88.0			19.5	78.0			195	78.1	
		ND		0.85	68.0			21.1	84.2			234	93.7	
		ND		1.29	103.2			20.5	82.2			214	85.8	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.98	78.4			23.6	94.5			190	76.1	
		ND		0.82	65.6			22.5	89.8			203	81.3	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	0.88	70.4	83.2	25	23.2	92.6	93.3	250	210	83.9	80.5
		ND		1.03	82.4			19.3	77.4			190	76.0	
		ND		1.26	100.8			22.4	89.4			195	78.0	
		ND		1.18	94.4			25.4	101.4			196	78.4	
		ND		0.92	73.6			23.8	95.0			217	86.9	
		ND		0.97	77.6			26.0	103.8			200	80.0	
		ND		0.80	64.0			23.3	93.0			220	88.0	
		ND		1.34	107.2			21.4	85.6			231	92.4	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.13	90.4	89.2	25	22.7	90.9	91.7	250	217	86.8	86.9
		ND		1.15	92.0			25.2	100.8			200	79.9	
		ND		1.08	86.4			20.8	83.3			224	89.6	
		ND		1.19	95.2			24.2	96.8			211	84.4	
		ND		2.13	85.2	90.3	50	50.2	100.4	97.7	500	464	92.7	87.2
		ND		2.52	100.8			52.6	105.2			463	92.6	
		ND		2.21	88.4			52.5	104.9			442	88.3	
10	O ₈ CDF	ND	2.5	2.43	97.2			40.8	81.5			408	81.6	
		ND		2.43	97.2			50.2	100.4			430	86.0	
		ND		1.83	73.2			46.8	93.6			410	82.0	
		ND		0.20	80.0	81.3	5.0	4.2	83.8	91.0	50	49	97.6	94.8
		ND		0.20	80.0			4.6	91.4			51	102.0	
		ND		0.20	80.0			4.6	91.4			51	102.0	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.21	84.0			4.8	96.6			44	88.0	
		ND		0.19	76.0			4.6	91.6			50	100.8	
		ND		0.23	92.0			4.8	96.4			44	88.4	
		ND		0.19	76.0			4.3	86.2			46	92.0	
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	ND	1.25	1.07	85.6	84.3	25	24.3	97.2	91.0	250	238	95.1	89.9
		ND		1.02	81.6			22.1	88.3			228	91.2	
		ND		1.06	84.8			19.9	79.5			202	80.7	
		ND		1.01	80.8			26.1	104.3			222	88.6	
		ND		1.13	90.4			23.5	93.8			231	92.4	
		ND		1.03	82.4			20.7	82.6			228	91.3	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.01	80.8	79.9	25	21.1	84.5	83.1	250	207	83.0	88.6
		ND		1.19	95.2			19.3	77.2			227	90.7	
		ND		1.12	89.6			20.8	83.2			215	86.1	
		ND		0.81	64.8			20.7	82.8			206	82.5	
		ND		0.85	68.0			23.7	94.7			239	95.5	
		ND		1.01	80.8			19.1	76.5			235	94.0	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	0.92	73.6	84.7	25	26.0	104.0	94.8	250	217	86.8	82.6
		ND		0.85	68.0			21.9	87.6			200	80.0	
		ND		0.98	78.4			23.1	92.3			194	77.6	
		ND		1.07	85.6			22.3	89.3			211	84.6	
		ND		1.30	104.0			24.6	98.6			200	80.0	
		ND		1.23	98.4			24.3	97.0			217	86.8	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.15	92.0	88.5	25	24.5	97.9	92.4	250	207	82.9	84.5
		ND		1.25	100.0			22.8	91.4			217	86.6	
		ND		1.00	80.0			19.3	77.4			207	83.0	
		ND		1.32	105.6			23.2	92.8			212	84.6	
		ND		0.81	64.8			26.8	107.2			210	83.8	
		ND		1.11	88.8			22.0	88.2			216	86.2	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.08	86.4	80.5	25	22.1	88.4	98.5	250	213	85.0	85.4
		ND		0.86	68.8			22.3	89.2			193	77.2	
		ND		1.21	96.8			26.4	105.7			205	82.0	
		ND		0.83	66.4			24.7	98.9			201	80.3	
		ND		1.17	93.6			25.8	103.0			234	93.6	
		ND		0.89	71.2			26.4	105.6			236	94.5	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	2.21	88.4	82.9	50	50.8	101.5	98.0	500	433	86.6	87.6
		ND		2.33	93.2			51.3	102.6			458	91.6	
		ND		1.71	68.4			41.9	83.8			421	84.3	
		ND		2.34	93.6			49.5	99.0			484	96.7	
		ND		1.71	68.4			47.6	95.3			420	84.0	
		ND		2.14	85.6			53.0	106.0			411	82.3	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	2.1	84.0	84.6	50	48	95.0	92.5	501	444	88.6	87.6
		ND		2.1	84.2			46	92.7			455	90.8	
		ND		2.0	80.3			43	85.3			425	84.7	
		ND		2.1	82.7			47	93.6			436	87.0	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		2.3	90.8			48	95.4			432	86.3	
		ND		2.1	85.6			47	93.1			443	88.4	

表 1-44 实验室 5 沉积物样品加标测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 P_i (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.30	120.0	110.0	5.0	4.7	93.6	96.2	50	51	102.0	96.3
		ND		0.21	84.0			4.9	98.2			48	95.4	
		ND		0.26	104.0			4.7	94.4			48	96.6	
		ND		0.29	116.0			5.0	100.6			49	98.0	
		ND		0.30	120.0			4.5	90.0			46	92.0	
		ND		0.29	116.0			5.0	100.6			47	94.0	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.49	119.2	103.2	25	24.2	96.9	99.5	250	241	96.5	99.4
		ND		1.28	102.4			27.1	108.5			256	102.4	
		ND		1.07	85.6			23.5	94.2			260	103.9	
		ND		1.13	90.4			22.1	88.6			257	102.8	
		ND		1.53	122.4			26.4	105.5			244	97.4	
		ND		1.24	99.2			25.8	103.1			234	93.4	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.05	84.0	105.7	25	24.4	97.5	99.6	250	275	109.8	104.7
		ND		1.38	110.4			27.7	110.8			275	110.0	
		ND		1.25	100.0			27.3	109.1			239	95.8	
		ND		1.45	116.0			23.8	95.1			267	106.7	
		ND		1.42	113.6			22.2	88.7			257	102.9	
		ND		1.38	110.4			24.2	96.6			258	103.1	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.15	92.0	104.0	25	24.5	97.8	100.8	250	264	105.4	103.8

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 P_i (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.44	115.2			26.6	106.6			253	101.4	
		ND		1.20	96.0			28.9	115.4			254	101.7	
		ND		1.36	108.8			23.2	93.0			256	102.2	
		ND		1.51	120.8			23.5	94.1			267	106.6	
		ND		1.14	91.2			24.5	98.0			263	105.2	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.05	84.0	95.5	25	26.4	105.6	103.0	250	245	98.1	104.3
		ND		1.43	114.4			27.8	111.3			267	106.6	
		ND		1.31	104.8			28.6	114.5			267	106.8	
		ND		1.18	94.4			25.0	100.2			269	107.5	
		ND		1.02	81.6			24.3	97.2			268	107.0	
		ND		1.17	93.6			22.3	89.3			250	100.0	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.15	92.0	103.2	25	24.8	99.4	102.5	250	274	109.6	102.7
		ND		1.35	108.0			24.2	96.8			265	106.1	
		ND		1.39	111.2			27.4	109.6			246	98.4	
		ND		1.34	107.2			27.9	111.4			268	107.0	
		ND		1.39	111.2			24.2	96.9			256	102.4	
		ND		1.12	89.6			25.3	101.2			232	92.8	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.04	83.2	92.0	25	24.8	99.4	99.8	250	253	101.2	99.4
		ND		1.09	87.2			23.8	95.4			253	101.1	
		ND		1.08	86.4			25.1	100.5			250	100.0	
		ND		1.27	101.6			23.0	92.0			242	96.8	
		ND		1.06	84.8			26.7	106.8			261	104.4	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 P_i (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.36	108.8			26.2	104.8			233	93.1	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.11	88.8	96.3	25	28.0	112.0	103.3	250	252	101.0	100.2
		ND		1.33	106.4			23.0	91.8			247	98.8	
		ND		1.05	84.0			26.7	107.0			251	100.5	
		ND		1.03	82.4			26.5	106.0			248	99.0	
		ND		1.38	110.4			22.1	88.2			267	107.0	
		ND		1.32	105.6			28.7	114.7			237	94.8	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.03	82.4	105.7	25	25.1	100.5	96.8	250	249	99.5	98.1
		ND		1.52	121.6			22.6	90.6			239	95.7	
		ND		1.52	121.6			28.2	113.0			275	109.8	
		ND		1.07	85.6			22.6	90.5			237	94.9	
		ND		1.30	104.0			24.3	97.0			241	96.5	
		ND		1.49	119.2			22.3	89.4			230	92.1	
10	O ₈ CDF	ND	2.5	2.58	103.2	116.6	50	40.3	80.7	89.9	500	481	96.1	103.9
		ND		2.93	117.2			51.3	102.6			532	106.4	
		ND		3.33	133.2			42.7	85.3			497	99.3	
		ND		2.12	84.8			40.5	80.9			472	94.4	
		ND		3.44	137.6			52.0	103.9			569	113.8	
		ND		3.09	123.6			43.0	85.9			566	113.1	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.22	88.0	94.0	5.0	5.3	105.8	100.4	50	51	101.0	99.1
		ND		0.23	92.0			4.8	96.2			49	97.6	
		ND		0.21	84.0			4.9	98.0			48	96.8	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 P_i (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.20	80.0			5.3	105.0			50	100.6	
		ND		0.29	116.0			4.9	97.2			50	99.6	
		ND		0.26	104.0			5.0	100.0			49	98.8	
12	1,2,3,7,8-P ₃ CDD	ND	1.25	0.99	79.2	93.9	25	28.7	114.8	106.6	250	258	103.3	99.4
		ND		1.47	117.6			25.3	101.2			241	96.5	
		ND		1.06	84.8			24.6	98.6			224	89.7	
		ND		1.06	84.8			26.9	107.6			236	94.4	
		ND		1.12	89.6			26.9	107.6			263	105.0	
		ND		1.34	107.2			27.4	109.6			268	107.3	
		ND												
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.11	88.8	90.1	25	24.8	99.2	99.1	250	265	105.9	101.7
		ND		1.04	83.2			22.4	89.7			271	108.3	
		ND		0.95	76.0			23.6	94.5			242	97.0	
		ND		1.10	88.0			26.3	105.2			249	99.8	
		ND		1.02	81.6			23.7	94.9			239	95.4	
		ND		1.54	123.2			27.8	111.0			259	103.7	
		ND												
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.19	95.2	93.9	25	23.1	92.4	100.7	250	259	103.7	93.8
		ND		1.10	88.0			24.6	98.3			226	90.3	
		ND		1.37	109.6			28.2	112.9			220	88.1	
		ND		0.98	78.4			25.5	102.0			226	90.4	
		ND		1.20	96.0			22.2	88.7			248	99.0	
		ND		1.20	96.0			27.4	109.7			228	91.1	
		ND												
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.47	117.6	109.7	25	28.3	113.3	101.2	250	274	109.4	102.6

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 P_i (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.43	114.4			24.0	96.0			273	109.4	
		ND		1.35	108.0			26.6	106.5			241	96.5	
		ND		1.35	108.0			26.3	105.2			242	96.8	
		ND		1.22	97.6			23.3	93.3			268	107.4	
		ND		1.41	112.8			23.2	92.8			241	96.4	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.17	93.6	103.6	25	24.4	97.5	102.1	250	256	102.4	102.9
		ND		1.55	124.0			28.6	114.6			271	108.4	
		ND		1.35	108.0			28.4	113.7			234	93.5	
		ND		1.09	87.2			22.6	90.5			267	106.8	
		ND		1.32	105.6			26.8	107.2			263	105.3	
		ND		1.29	103.2			22.3	89.2			253	101.1	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	2.93	117.2	107.3	50	43.7	87.3	92.7	500	504	100.8	104.7
		ND		2.86	114.4			49.2	98.4			563	112.5	
		ND		2.39	95.6			50.7	101.4			545	108.9	
		ND		3.11	124.4			43.2	86.3			498	99.5	
		ND		2.30	92.0			42.1	84.1			545	109.0	
		ND		2.50	100.0			49.3	98.6			485	97.1	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	2.2	88.0	99.2	50	52	104.1	102.1	501	526	104.9	101.3
		ND		2.7	107.1			51	102.7			514	102.6	
		ND		2.4	94.2			52	104.6			479	95.6	
		ND		2.4	97.4			51	101.4			503	100.4	
		ND		2.6	102.2			49	97.6			516	103.0	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 P_i (%)	平均回收率 (%)
		ND		2.7	106.1			51	102.1			508	101.3	

表 1-45 实验室 6 沉积物样品加标测试数据

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月～2021 年 7 月

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	ND	0.25	0.37	148.0	119.3	5.0	4.9	97.2	102.1	50	50	99.2	98.2
		ND		0.32	128.0			4.9	98.0			48	96.2	
		ND		0.26	104.0			5.7	113.0			52	103.2	
		ND		0.26	104.0			5.2	103.6			48	95.2	
		ND		0.33	132.0			4.6	92.0			48	96.0	
		ND		0.25	100.0			5.5	109.0			50	99.6	
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.20	96.0	111.6	25	28.4	113.6	119.6	250	253	101.2	103.7
		ND		1.61	128.8			30.7	122.9			263	105.0	
		ND		1.16	92.8			28.5	113.9			263	105.1	
		ND		1.40	112.0			32.8	131.2			253	101.0	
		ND		1.59	127.2			26.4	105.7			275	110.0	
		ND		1.41	112.8			32.6	130.3			250	100.1	
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	ND	1.25	1.14	91.2	101.2	25	26.3	105.0	106.6	250	255	102.2	104.1
		ND		1.49	119.2			29.1	116.6			241	96.5	
		ND		1.29	103.2			25.0	100.1			273	109.1	
		ND		1.20	96.0			26.4	105.4			271	108.6	
		ND		1.13	90.4			27.5	110.0			245	98.1	
		ND		1.34	107.2			25.6	102.5			276	110.4	
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.67	133.6	122.1	25	29.7	118.8	107.5	250	241	96.6	99.9

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.41	112.8			28.2	112.9			248	99.1	
		ND		1.61	128.8			24.4	97.5			258	103.1	
		ND		1.23	98.4			24.3	97.0			250	100.0	
		ND		1.56	124.8			26.5	106.0			252	100.8	
		ND		1.68	134.4			28.2	112.7			250	100.1	
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.73	138.4	116.3	25	28.4	113.5	115.6	250	267	106.7	103.4
		ND		1.40	112.0			32.3	129.2			257	102.6	
		ND		1.33	106.4			32.3	129.1			274	109.5	
		ND		1.49	119.2			24.8	99.1			246	98.4	
		ND		1.50	120.0			31.0	123.9			267	106.8	
		ND		1.27	101.6			24.8	99.0			241	96.4	
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	ND	1.25	1.42	113.6	108.5	25	29.7	118.8	113.5	250	251	100.2	98.5
		ND		1.13	90.4			31.5	126.1			252	100.7	
		ND		1.35	108.0			25.5	102.0			244	97.4	
		ND		1.44	115.2			25.4	101.5			243	97.1	
		ND		1.49	119.2			29.9	119.5			248	99.1	
		ND		1.31	104.8			28.2	112.8			241	96.2	
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	ND	1.25	1.21	96.8	117.1	25	32.0	128.0	116.8	250	277	110.8	106.4
		ND		1.68	134.4			26.8	107.3			246	98.5	
		ND		1.29	103.2			26.8	107.4			279	111.7	
		ND		1.47	117.6			32.3	129.2			277	110.7	
		ND		1.39	111.2			28.6	114.2			255	101.9	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.74	139.2			28.6	114.6			262	104.8	
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	ND	1.25	1.35	108.0	110.5	25	29.2	116.7	113.7	250	272	108.8	106.3
		ND		1.73	138.4			29.0	116.2			278	111.1	
		ND		1.32	105.6			24.4	97.4			265	106.1	
		ND		1.11	88.8			27.5	110.0			274	109.4	
		ND		1.12	89.6			29.6	118.4			259	103.4	
		ND		1.66	132.8			30.9	123.8			248	99.0	
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	ND	1.25	1.34	107.2	113.3	25	27.9	111.6	116.9	250	272	108.8	102.7
		ND		1.43	114.4			27.7	110.7			244	97.5	
		ND		1.14	91.2			27.8	111.3			252	100.7	
		ND		1.63	130.4			32.9	131.4			270	107.9	
		ND		1.35	108.0			30.9	123.5			241	96.3	
		ND		1.61	128.8			28.2	112.8			263	105.0	
10	O ₈ CDF	ND	2.5	2.55	102.0	122.5	50	49.3	98.6	103.1	500	520	103.9	101.6
		ND		3.08	123.2			50.1	100.2			498	99.7	
		ND		3.29	131.6			51.6	103.2			507	101.5	
		ND		3.35	134.0			52.5	105.0			516	103.1	
		ND		2.79	111.6			47.7	95.4			515	103.0	
		ND		3.32	132.8			58.2	116.4			492	98.5	
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	ND	0.25	0.32	128.0	121.3	5.0	5.3	106.0	107.3	50	52	104.0	97.7
		ND		0.29	116.0			5.4	107.0			48	95.8	
		ND		0.24	96.0			5.2	103.4			49	97.2	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		0.24	96.0			5.5	110.0			49	97.0	
		ND		0.37	148.0			5.4	108.4			48	96.0	
		ND		0.36	144.0			5.5	109.0			48	96.0	
12	1,2,3,7,8-P ₃ CDD	ND	1.25	1.28	102.4	104.8	25	24.3	97.3	110.2	250	249	99.8	101.4
		ND		1.14	91.2			31.0	124.0			280	111.8	
		ND		1.26	100.8			28.0	112.0			245	98.2	
		ND		1.27	101.6			24.4	97.8			247	98.7	
		ND		1.56	124.8			26.9	107.5			255	101.8	
		ND		1.35	108.0			30.6	122.5			246	98.3	
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.47	117.6	114.9	25	24.2	96.9	112.9	250	257	102.8	104.0
		ND		1.28	102.4			28.2	113.0			259	103.6	
		ND		1.23	98.4			26.1	104.4			257	102.6	
		ND		1.36	108.8			30.3	121.3			261	104.4	
		ND		1.74	139.2			28.4	113.5			266	106.5	
		ND		1.54	123.2			32.0	128.1			261	104.2	
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	ND	1.25	1.71	136.8	115.6	25	28.8	115.0	116.5	250	243	97.3	103.3
		ND		1.53	122.4			30.5	122.1			266	106.5	
		ND		1.59	127.2			29.1	116.2			252	100.8	
		ND		1.40	112.0			29.7	118.8			251	100.4	
		ND		1.27	101.6			28.0	111.9			259	103.4	
		ND		1.17	93.6			28.8	115.1			279	111.7	
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	ND	1.25	1.45	116.0	116.3	25	24.9	99.5	111.6	250	246	98.6	104.4

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		1.35	108.0			26.4	105.6			254	101.8	
		ND		1.72	137.6			29.6	118.4			246	98.4	
		ND		1.11	88.8			24.1	96.4			278	111.1	
		ND		1.60	128.0			32.2	128.9			268	107.0	
		ND		1.49	119.2			30.1	120.5			274	109.5	
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	ND	1.25	1.34	107.2	110.3	25	27.1	108.2	108.4	250	273	109.3	104.1
		ND		1.46	116.8			24.8	99.2			240	96.1	
		ND		1.12	89.6			28.4	113.5			250	99.8	
		ND		1.43	114.4			25.9	103.4			276	110.3	
		ND		1.58	126.4			24.5	98.2			265	106.1	
		ND		1.34	107.2			31.9	127.6			258	103.2	
17	O ₈ CDD	ND	2.5	3.19	127.6	111.9	50	54.2	108.4	104.3	500	481	96.1	98.8
		ND		2.37	94.8			51.4	102.8			497	99.4	
		ND		3.02	120.8			48.7	97.4			492	98.4	
		ND		2.32	92.8			49.5	99.0			492	98.4	
		ND		2.98	119.2			52.0	104.0			515	102.9	
		ND		2.90	116.0			57.1	114.2			487	97.3	
18	二噁英类毒性当量质量 分数 (ng TEQ/kg)	ND	2.5	2.7	109.6	110.1	50	53	106.4	110.6	501	509	101.7	102.3
		ND		2.7	109.9			59	117.5			513	102.4	
		ND		2.7	106.1			54	107.9			515	102.9	
		ND		2.6	102.7			53	106.2			515	102.7	
		ND		2.9	117.2			56	111.6			507	101.1	

序号	化合物简称	样品测试浓度 (ng/kg)	低浓度 (ng/kg)				中浓度 (ng/kg)				高浓度 (ng/kg)			
			加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)	加标浓度	样品浓度	回收率 (%)	平均回收率 (%)
		ND		2.9	114.9			57	113.7			516	102.9	

表 1-46 实验室 1 有证标准物质测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值 (ng/kg)	相对误差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	52.5±16	44.5	57.40	9.33
			55.2		
			64.5		
			65.0		
			61.4		
			53.8		
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	12.6±5.0	13.7	11.88	-5.69
			12.7		
			12.2		
			8.5		
			13.8		
			10.5		
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	18.5±6.1	16.9	17.57	-5.05
			18.5		
			17.9		
			18.6		
			18.0		
			15.5		
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	67.3±24	57.0	59.40	-11.74
			52.3		
			62.9		
			62.4		
			61.5		
			60.3		
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	20.3±8.7	15.2	18.02	-11.25
			22.8		
			21.8		
			13.6		
			16.6		
			18.1		
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	16±8.0	11.9	14.78	-7.60
			17.0		
			10.3		
			17.7		
			15.9		
			15.9		
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	2.68±4.0	3.7	3.83	43.03

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值(ng/kg)	相对误差 (%)
			3.0		
			4.1		
			3.3		
			4.8		
			4.1		
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	299±73	283.9	294.43	-1.53
			306.3		
			294.3		
			334.0		
			276.9		
			271.2		
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	15.1±4.6	13.6	14.72	-2.54
			12.4		
			17.9		
			14.7		
			16.2		
			13.5		
10	O ₈ CDF	509±157	519.6	548.62	7.78
			406.2		
			619.2		
			514.5		
			629.6		
			602.6		
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	17.7±5.6	19.8	16.97	-4.14
			17.8		
			15.0		
			17.3		
			16.1		
			15.8		
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	7.96±2.8	8.2	7.40	-7.04
			8.6		
			7.5		
			6.5		
			7.1		
			6.5		
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	8.66±2.7	7.5	8.30	-4.16
			7.4		
			9.9		
			9.8		
			7.4		
			7.8		

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值(ng/kg)	相对误差 (%)
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	20.8±4.8	23.0	21.13	1.60
			22.9		
			23.3		
			21.0		
			18.1		
			18.5		
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	17.3±8.0	20.9	18.33	5.97
			15.6		
			20.7		
			20.7		
			22.1		
			10.0		
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	293±63	326.4	299.37	2.17
			263.9		
			245.4		
			281.1		
			349.5		
			329.9		
17	O ₈ CDD	1899±456	2008.7	2077.42	9.40
			2079.2		
			2256.0		
			2064.0		
			2194.5		
			1862.1		
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	60.59	/	58.88	-2.83

表 1-47 实验室 2 有证标准物质测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值(ng/kg)	相对误差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	52.5±16	59.1	55.87	6.41
			41.0		
			55.8		
			58.7		
			64.4		
			56.2		
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	12.6±5.0	10.9	11.92	-5.42
			8.9		
			15.2		
			8.7		
			15.0		
			12.8		
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	18.5±6.1	17.1	16.13	-12.79
			15.6		
			17.2		
			15.3		
			13.5		
			18.1		
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	67.3±24	56.1	60.48	-10.13
			62.8		
			65.6		
			57.6		
			61.2		
			59.6		
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	20.3±8.7	19.7	21.48	5.83
			16.1		
			24.7		
			19.9		
			24.5		
			24.0		
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	16±8.0	14.5	15.65	-2.19
			12.9		
			16.2		
			14.2		
			17.2		
			18.9		
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	2.68±4.0	3.8	3.57	33.08

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值(ng/kg)	相对误差 (%)
			3.4		
			3.1		
			5.4		
			3.4		
			2.3		
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	299±73	270.4	312.15	4.40
			328.8		
			342.9		
			308.4		
			316.9		
			305.5		
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	15.1±4.6	14.4	15.98	5.85
			18.3		
			17.4		
			14.7		
			17.8		
			13.3		
10	O ₈ CDF	509±157	578.4	467.88	-8.08
			390.7		
			510.0		
			547.3		
			366.3		
			414.6		
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	17.7±5.6	15.3	18.38	3.86
			13.4		
			22.1		
			21.9		
			17.5		
			20.1		
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	7.96±2.8	7.4	8.05	1.13
			7.7		
			8.4		
			6.6		
			9.1		
			9.1		
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	8.66±2.7	9.6	8.45	-2.42
			8.6		
			9.1		
			6.9		
			6.6		
			9.9		

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值 (ng/kg)	相对误差 (%)
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	20.8±4.8	22.0	20.40	-1.92
			21.5		
			19.3		
			19.3		
			22.2		
			18.1		
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	17.3±8.0	10.5	14.73	-14.84
			16.7		
			10.9		
			19.8		
			10.5		
			20.0		
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	293±63	349.1	300.10	2.42
			262.2		
			261.2		
			343.3		
			254.9		
			329.9		
17	O ₈ CDD	1899±456	2202.6	1952.18	2.80
			2255.5		
			1915.7		
			1862.7		
			1792.2		
			1684.4		
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	60.59	/	59.84	-1.24

表 1-48 实验室 3 有证标准物质测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值 (ng/kg)	相对误差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	52.5±16	58.7	57.63	9.77
			57.9		
			59.6		
			59.7		
			55.7		
			54.3		
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	12.6±5.0	15.2	14.28	13.36
			15.0		
			12.6		
			15.3		
			14.0		
			13.6		
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	18.5±6.1	14.0	15.95	-13.78
			18.7		
			15.7		
			18.8		
			14.5		
			14.0		
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	67.3±24	62.3	61.30	-8.92
			69.7		
			61.2		
			49.2		
			64.2		
			61.2		
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	20.3±8.7	21.1	19.55	-3.69
			17.8		
			13.0		
			21.8		
			17.2		
			26.4		
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	16±8.0	13.6	15.25	-4.69
			19.9		
			14.1		
			19.4		
			10.3		
			14.2		
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	2.68±4.0	4.3	3.62	34.95

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值(ng/kg)	相对误差 (%)
			3.2		
			4.4		
			2.9		
			4.5		
			2.4		
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	299±73	346.0	306.70	2.58
			329.5		
			269.0		
			315.7		
			320.5		
			259.5		
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	15.1±4.6	17.5	14.73	-2.43
			13.7		
			12.0		
			17.5		
			13.1		
			14.6		
10	O ₈ CDF	509±157	501.5	453.16	-10.97
			426.7		
			412.2		
			463.3		
			479.4		
			435.9		
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	17.7±5.6	13.6	16.28	-8.00
			13.8		
			18.7		
			14.2		
			21.7		
			15.7		
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	7.96±2.8	5.4	6.67	-16.25
			10.2		
			6.3		
			5.5		
			7.2		
			5.4		
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	8.66±2.7	8.7	8.58	-0.89
			8.6		
			7.7		
			9.9		
			9.8		
			6.8		

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值(ng/kg)	相对误差 (%)
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	20.8±4.8	19.8	19.10	-8.17
			20.1		
			17.0		
			17.9		
			22.6		
			17.2		
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	17.3±8.0	20.4	17.53	1.35
			12.6		
			11.9		
			19.8		
			21.6		
			18.9		
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	293±63	296.8	298.98	2.04
			343.7		
			332.1		
			284.6		
			248.6		
			288.1		
17	O ₈ CDD	1899±456	2060.8	2097.08	10.43
			2081.1		
			2285.9		
			2258.5		
			1962.6		
			1933.6		
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	60.59	/	57.32	-5.40

表 1-49 实验室 4 有证标准物质测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值(ng/kg)	相对误差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	52.5±16	43.9	51.87	-1.21
			59.9		
			62.2		
			40.4		
			56.8		
			48.0		
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	12.6±5.0	8.9	10.75	-14.68
			8.3		
			14.1		
			12.2		
			10.0		
			11.0		
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	18.5±6.1	18.6	19.95	7.84
			22.9		
			18.1		
			19.1		
			20.5		
			20.5		
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	67.3±24	78.5	72.84	8.23
			69.2		
			76.5		
			72.2		
			64.2		
			76.4		
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	20.3±8.7	19.1	20.58	1.40
			20.9		
			19.1		
			20.6		
			25.2		
			18.6		
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	16±8.0	17.9	16.20	1.25
			15.0		
			19.2		
			16.4		
			15.4		
			13.3		
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	2.68±4.0	3.4	3.25	21.27

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值(ng/kg)	相对误差 (%)
			3.4		
			3.4		
			3.2		
			3.1		
			3.0		
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	299±73	296.0	334.37	11.83
			347.7		
			349.5		
			348.5		
			341.8		
			322.7		
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	15.1±4.6	13.7	16.38	8.50
			18.3		
			15.1		
			15.7		
			16.9		
			18.6		
10	O ₈ CDF	509±157	506.8	552.14	8.48
			565.2		
			614.6		
			441.3		
			633.6		
			551.4		
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	17.7±5.6	20.1	18.67	5.46
			14.7		
			21.5		
			19.9		
			14.8		
			21.0		
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	7.96±2.8	7.8	7.25	-8.92
			8.0		
			7.4		
			7.3		
			6.7		
			6.3		
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	8.66±2.7	7.5	8.52	-1.66
			9.7		
			8.3		
			7.2		
			8.7		
			9.7		

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值(ng/kg)	相对误差 (%)
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	20.8±4.8	18.2	19.60	-5.77
			22.7		
			19.5		
			17.4		
			17.2		
			22.6		
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	17.3±8.0	17.3	15.65	-9.54
			11.5		
			12.6		
			16.9		
			14.3		
			21.3		
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	293±63	321.3	317.52	8.37
			340.7		
			331.4		
			288.2		
			312.3		
			311.2		
17	O ₈ CDD	1899±456	2043.0	2062.97	8.63
			1880.8		
			1962.9		
			2176.7		
			2213.3		
			2101.1		
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	60.59	/	62.95	3.90

表 1-50 实验室 5 有证标准物质测试数据

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 7 月

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值 (ng/kg)	相对误差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	52.5±16	58.4	55.48	5.68
			61.2		
			59.4		
			45.5		
			64.9		
			43.5		
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	12.6±5.0	9.4	12.95	2.78
			15.8		
			15.5		
			11.6		
			12.0		
			13.4		
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	18.5±6.1	13.7	15.17	-18.02
			13.2		
			16.8		
			16.7		
			17.3		
			13.3		
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	67.3±24	57.3	56.83	-15.55
			56.0		
			55.0		
			57.9		
			50.7		
			64.1		
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	20.3±8.7	17.9	18.47	-9.03
			24.4		
			14.0		
			14.7		
			22.6		
			17.2		
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	16±8.0	19.7	14.52	-9.27
			18.2		
			8.3		
			15.9		
			10.8		
			14.2		
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	2.68±4.0	3.2	4.00	49.25

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值(ng/kg)	相对误差 (%)
			2.5		
			5.3		
			5.2		
			4.6		
			3.2		
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	299±73	349.4	303.13	1.38
			293.9		
			314.9		
			264.5		
			271.9		
			324.2		
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	15.1±4.6	14.5	14.45	-4.30
			12.8		
			16.6		
			14.5		
			12.3		
			16.0		
10	O ₈ CDF	509±157	576.4	586.86	15.30
			536.4		
			616.9		
			603.2		
			589.7		
			598.7		
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	17.7±5.6	22.0	17.84	0.80
			14.4		
			19.8		
			14.7		
			16.2		
			20.0		
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	7.96±2.8	9.1	8.62	8.25
			8.5		
			8.5		
			7.6		
			9.3		
			8.7		
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	8.66±2.7	8.8	8.35	-3.58
			8.6		
			9.6		
			6.5		
			7.2		
			9.4		

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值(ng/kg)	相对误差 (%)
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	20.8±4.8	21.5	21.18	1.84
			22.5		
			21.0		
			19.4		
			21.4		
			21.3		
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	17.3±8.0	20.2	17.22	-0.48
			24.1		
			20.9		
			17.8		
			10.0		
			10.3		
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	293±63	343.3	303.68	3.65
			280.4		
			281.4		
			264.6		
			306.9		
			345.5		
17	O ₈ CDD	1899±456	2319.9	2239.03	17.91
			2220.9		
			2199.0		
			2242.9		
			2241.5		
			2210.0		
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	60.59	/	59.02	-2.58

表 1-51 实验室 6 有证标准物质测试数据

验证单位：浙江大学

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 7 月

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值(ng/kg)	相对误差 (%)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	52.5±16	46.2	54.95	4.67
			57.6		
			50.1		
			62.7		
			57.5		
			55.6		
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	12.6±5.0	15.4	12.78	1.46
			12.5		
			8.3		
			15.0		
			15.7		
			9.8		
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	18.5±6.1	18.2	15.35	-17.03
			13.4		
			16.4		
			14.5		
			15.7		
			13.9		
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	67.3±24	63.2	60.62	-9.92
			61.3		
			65.3		
			52.5		
			65.2		
			56.3		
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	20.3±8.7	25.7	19.98	-1.56
			15.1		
			18.3		
			22.0		
			24.1		
			14.7		
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	16±8.0	16.0	16.37	2.29
			10.1		
			15.9		
			19.6		
			19.3		
			17.3		
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	2.68±4.0	3.1	3.33	24.38

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值(ng/kg)	相对误差 (%)
			2.1		
			3.6		
			3.7		
			3.8		
			3.7		
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	299±73	319.5	305.08	2.03
			283.8		
			341.9		
			266.1		
			302.5		
			316.7		
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	15.1±4.6	16.4	16.72	10.71
			18.5		
			17.7		
			14.2		
			16.2		
			17.3		
10	O ₈ CDF	509±157	563.7	548.90	7.84
			497.2		
			484.9		
			516.7		
			627.7		
			603.2		
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	17.7±5.6	18.9	19.74	11.52
			22.3		
			18.7		
			19.7		
			21.0		
			17.9		
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	7.96±2.8	7.4	9.17	15.16
			10.2		
			10.2		
			10.1		
			7.6		
			9.5		
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	8.66±2.7	9.6	7.70	-11.09
			6.8		
			6.9		
			7.6		
			8.6		
			6.7		

序号	化合物简称	有证标准物质浓度 (ng/kg)	测定结果 (ng/kg)	平均值(ng/kg)	相对误差 (%)
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	20.8±4.8	19.8	19.73	-5.13
			21.6		
			17.4		
			20.8		
			17.7		
			21.1		
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	17.3±8.0	16.9	17.85	3.18
			13.1		
			21.3		
			21.7		
			20.9		
			13.2		
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	293±63	320.5	301.18	2.79
			299.9		
			331.7		
			288.5		
			291.1		
			275.4		
17	O ₈ CDD	1899±456	1664.3	1737.10	-8.53
			1735.4		
			1759.3		
			1869.9		
			1713.5		
			1680.2		
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	60.59	/	61.21	1.02

1.5 其他需要说明的问题

由于同位素稀释法的内标质控要求，需要对提取内标回收率范围进行统计。6家实验室提取内标回收率结果见表 1-52～表 1-75。

表 1-52 方法检出限、测定下限提取内标回收率

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

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 7 月

序号	提取内标	实验室 1 回收率 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	107.9	108.8	110.7	102.1	99.3	112.6	118.4
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	90.7	92.6	94.5	80.2	81.1	98.3	99.3
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	89.7	93.5	96.4	93.5	92.6	96.4	97.4
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	91.6	88.8	94.5	89.7	89.7	97.4	93.5
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	98.3	91.6	98.3	57.3	56.3	107.9	102.1
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	92.6	81.1	91.6	53.5	54.4	104.0	33.4
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	95.5	96.4	96.4	67.8	68.7	102.1	103.1
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	87.8	85.9	86.9	57.3	58.2	93.5	94.5
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	85.9	84.0	85.0	57.3	58.2	91.6	93.5
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	97.4	96.4	100.2	75.4	75.4	105.0	102.1
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	94.5	92.6	98.3	74.5	76.4	106.0	99.3
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	98.3	95.5	101.2	73.5	72.5	108.8	100.2
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	91.6	90.7	96.4	67.8	65.9	100.2	94.5
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	101.2	95.5	101.2	50.6	50.6	109.8	107.9
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	107.9	99.3	109.8	49.6	50.6	117.4	113.6
序号	提取内标	实验室 2 回收率 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	78.3	103.1	61.1	82.1	81.1	39.1	52.5
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	67.8	100.2	48.7	71.6	75.4	40.1	51.5
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	59.2	96.4	43.9	60.1	66.8	34.4	48.7
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	113.6	109.8	90.7	104.0	101.2	66.8	64.0
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	109.8	102.1	86.9	93.5	93.5	66.8	62.0
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	107.9	100.2	84.0	91.6	95.5	65.9	63.0
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	89.7	88.8	69.7	75.4	76.4	57.3	57.3
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	100.2	103.1	79.2	100.2	100.2	57.3	66.8
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	103.1	112.6	77.3	111.7	106.0	61.1	71.6
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	116.5	128.9	84.0	89.7	89.7	60.1	65.9
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	67.8	117.4	45.8	64.0	71.6	42.0	55.4
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	92.6	106.9	76.4	72.5	79.2	58.2	59.2
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	94.5	106.9	79.2	77.3	80.2	62.0	58.2
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	94.5	106.9	76.4	93.5	92.6	58.2	67.8
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	77.3	95.5	56.3	96.4	88.8	43.9	60.1

表 1-53 方法检出限、测定下限提取内标回收率

验证单位：湖北省生态环境监测中心站、重庆市生态环境监测中心

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 7 月

序号	提取内标	实验室 3 回收率 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	128.0	99.8	90.8	95.1	117.0	98.1	68.1
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	125.0	106.0	91.9	100.0	122.0	91.4	69.3
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	115.0	101.0	83.4	91.4	110.0	81.4	66.5
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	122.0	87.8	81.6	84.0	107.0	84.5	71.0
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	127.0	86.1	82.7	83.4	106.0	85.0	65.4
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	134.0	91.5	86.2	87.5	110.0	80.6	75.7
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	129.0	96.3	86.9	89.0	112.0	89.9	76.2
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	142.0	81.5	71.6	75.8	97.9	80.0	56.8
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	132.0	96.3	83.5	88.3	111.0	95.1	72.6
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	120.0	90.6	82.2	86.7	108.0	78.8	68.6
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	124.0	106.0	87.4	95.9	115.0	95.4	78.5
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	128.0	87.5	81.6	83.3	104.0	74.9	63.9
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	129.0	86.2	76.8	78.5	101.0	83.4	68.1
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	128.0	85.8	73.2	78.1	100.0	82.1	66.9
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	140.0	71.6	63.8	65.9	87.2	70.6	49.0
序号	提取内标	实验室 4 回收率 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	86.3	70.6	94.5	69.7	88.7	90.7	82.1
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	77.4	61.1	88.8	52.5	83.6	80.2	85.0
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	71.3	56.3	75.4	44.9	74.2	67.8	84.0
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	92.7	118.4	107.9	80.2	92.0	98.3	85.9
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	90.5	108.8	104.0	75.4	88.1	93.5	80.2
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	94.1	104.0	106.0	73.5	93.3	91.6	74.5
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	93.8	91.6	84.0	61.1	89.9	77.3	81.1
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	81.5	107.9	106.9	47.7	83.4	96.4	88.8
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	79.4	113.6	109.8	51.5	90.2	87.8	94.5
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	100.1	114.5	113.6	100.2	88.0	95.5	90.7
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	87.7	68.7	84.0	64.9	82.9	70.6	88.8
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	100.6	110.7	95.5	84.0	89.3	74.5	85.0
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	103.7	109.8	92.6	85.0	89.0	83.0	72.5
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	85.2	109.8	100.2	55.4	81.7	88.8	90.7
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	73.6	79.2	96.4	60.1	69.6	85.0	64.9

表 1-54 方法检出限、测定下限提取内标回收率

验证单位：浙江省宁波生态环境监测中心、浙江大学

测试日期：2020 年 8 月~2021 年 7 月

序号	提取内标	实验室 5 回收率 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	70.4	76.4	69.6	70.7	76.4	69.6	66.6
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	79.9	82.3	82.3	86.4	82.3	82.3	76.1
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	84.8	76.3	77.8	82.0	76.3	77.8	72.6
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	73.7	83.2	71.4	76.3	83.2	71.4	73.0
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	71.5	80.6	70.2	78.1	80.6	70.2	76.6
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	79.5	82.6	73.7	78.8	82.6	73.7	73.6
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	74.6	78.6	73.3	76.4	78.6	73.3	70.1
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	73.0	71.9	72.9	77.3	71.9	72.9	71.5
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	73.8	79.8	79.8	88.9	79.8	79.8	80.0
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	80.0	84.1	78.0	77.7	84.1	78.0	60.8
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	101.5	91.3	95.5	97.6	91.3	95.5	83.7
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	79.2	91.8	82.6	85.4	91.8	82.6	78.2
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	76.4	91.7	82.4	83.8	91.7	82.4	76.8
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	73.7	81.4	78.7	86.0	81.4	78.7	77.9
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	66.0	87.0	86.5	98.6	87.0	86.5	82.1
序号	提取内标	实验室 6 回收率 (%)						
		1	2	3	4	5	6	7
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	76.3	66.4	85.1	90.0	76.6	97.1	52.5
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	90.6	83.7	88.1	91.4	83.4	100.8	50.0
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	88.2	80.0	87.0	93.1	82.3	99.0	51.1
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	78.9	71.6	73.7	79.7	69.0	82.7	43.7
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	79.9	73.1	71.0	77.6	66.6	80.1	42.3
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	85.6	75.9	79.5	87.8	74.9	90.4	48.9
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	80.4	72.4	78.5	85.4	74.6	87.0	47.5
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	75.5	70.6	76.8	86.1	75.2	86.8	47.8
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	88.9	83.1	98.3	113.4	95.6	114.1	59.1
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	82.7	75.1	86.1	88.3	79.4	96.3	51.5
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	104.3	95.9	88.3	93.5	84.7	99.3	51.8
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	92.4	82.8	71.4	77.1	68.1	78.6	42.2
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	91.0	82.0	68.5	73.6	64.6	74.9	41.1
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	83.5	79.9	77.8	85.4	74.4	86.1	48.3
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	89.1	87.3	75.2	83.0	73.9	83.2	44.2

表 1-55 实验室 1 空白石英砂提取内标回收率

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 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	92.2	89.2	93.1	57.7	56.8	68.0	83.8	76.8	36.3	68.1	73.8	95.6	91.2	75.2	86.8	83.4	91.3	83.7
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₃ CDF	89.7	88.5	91.6	56.9	55.7	77.7	86.4	76.2	34.7	68.9	76.3	97.2	94.9	76.7	88.8	83.6	94.0	88.3
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₃ CDF	87.1	92.9	89.3	58.0	56.6	83.5	88.2	69.7	32.2	62.0	68.1	90.7	88.6	73.0	84.4	82.8	89.1	83.7
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	92.7	76.4	91.0	53.4	52.8	71.3	76.3	91.8	39.0	64.6	70.4	78.7	76.7	65.4	74.2	76.3	76.6	77.6
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	88.6	72.9	87.1	52.6	51.5	68.6	72.5	110.3	46.8	79.5	83.0	96.7	89.4	70.7	85.1	87.4	86.6	92.0
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	93.1	83.6	90.2	56.9	55.0	76.8	80.3	90.4	37.9	64.3	74.9	85.3	81.3	68.1	81.0	79.7	82.5	81.2
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	82.9	74.6	81.1	49.2	49.2	70.1	79.5	73.8	33.9	61.3	69.8	82.5	76.1	64.9	77.0	75.0	80.4	77.6
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	84.2	72.5	77.6	51.9	49.9	72.0	80.9	82.7	34.3	57.8	67.4	79.1	70.5	59.6	73.2	71.0	71.6	70.5
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	86.3	76.4	82.6	52.1	53.1	72.5	105.0	80.6	30.8	60.5	75.5	90.7	76.1	64.7	79.2	75.8	81.0	75.9
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	111.1	105.6	109.4	66.5	66.0	81.1	84.7	83.5	39.5	70.5	79.9	104.7	100.3	84.6	95.8	93.1	104.8	91.3
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₃ CDD	97.5	102.2	99.6	63.6	62.6	101.2	88.5	74.4	34.9	67.7	73.5	102.2	99.1	83.6	95.7	89.4	98.9	94.5
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	97.5	86.9	93.8	56.6	56.7	77.9	70.6	90.5	37.1	61.5	69.0	79.7	77.4	66.8	74.6	77.9	77.9	78.1
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	92.8	81.1	90.2	56.9	55.0	75.5	67.7	93.5	41.0	61.6	71.9	81.1	78.8	69.1	79.0	81.2	79.4	80.8
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	87.2	78.8	81.6	52.4	51.3	73.9	81.0	77.2	31.5	54.4	69.1	82.7	75.2	63.7	77.7	70.4	72.1	72.3
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	79.8	64.0	69.3	44.8	43.9	65.7	79.8	57.2	21.1	39.7	54.8	64.7	55.5	44.7	58.5	51.4	55.9	51.5

表 1-56 实验室 1 土壤样品提取内标回收率

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 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	107.9	119.3	104.0	105.0	116.5	127.9	71.6	73.5	69.7	44.9	43.9	68.7	76.4	94.5	80.2	41.0	37.2	48.7
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	86.9	104.0	85.0	86.9	98.3	99.3	71.6	75.4	68.7	43.0	40.1	67.8	72.5	72.5	46.8	46.8	39.1	50.6
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	88.8	97.4	90.7	89.7	99.3	101.2	68.7	70.6	66.8	36.3	36.3	66.8	68.7	59.2	42.0	44.9	38.2	43.0
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	91.6	98.3	91.6	89.7	99.3	98.3	82.1	78.3	77.3	62.0	63.0	74.5	95.5	100.2	105.0	45.8	47.7	69.7
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	91.6	92.6	81.1	78.3	64.9	64.9	79.2	76.4	73.5	62.0	62.0	70.6	92.6	95.5	95.5	43.0	46.8	64.9
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	83.0	65.9	57.3	52.5	63.0	43.9	82.1	79.2	75.4	57.3	58.2	75.4	89.7	93.5	99.3	46.8	48.7	63.0
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	93.5	105.0	87.8	93.5	83.0	97.4	75.4	73.5	66.8	55.4	56.3	68.7	77.3	78.3	85.9	49.6	45.8	54.4
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	82.1	100.2	75.4	85.9	71.6	89.7	85.0	81.1	62.0	38.2	35.3	63.0	64.0	92.6	94.5	60.1	30.5	50.6
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	80.2	97.4	73.5	83.0	70.6	86.9	94.5	89.7	66.8	41.0	40.1	66.8	63.0	103.1	94.5	65.9	29.6	34.4
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	94.5	108.8	101.2	97.4	85.9	99.3	83.0	87.8	80.2	81.1	80.2	79.2	97.4	97.4	105.0	48.7	47.7	74.5
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	92.6	105.0	97.4	93.5	85.9	98.3	76.4	79.2	76.4	64.9	56.3	77.3	86.9	60.1	50.6	47.7	45.8	56.3
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	94.5	107.9	100.2	95.5	83.0	97.4	77.3	77.3	73.5	75.4	76.4	73.5	90.7	72.5	97.4	43.9	46.8	73.5
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	87.8	96.4	86.9	84.0	76.4	81.1	79.2	72.5	74.5	75.4	74.5	75.4	89.7	84.0	102.1	47.7	45.8	75.4
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	96.4	99.3	80.2	93.5	58.2	79.2	83.0	79.2	67.8	46.8	45.8	68.7	63.0	90.7	95.5	60.1	36.3	37.2
15	¹³ C ₁₂ - O ₈ CDD	102.1	94.5	73.5	85.0	58.2	70.6	69.7	65.9	52.5	50.6	45.8	55.4	52.5	92.6	73.5	49.6	25.8	40.1

表 1-57 实验室 1 沉积物样品提取内标回收率

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 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	98.3	46.8	80.2	87.8	69.7	68.7	86.9	62.0	79.2	79.2	84.0	85.9	77.3	60.1	79.2	88.2	63.0	74.5
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	85.9	48.7	62.0	87.8	73.5	68.7	91.6	58.2	77.3	83.0	90.7	76.4	79.2	65.9	73.5	89.9	72.5	85.0
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	81.1	48.7	61.1	88.8	73.5	66.8	85.9	51.5	77.3	84.0	92.6	65.9	84.0	66.8	76.4	83.9	58.2	81.1
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	102.1	47.7	92.6	87.8	85.9	85.0	97.4	108.8	88.8	88.8	91.6	96.4	99.3	71.6	77.3	87.6	86.9	83.0
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	96.4	44.9	74.5	79.2	75.4	64.9	80.2	92.6	77.3	74.5	76.4	82.1	85.0	61.1	64.0	86.8	82.1	75.4
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	100.2	46.8	76.4	80.2	71.6	69.7	77.3	84.0	78.3	75.4	78.3	78.3	82.1	63.0	61.1	94.8	62.0	77.3
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	89.7	41.0	72.5	82.1	79.2	66.8	79.2	76.4	76.4	76.4	81.1	78.3	81.1	65.9	64.0	88.8	53.5	69.7
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	103.1	36.3	72.5	86.9	83.0	67.8	81.1	85.0	79.2	73.5	77.3	80.2	75.4	66.8	65.9	88.0	55.4	67.8
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	107.9	42.0	77.3	85.9	83.0	73.5	90.7	105.0	71.6	73.5	82.1	88.8	75.4	64.0	63.0	96.5	54.4	67.8
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	105.0	52.5	86.9	90.7	85.0	71.6	90.7	76.4	90.7	84.0	90.7	85.9	80.2	78.3	92.6	83.3	82.1	89.7
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₃ CDD	85.9	52.5	63.0	100.2	78.3	66.8	88.8	53.5	82.1	90.7	103.1	67.8	89.7	73.5	101.2	87.7	65.9	91.6
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	90.7	43.9	84.0	87.8	82.1	75.4	85.9	97.4	85.9	85.9	88.8	87.8	89.7	87.8	84.0	86.6	67.8	75.4
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	90.7	41.0	69.7	76.4	73.5	64.0	70.6	75.4	73.5	72.5	77.3	70.6	77.3	71.6	75.4	88.5	63.0	69.7
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	106.0	40.1	78.3	88.8	87.8	75.4	83.0	103.1	88.8	77.3	86.9	84.0	83.0	81.1	73.5	88.4	50.6	66.8
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	95.5	35.3	64.0	73.5	76.4	55.4	72.5	83.0	69.7	56.3	64.0	64.0	64.0	72.5	65.9	80.4	43.9	67.8

表 1-58 实验室 2 空白石英砂提取内标回收率

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 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	85.9	97.4	73.5	82.1	91.8	41.0	64.0	89.7	70.6	75.4	80.2	64.9	45.8	41.0	54.4	73.5	64.9	78.3
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	95.5	104.0	80.2	74.5	94.5	46.8	60.1	75.4	67.8	64.9	69.7	56.3	41.0	43.0	49.6	61.1	61.1	73.5
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	93.5	105.0	73.5	64.9	81.6	39.1	53.5	66.8	62.0	54.4	59.2	55.4	38.2	41.0	44.9	59.2	54.4	64.0
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	86.9	100.2	85.9	119.3	93.9	85.0	74.5	105.0	84.0	92.6	94.5	66.8	66.8	67.8	81.1	87.8	100.2	92.6
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	83.0	94.5	82.1	108.8	93.4	72.5	68.7	96.4	80.2	81.1	84.0	64.0	64.0	64.0	77.3	84.0	93.5	85.9
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	84.0	95.5	86.9	108.8	95.6	85.9	67.8	95.5	83.0	83.0	89.7	65.9	62.0	65.9	77.3	85.9	91.6	84.0
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	80.2	89.7	79.2	93.5	90.9	78.3	59.2	79.2	71.6	69.7	73.5	61.1	55.4	57.3	64.0	79.2	82.1	68.7
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	103.1	120.3	84.0	126.0	87.1	100.2	79.2	100.2	81.1	85.0	89.7	48.7	64.9	68.7	80.2	85.9	104.0	87.8
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	105.0	119.3	85.9	129.8	91.4	109.8	85.0	106.0	84.0	88.8	96.4	50.6	68.7	72.5	85.9	91.6	108.8	88.8
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	98.3	111.7	98.3	105.0	89.8	61.1	71.6	98.3	86.9	85.9	89.7	81.1	63.0	57.3	75.4	94.5	91.6	84.0
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	98.3	106.9	90.7	67.8	90.7	45.8	60.1	70.6	70.6	58.2	65.9	70.6	44.9	46.8	47.7	68.7	58.2	65.9
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	86.9	97.4	85.0	98.3	89.7	75.4	56.3	76.4	74.5	69.7	72.5	66.8	59.2	60.1	66.8	84.0	85.0	69.7
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	85.0	96.4	83.0	101.2	92.4	72.5	61.1	85.9	75.4	69.7	74.5	64.9	60.1	57.3	67.8	81.1	82.1	71.6
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	95.5	111.7	79.2	112.6	85.6	91.6	69.7	86.9	78.3	75.4	80.2	55.4	64.0	66.8	73.5	87.8	92.6	79.2
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	75.4	87.8	63.0	103.1	66.7	96.4	64.9	85.0	64.9	73.5	77.3	42.0	53.5	57.3	64.9	67.8	83.0	76.4

表 1-59 实验室 2 土壤样品提取内标回收率

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 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	92.9	87.3	84.4	89.8	90.8	90.0	70.1	97.2	67.4	88.7	88.4	82.6	43.9	54.4	78.3	77.3	68.7	73.5
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	97.4	92.6	82.5	91.6	90.8	92.6	77.7	101.2	73.6	94.4	89.2	83.5	45.8	61.1	79.2	82.1	57.3	70.6
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	98.1	92.7	82.3	93.1	91.6	93.1	81.0	105.1	75.8	95.7	89.6	83.1	46.8	54.4	71.6	75.4	53.5	64.9
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	83.8	77.6	75.7	79.4	76.0	74.9	63.6	77.5	60.4	75.1	74.8	65.9	43.9	96.4	114.5	113.6	81.1	99.3
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	81.2	75.2	74.0	76.4	73.9	71.8	60.3	75.1	58.4	71.8	74.0	64.2	42.0	93.5	107.9	106.0	74.5	95.5
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	90.6	83.8	81.8	84.0	84.4	82.4	70.7	83.8	63.2	80.3	82.1	70.7	43.0	89.7	106.9	105.0	76.4	93.5
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	89.6	82.5	80.3	86.6	86.0	82.3	69.9	84.1	62.7	80.7	82.5	71.9	42.0	85.9	90.7	92.6	67.8	80.2
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	94.8	83.9	80.4	82.8	80.6	79.4	68.4	81.6	58.8	80.0	82.7	73.2	46.8	114.5	126.0	125.0	89.7	109.8
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	131.5	106.0	101.7	110.2	106.9	103.4	89.4	105.2	75.5	103.3	113.0	96.7	49.6	112.6	125.0	123.1	85.9	115.5
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	94.2	87.9	87.8	90.6	92.6	90.8	72.6	100.5	70.0	88.6	87.9	81.4	48.7	83.0	106.9	102.1	84.0	89.7
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	94.7	106.5	81.8	105.4	121.7	112.0	82.1	105.7	77.3	96.5	90.7	83.0	48.7	60.1	73.5	78.3	64.0	64.0
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	77.6	73.3	73.5	74.5	72.8	73.3	62.0	74.8	55.6	71.7	72.9	63.2	40.1	83.0	94.5	90.7	76.4	78.3
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	76.5	70.7	69.9	72.3	70.4	69.8	59.9	71.0	55.2	69.2	70.0	61.3	41.0	80.2	91.6	93.5	75.4	74.5
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	92.0	80.4	79.5	83.0	80.2	81.0	68.9	79.2	57.6	79.4	84.7	71.5	46.8	101.2	116.5	113.6	77.3	95.5
15	¹³ C ₁₂ - O ₈ CDD	99.7	80.5	77.3	81.3	81.9	77.4	67.2	78.8	55.7	74.9	91.1	74.6	43.0	74.5	79.2	79.2	57.3	73.5

表 1-60 实验室 2 沉积物样品提取内标回收率

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 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	90.7	83.0	77.3	42.0	87.8	79.2	88.8	85.0	87.8	85.9	72.5	105.8	88.2	68.3	92.4	86.1	77.7	87.2
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	78.3	75.4	66.8	41.0	80.2	63.0	79.2	73.5	78.3	81.1	70.6	106.3	68.3	64.1	99.8	87.2	85.1	87.2
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	64.9	65.9	62.0	43.0	81.1	49.6	68.7	64.0	64.0	68.7	64.0	101.9	67.2	56.7	101.9	77.7	80.9	83.0
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	108.8	102.1	90.7	43.9	97.4	100.2	101.2	107.9	99.3	96.4	106.9	100.5	101.9	119.7	100.8	101.9	86.1	91.4
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	97.4	95.5	85.9	43.0	94.5	92.6	95.5	104.0	95.5	92.6	101.2	101.4	81.9	101.9	84.0	98.7	78.8	87.2
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	98.3	94.5	86.9	43.0	93.5	90.7	96.4	104.0	91.6	91.6	98.3	107.5	84.0	92.4	86.1	93.5	80.9	93.5
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	79.2	81.1	77.3	42.0	82.1	77.3	78.3	86.9	78.3	76.4	83.0	111.9	79.8	84.0	89.3	73.5	72.5	87.2
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	100.2	99.3	100.2	47.7	74.5	114.5	112.6	120.3	109.8	110.7	112.6	101.3	79.8	93.5	85.1	65.1	60.9	85.1
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	101.2	106.9	108.8	50.6	72.5	127.0	116.5	127.0	115.5	112.6	114.5	109.9	85.1	115.5	90.3	70.4	62.0	91.4
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	96.4	91.6	91.6	47.7	99.3	77.3	92.6	88.8	92.6	90.7	92.6	102.0	95.6	84.0	99.8	99.8	99.8	107.1
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	67.8	70.6	67.8	43.9	88.8	48.7	66.8	63.0	64.0	66.8	64.0	107.1	69.3	58.8	113.4	83.0	96.6	98.7
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	78.3	80.2	82.1	39.1	86.9	69.7	78.3	85.0	71.6	75.4	85.9	97.2	92.4	107.1	97.7	88.2	77.7	93.5
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	84.0	84.0	78.3	39.1	89.7	72.5	77.3	85.9	77.3	74.5	85.0	95.3	76.7	83.0	85.1	77.7	78.8	91.4
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	84.0	85.9	94.5	46.8	69.7	103.1	98.3	109.8	97.4	95.5	101.2	96.8	86.1	113.4	95.6	62.0	63.0	95.6
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	75.4	81.1	77.3	43.9	49.6	98.3	83.0	92.6	83.0	77.3	74.5	93.3	70.4	91.4	70.4	53.6	50.4	83.0

表 1-61 实验室 3 空白石英砂提取内标回收率

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 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	107.1	100.7	91.0	112.1	92.2	105.0	85.0	42.7	102.6	113.2	69.2	88.0	92.9	85.2	95.2	95.9	91.2	85.3
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	102.1	108.3	84.0	118.2	84.5	109.1	76.5	38.1	107.6	99.5	73.6	76.7	103.3	89.4	98.1	101.1	93.5	87.2
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	91.6	103.1	76.8	113.1	78.9	101.0	71.4	34.6	99.5	91.7	69.0	71.0	107.2	92.1	100.7	103.2	93.4	88.0
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	117.2	96.2	102.0	106.1	102.0	93.4	96.2	46.2	91.3	120.8	66.3	92.7	79.1	71.2	80.4	82.4	80.9	81.0
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	104.2	97.0	99.7	112.1	100.3	97.2	93.8	44.9	99.3	118.7	70.6	90.2	77.5	69.9	76.7	77.3	77.7	77.9
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	106.4	103.8	105.0	113.1	105.0	100.3	96.6	47.0	97.2	124.4	70.7	94.8	84.2	76.3	87.3	86.4	84.9	85.0
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	118.2	106.1	102.0	117.2	103.0	106.1	95.0	46.8	104.1	124.4	74.0	94.1	83.8	74.6	85.8	85.4	82.1	81.5
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	105.4	109.1	91.0	119.2	92.8	105.0	86.0	41.0	100.4	109.5	72.6	83.1	83.0	77.1	85.9	81.9	83.1	83.6
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	104.0	117.5	88.2	128.3	90.9	117.2	84.5	40.4	110.0	107.0	80.3	81.4	106.6	102.1	112.9	109.1	110.5	112.3
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	116.0	103.1	107.1	111.1	106.1	100.4	98.3	48.9	99.7	126.4	70.1	97.7	96.5	85.5	94.5	97.6	92.3	83.8
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	111.1	112.9	93.5	123.2	94.1	111.1	85.4	42.4	109.0	108.8	74.5	83.9	109.0	91.0	99.6	102.4	92.8	85.7
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	117.1	98.5	109.1	106.1	109.1	92.7	99.9	50.8	90.7	128.3	64.8	97.9	77.5	69.4	77.4	78.7	75.3	74.5
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	127.3	100.0	110.1	114.1	110.1	100.8	102.0	50.8	96.9	129.9	70.6	99.5	73.5	66.4	73.5	73.7	73.1	71.7
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	110.3	118.2	92.5	127.3	97.1	112.1	86.6	42.7	106.9	109.7	75.6	83.3	83.6	75.6	87.1	82.7	82.3	81.4
15	¹³ C ₁₂ -O ₈ CDD	91.0	122.0	78.4	136.4	79.2	117.2	72.9	35.2	111.2	90.5	81.0	69.4	81.2	76.7	86.8	82.8	85.7	91.1

表 1-62 实验室 3 土壤样品提取内标回收率

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 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	50.6	59.2	98.3	90.7	33.4	81.1	85.0	77.3	82.1	57.3	56.3	76.4	80.2	84.0	55.4	29.6	91.6	82.1
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	60.1	58.2	75.4	65.9	36.3	61.1	69.7	66.8	73.5	54.4	50.6	60.1	60.1	59.2	50.6	28.6	69.7	61.1
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	53.5	57.3	57.3	49.6	33.4	56.3	55.4	59.2	79.2	46.8	47.7	56.3	54.4	70.6	43.9	27.7	64.0	56.3
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	83.0	77.3	116.5	103.1	45.8	97.4	95.5	115.5	85.9	98.3	62.0	85.0	107.9	102.1	77.3	53.5	108.8	109.8
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	77.3	73.5	106.9	94.5	41.0	90.7	88.8	109.8	84.0	94.5	60.1	78.3	100.2	97.4	72.5	51.5	105.0	111.7
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	81.1	76.4	109.8	95.5	41.0	92.6	87.8	105.0	87.8	89.7	59.2	73.5	96.4	63.0	65.9	54.4	105.0	106.9
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	74.5	67.8	88.8	76.4	36.3	81.1	72.5	85.9	79.2	78.3	52.5	62.0	83.0	60.1	64.9	50.6	88.8	89.7
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	100.2	66.8	135.5	116.5	45.8	86.9	88.8	94.5	74.5	97.4	34.4	52.5	81.1	75.4	45.8	28.7	94.5	77.3
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	107.9	65.9	132.7	129.8	43.0	85.9	92.6	100.2	72.5	101.2	33.4	52.5	83.0	128.9	45.8	27.7	89.7	74.5
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	64.9	78.3	83.0	81.1	49.6	108.8	96.4	108.8	101.2	102.1	77.3	103.1	112.6	95.5	89.7	45.8	121.2	115.5
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	56.3	74.5	53.5	47.7	37.2	73.5	58.2	62.0	97.4	55.4	63.0	81.1	66.8	94.5	73.5	43.9	73.5	88.8
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	66.8	73.5	79.2	72.5	48.7	91.6	74.5	85.0	85.0	88.8	64.0	86.9	91.6	82.1	84.0	58.2	94.5	99.3
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	67.8	72.5	87.8	73.5	44.9	91.6	79.2	86.9	79.2	90.7	61.1	67.8	91.6	79.2	81.1	56.3	93.5	100.2
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	87.8	59.2	121.2	96.4	41.0	83.0	83.0	90.7	72.5	87.8	42.0	59.2	84.0	83.0	58.2	38.2	89.7	86.9
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	67.8	43.9	119.3	105.0	25.8	60.1	71.6	72.5	46.8	74.5	28.6	42.0	58.2	51.5	40.1	27.7	67.8	60.1

表 1-63 实验室 3 沉积物样品提取内标回收率

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 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8- T_4CDF	71.0	49.9	85.8	84.9	97.1	102.4	82.1	86.2	60.8	45.8	50.6	65.9	73.5	98.3	49.6	88.8	56.3	88.8
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8- P_5CDF	75.2	51.8	87.3	91.7	100.6	106.0	89.3	91.3	59.1	26.7	44.9	59.2	70.6	84.0	50.6	85.0	49.6	64.9
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8- P_5CDF	74.6	50.8	87.2	94.7	101.3	106.2	89.2	91.7	60.1	23.6	37.2	57.3	68.7	77.3	39.1	79.2	46.8	56.3
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8- H_6CDF	70.4	46.7	78.5	75.8	80.7	90.1	81.8	84.2	52.6	70.6	66.8	78.3	78.3	107.9	87.8	91.6	62.0	110.7
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8- H_6CDF	67.5	45.0	75.3	73.7	77.7	85.1	79.3	80.4	50.8	63.0	64.0	76.4	76.4	104.0	69.7	88.8	59.2	104.0
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8- H_6CDF	72.8	49.3	82.0	81.6	84.9	96.9	86.3	88.5	54.9	67.8	49.6	76.4	76.4	104.0	84.0	86.9	59.2	98.3
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9- H_6CDF	73.8	52.8	79.8	78.8	86.8	92.3	89.2	90.3	55.0	62.0	50.6	70.6	71.6	85.9	81.1	69.7	52.5	84.0
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8- H_7CDF	74.6	49.0	83.4	83.9	88.4	97.0	90.0	90.1	56.6	75.4	42.0	45.8	68.7	106.0	104.0	58.2	35.3	97.4
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9- H_7CDF	96.7	65.3	102.9	101.2	115.7	116.9	121.0	113.7	73.9	87.8	45.8	50.6	75.4	116.5	109.8	56.3	35.3	93.5
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8- T_4CDD	78.1	53.2	92.4	76.9	95.9	101.1	91.4	95.1	58.1	56.3	88.8	106.9	87.8	113.6	70.6	107.9	76.4	118.4
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8- P_5CDD	78.4	64.3	90.6	94.6	99.4	105.0	94.1	106.3	59.2	25.8	56.3	89.7	79.2	79.2	53.5	94.5	64.0	62.0
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8- H_6CDD	68.3	46.7	78.2	72.7	74.4	84.1	81.3	83.4	48.7	57.3	71.6	103.1	75.4	94.5	70.6	86.9	64.9	97.4
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8- H_6CDD	67.0	44.6	74.5	69.4	72.7	81.1	77.5	79.3	46.8	59.2	71.6	97.4	75.4	102.1	73.5	87.8	62.0	97.4
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8- H_7CDD	77.3	50.7	85.7	82.8	86.2	94.0	91.1	90.7	55.6	71.6	45.8	59.2	75.4	102.1	92.6	56.3	40.1	86.9
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O_8CDD	75.3	48.8	85.3	74.7	86.8	87.3	93.5	91.8	55.9	62.0	52.5	55.4	64.9	94.5	94.5	40.1	28.6	64.0

表 1-64 实验室 4 空白石英砂提取内标回收率

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 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	63.0	40.1	39.1	80.2	76.4	66.8	64.9	53.5	85.9	63.0	40.1	39.1	53.5	48.7	75.4	56.3	77.3	72.5
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	60.1	48.7	45.8	78.3	73.5	68.7	50.6	43.0	85.0	60.1	48.7	45.8	44.9	36.3	74.5	49.6	76.4	76.4
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	59.2	45.8	43.0	76.4	73.5	63.0	43.9	43.0	81.1	59.2	45.8	43.0	38.2	37.2	73.5	47.7	75.4	75.4
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	64.9	57.3	50.6	81.1	76.4	71.6	88.8	61.1	82.1	64.9	57.3	50.6	57.3	56.3	84.0	63.0	80.2	77.3
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	64.0	54.4	47.7	78.3	72.5	69.7	80.2	59.2	78.3	64.0	54.4	47.7	54.4	52.5	77.3	61.1	78.3	75.4
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	67.8	55.4	52.5	80.2	75.4	68.7	80.2	56.3	81.1	67.8	55.4	52.5	52.5	52.5	82.1	62.0	79.2	77.3
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	63.0	48.7	54.4	75.4	70.6	62.0	69.7	48.7	75.4	63.0	48.7	54.4	52.5	44.9	78.3	54.4	75.4	69.7
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	65.9	42.0	56.3	79.2	69.7	71.6	87.8	33.4	73.5	65.9	42.0	56.3	32.5	27.7	82.1	34.4	74.5	70.6
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	71.6	40.1	69.7	89.7	80.2	74.5	92.6	30.5	85.0	71.6	40.1	69.7	31.5	28.6	86.9	35.3	79.2	72.5
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	73.5	54.4	53.5	97.4	89.7	82.1	78.3	84.0	102.1	73.5	54.4	53.5	90.7	80.2	94.5	84.0	90.7	92.6
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	66.8	56.3	51.5	85.9	83.0	72.5	45.8	60.1	91.6	66.8	56.3	51.5	56.3	53.5	82.1	65.9	85.9	84.0
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	65.9	52.5	52.5	81.1	77.3	72.5	68.7	69.7	85.0	65.9	52.5	52.5	72.5	68.7	79.2	68.7	81.1	81.1
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	64.9	52.5	51.5	77.3	73.5	70.6	68.7	79.2	80.2	64.9	52.5	51.5	74.5	70.6	84.0	90.7	80.2	76.4
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	70.6	41.0	61.1	84.0	74.5	77.3	77.3	35.3	81.1	70.6	41.0	61.1	35.3	33.4	85.0	40.1	75.4	70.6
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	61.1	30.5	58.2	67.8	59.2	68.7	74.5	23.9	64.9	61.1	30.5	58.2	22.0	21.0	76.4	26.7	57.3	54.4

表 1-65 实验室 4 土壤样品提取内标回收率

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 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	95.9	87.3	96.2	76.1	104.5	98.9	84.1	81.0	98.2	100.6	103.5	88.5	73.5	88.8	95.5	83.0	91.6	72.5
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	88.9	85.1	90.9	80.6	92.7	97.0	84.7	82.5	96.3	102.8	104.1	78.8	74.5	81.1	95.5	82.1	69.7	63.0
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	85.1	87.2	86.9	81.4	86.8	93.2	82.3	81.0	95.9	101.8	103.7	74.6	72.5	78.3	92.6	75.4	52.5	55.4
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	90.7	72.1	86.4	67.8	96.4	92.1	80.5	79.4	89.7	92.7	92.6	82.2	80.2	87.8	101.2	85.9	109.8	111.7
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	86.7	71.6	83.0	66.5	91.6	87.8	76.7	76.1	85.9	89.3	89.3	79.0	78.3	84.0	94.5	82.1	99.3	103.1
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	91.0	82.9	88.3	73.5	94.4	95.1	82.1	80.9	92.4	93.9	96.3	79.8	79.2	86.9	98.3	85.0	99.3	102.1
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	83.1	69.0	82.4	67.8	84.2	85.7	75.0	71.4	85.7	87.8	89.0	72.8	73.5	85.9	94.5	82.1	84.0	85.9
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	81.1	68.1	78.4	69.8	80.2	83.5	73.9	73.4	81.7	85.0	87.4	70.7	73.5	87.8	100.2	91.6	107.9	89.7
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	84.1	63.3	84.2	74.8	87.0	87.5	80.1	78.9	85.6	86.0	93.5	76.1	76.4	95.5	113.6	103.1	116.5	89.7
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	110.3	95.7	110.3	89.2	117.9	112.7	97.6	96.1	115.9	117.4	118.7	100.8	89.7	95.5	109.8	92.6	103.1	111.7
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	93.0	93.2	94.8	90.5	97.6	100.0	88.3	90.5	104.0	114.0	117.6	83.5	84.0	85.9	100.2	83.0	56.3	63.0
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	92.8	77.4	90.6	74.0	101.9	96.2	84.4	83.2	94.7	98.9	97.8	86.5	80.2	84.0	92.6	80.2	76.4	95.5
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	88.3	75.8	86.6	70.2	91.4	90.9	79.1	79.8	89.3	92.6	93.9	78.4	81.1	81.1	91.6	82.1	81.1	92.6
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	82.8	67.8	80.9	73.0	86.1	86.1	75.8	75.9	83.7	87.7	93.4	74.8	74.5	95.5	111.7	99.3	99.3	89.7
15	¹³ C ₁₂ - O ₈ CDD	78.5	54.5	80.8	68.3	78.7	76.5	71.1	67.8	69.3	67.7	74.5	71.4	58.2	78.3	91.6	81.1	95.5	64.0

表 1-66 实验室 4 沉积物样品提取内标回收率

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 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	79.3	59.8	72.8	76.3	77.7	45.8	60.5	70.5	68.4	70.1	70.7	83.6	104.0	99.6	68.4	99.3	95.1	115.0
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	65.8	49.7	66.2	74.4	78.4	47.8	63.7	71.1	49.1	60.6	58.2	78.3	104.0	95.6	71.9	93.4	101.0	108.0
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	63.5	49.0	62.0	72.5	77.8	48.3	61.8	65.3	30.1	59.1	53.6	75.1	101.0	88.5	68.1	83.1	95.7	99.0
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	66.2	49.9	68.6	70.6	74.0	44.0	60.6	71.8	64.1	60.4	68.1	83.2	96.5	98.3	62.0	103.0	88.1	114.0
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	65.2	48.9	65.9	69.4	71.1	43.1	58.2	68.7	61.1	58.5	68.4	81.3	103.0	95.9	65.5	103.0	97.6	111.0
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	69.4	51.7	69.5	73.3	76.1	46.2	63.4	73.2	63.0	62.8	67.3	83.1	103.0	101.0	67.2	104.0	95.6	116.0
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	62.8	47.5	64.6	70.2	74.1	43.6	60.5	68.3	54.7	57.2	53.7	64.1	109.0	99.1	70.8	103.0	101.0	117.0
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	55.3	42.8	60.7	69.2	76.2	42.1	59.5	67.0	41.2	50.9	47.6	62.0	108.0	92.5	72.0	98.2	102.0	107.0
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	58.4	47.3	70.4	79.5	88.3	50.2	69.7	79.0	44.1	51.9	45.0	50.7	121.0	94.1	80.1	95.1	111.0	104.0
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	107.4	80.2	83.9	88.3	89.1	52.3	71.5	85.2	88.7	96.9	81.1	76.7	100.0	102.0	68.0	99.4	94.5	118.0
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₃ CDD	83.8	64.0	69.6	79.5	83.4	52.3	69.5	76.5	58.3	80.7	61.8	84.3	108.0	97.3	72.4	91.7	100.0	112.0
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	85.1	63.4	68.3	72.6	75.3	45.5	62.7	71.6	72.7	80.1	75.6	87.7	94.9	99.4	61.8	102.0	88.0	115.0
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	79.6	60.9	64.6	69.2	71.2	43.2	60.0	68.3	72.6	77.4	70.7	82.5	102.0	101.0	68.0	104.0	94.8	117.0
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	78.4	61.4	69.5	76.7	82.0	46.8	67.7	75.1	57.4	70.8	50.7	59.1	114.0	90.6	73.8	95.8	104.0	104.0
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	69.3	55.6	69.0	68.0	75.0	40.1	59.0	73.5	43.0	57.8	32.3	33.2	116.0	77.6	75.4	85.0	109.0	86.0

表 1-67 实验室 5 空白石英砂提取内标回收率

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 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	99.3	51.5	98.3	82.1	99.3	71.6	64.9	88.8	62.0	116.5	106.0	95.5	101.6	101.1	90.7	101.1	97.3	83.5
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	64.9	46.8	71.6	52.5	97.4	51.5	45.8	83.0	56.3	97.4	98.3	96.4	102.8	104.0	81.2	101.8	101.4	75.0
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	48.7	43.0	55.4	47.7	93.5	43.0	34.4	92.6	54.4	96.4	86.9	93.5	98.8	99.4	75.0	97.7	98.0	69.3
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	106.9	72.5	105.0	86.9	104.0	109.8	77.3	86.9	69.7	87.8	88.8	95.5	95.0	94.8	97.1	91.9	85.8	91.1
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	89.7	69.7	100.2	82.1	101.2	106.9	77.3	77.3	63.0	85.9	100.2	94.5	106.5	102.7	94.8	101.2	92.0	89.8
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	97.4	66.8	95.5	78.3	105.0	77.3	69.7	82.1	56.3	75.4	98.3	93.5	104.7	101.9	99.9	100.2	92.2	94.3
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	85.0	60.1	82.1	68.7	89.7	68.7	66.8	79.2	49.6	103.1	99.3	91.6	107.3	106.7	99.5	101.2	97.0	95.3
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	107.9	61.1	93.5	81.1	86.9	46.8	43.0	106.9	85.0	95.5	92.6	105.0	109.2	110.1	90.6	104.0	100.8	83.4
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	122.2	60.1	100.2	81.1	79.2	51.5	47.7	86.9	87.8	91.6	90.7	117.4	117.9	122.3	88.2	112.7	112.2	82.8
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	99.3	74.5	104.0	97.4	113.6	109.8	105.0	90.7	54.4	108.8	96.4	103.1	101.3	102.1	91.4	102.0	97.7	97.5
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	49.6	47.7	57.3	65.9	103.1	76.4	68.7	93.5	43.9	99.3	96.4	97.4	102.6	105.0	81.6	103.4	103.5	85.3
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	75.4	62.0	79.2	68.7	102.1	95.5	94.5	88.8	45.8	103.1	94.5	85.9	94.3	93.7	96.7	91.4	85.2	101.6
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	72.5	59.2	82.1	69.7	94.5	97.4	87.8	86.9	53.5	86.9	90.7	84.0	105.0	103.7	97.5	104.5	95.8	100.9
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	111.7	59.2	90.7	72.5	80.2	62.0	51.5	97.4	61.1	88.8	104.0	106.0	115.0	113.4	87.7	109.5	103.3	86.9
15	¹³ C ₁₂ - O ₈ CDD	95.5	39.1	85.9	57.3	50.6	75.4	54.4	82.1	57.3	85.9	109.8	89.7	115.6	120.4	72.2	110.7	116.7	75.8

表 1-68 实验室 5 土壤样品提取内标回收率

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 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	50.5	80.5	81.0	85.0	91.7	100.9	79.7	73.4	80.0	107.6	105.9	85.9	87.8	68.5	69.3	66.6	71.7	68.3
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₃ CDF	46.5	78.3	86.1	83.8	87.5	103.9	78.1	76.7	74.5	98.8	98.9	81.7	80.0	51.2	53.6	57.2	57.1	54.8
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₃ CDF	45.7	75.4	85.8	81.6	85.0	104.6	75.8	78.2	70.4	98.7	99.0	77.8	76.8	44.4	50.6	55.2	53.8	53.7
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	44.0	78.5	75.0	83.1	91.1	95.8	79.2	71.5	81.5	88.5	90.2	84.6	77.8	63.5	60.1	56.1	62.0	57.7
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	42.2	75.8	72.2	79.3	86.8	92.6	76.7	67.7	79.2	84.9	86.5	80.1	75.5	61.4	58.9	55.6	61.0	56.1
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	45.2	79.3	79.9	84.4	87.3	101.0	81.1	74.3	78.8	92.7	93.5	80.9	79.4	63.4	60.1	58.2	63.4	57.8
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	41.2	70.4	71.6	76.4	77.9	89.4	73.5	67.9	69.6	84.5	86.6	72.8	64.6	54.0	53.5	53.4	56.4	52.5
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	40.4	72.5	76.8	78.2	75.7	87.2	74.3	68.1	69.5	83.3	86.7	67.9	62.4	41.3	41.5	47.6	45.2	44.1
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	43.3	75.0	77.3	81.8	82.7	91.5	79.5	74.2	69.9	89.5	92.7	74.3	55.7	43.6	42.6	50.3	50.5	47.2
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	57.8	99.1	97.2	103.2	112.0	121.4	96.0	89.3	97.6	116.0	115.1	102.9	87.6	89.9	91.4	91.9	97.7	93.2
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₃ CDD	51.9	86.2	97.9	91.6	93.9	117.3	85.8	89.2	79.9	111.8	111.3	89.6	85.7	62.0	68.1	74.4	73.2	72.0
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	46.6	82.5	81.8	88.3	93.3	104.5	83.7	78.9	83.6	96.2	96.7	89.4	83.7	74.2	72.6	73.4	78.0	71.9
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	44.9	80.2	79.4	83.6	90.1	99.9	80.3	73.9	80.3	91.5	93.9	79.2	79.7	73.3	72.1	70.7	76.7	70.2
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	42.5	75.5	76.8	81.3	81.2	91.4	77.8	72.6	72.7	87.8	91.0	73.5	60.5	58.6	56.8	66.8	66.6	62.7
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	36.4	70.7	65.5	74.2	75.4	79.0	68.3	65.0	69.0	72.9	75.8	72.7	37.7	43.4	42.2	57.7	55.8	55.3

表 1-69 实验室 5 沉积物样品提取内标回收率

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 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8- T_4CDF	84.0	63.0	89.7	36.3	54.4	81.1	73.5	71.6	74.5	72.5	74.5	69.7	47.7	56.3	84.0	74.5	80.2	84.0
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8- P_5CDF	64.0	72.5	96.4	48.7	53.5	85.0	86.9	68.7	72.5	70.6	72.5	66.8	39.1	60.1	63.0	59.2	66.8	73.5
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8- P_5CDF	62.0	56.3	94.5	44.9	37.2	82.1	92.6	66.8	72.5	68.7	68.7	64.9	30.5	54.4	56.3	54.4	60.1	71.6
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8- H_6CDF	101.2	89.7	91.6	54.4	43.9	86.9	90.7	76.4	79.2	79.2	83.0	73.5	70.6	71.6	102.1	95.5	117.4	90.7
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8- H_6CDF	79.2	83.0	84.0	49.6	42.0	82.1	83.0	71.6	76.4	76.4	79.2	71.6	67.8	70.6	96.4	97.4	107.9	86.9
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8- H_6CDF	84.0	64.9	87.8	51.5	64.9	87.8	79.2	73.5	80.2	79.2	83.0	74.5	69.7	70.6	100.2	87.8	106.9	88.8
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9- H_6CDF	80.2	54.4	75.4	46.8	58.2	82.1	85.0	68.7	74.5	75.4	75.4	69.7	64.0	70.6	85.0	84.0	91.6	81.1
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8- H_7CDF	81.1	57.3	65.9	41.0	36.3	80.2	97.4	69.7	79.2	77.3	85.0	64.9	80.2	62.0	100.2	87.8	96.4	67.8
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9- H_7CDF	80.2	55.4	69.7	41.0	36.3	89.7	90.7	80.2	85.0	87.8	91.6	76.4	90.7	67.8	107.9	84.0	93.5	71.6
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8- T_4CDD	88.8	80.2	102.1	50.6	86.9	92.6	76.4	83.0	86.9	86.9	86.9	83.0	58.2	77.3	105.0	105.0	122.2	106.0
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8- P_5CDD	65.9	67.8	104.0	54.4	43.0	88.8	92.6	76.4	80.2	77.3	75.4	75.4	35.3	71.6	63.0	71.6	71.6	91.6
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8- H_6CDD	89.7	68.7	83.0	48.7	69.7	70.6	92.6	74.5	77.3	78.3	79.2	74.5	58.2	73.5	73.5	88.8	100.2	89.7
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8- H_6CDD	75.4	60.1	78.3	46.8	86.9	92.6	74.5	70.6	74.5	77.3	75.4	72.5	63.0	73.5	110.7	87.8	101.2	90.7
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8- H_7CDD	85.0	50.6	69.7	43.0	39.1	90.7	105.0	73.5	82.1	82.1	83.0	71.6	77.3	68.7	99.3	85.0	92.6	81.1
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O_8CDD	67.8	44.9	49.6	34.4	23.6	70.6	101.2	59.2	68.7	71.6	69.7	58.2	90.7	64.9	89.7	63.0	70.6	60.1

表 1-70 实验室 6 空白石英砂提取内标回收率

验证单位： 浙江大学

测试日期： 2020 年 8 月~2021 年 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	94.5	83.1	99.2	102.0	85.4	99.4	98.8	101.8	93.7	121.8	94.5	51.1	103.9	86.5	95.0	91.9	98.2	122.7
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	101.9	75.7	106.1	107.2	76.5	108.3	105.0	106.7	83.4	108.4	85.0	52.5	107.2	87.6	86.3	80.7	99.3	114.9
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	98.6	69.0	101.3	103.5	70.8	104.5	101.8	105.9	77.7	101.0	78.6	51.2	101.4	85.3	81.5	69.2	95.1	106.5
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	86.9	90.5	93.3	94.0	93.0	92.4	93.1	91.6	100.9	128.1	97.2	44.4	93.4	77.4	105.7	94.0	92.0	121.6
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	97.6	88.3	96.8	99.1	91.7	98.1	100.4	99.5	98.5	128.1	96.0	47.8	103.0	82.2	103.2	92.6	101.7	119.0
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	94.9	91.9	99.9	99.1	94.7	100.7	99.3	100.1	100.8	131.0	98.4	48.1	101.5	83.5	107.4	101.1	98.2	124.7
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	100.5	92.3	106.2	109.3	95.0	106.9	110.2	104.5	100.8	131.0	97.7	49.9	109.6	85.0	102.9	99.8	105.5	124.9
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	101.6	82.1	109.7	107.2	84.0	109.8	112.4	109.0	92.0	119.6	90.7	52.5	109.5	89.8	93.5	83.6	108.4	114.7
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	116.9	82.0	123.5	122.8	81.3	122.3	129.8	117.5	88.2	114.7	87.7	56.6	118.4	99.6	92.7	86.1	120.8	109.6
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	98.6	96.7	100.1	100.8	99.4	104.9	100.5	103.4	95.0	123.5	97.0	51.2	100.9	85.9	98.2	87.7	98.7	123.9
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	103.3	83.5	109.4	108.0	87.4	110.6	107.3	109.0	84.8	110.2	85.3	52.0	107.1	88.3	85.7	79.5	100.0	106.5
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	87.3	99.5	94.6	93.5	100.9	94.1	93.3	91.1	98.5	128.1	95.5	43.8	94.1	77.4	101.0	91.7	92.6	118.4
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	96.5	100.2	99.2	101.0	105.1	100.3	100.4	101.7	101.2	127.6	98.3	49.8	101.9	83.8	99.7	95.4	99.8	123.1
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	104.9	85.7	111.7	112.6	87.4	112.8	115.4	108.9	87.9	114.3	87.9	53.8	112.4	91.0	90.3	86.8	113.2	108.8
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	114.3	77.3	127.7	128.0	74.9	127.7	136.5	119.4	71.6	93.1	72.7	58.3	123.3	97.5	75.3	66.8	123.0	85.4

表 1-71 实验室 6 土壤样品提取内标回收率

验证单位： 浙江大学

测试日期： 2020 年 8 月~2021 年 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	97.3	99.2	115.1	103.7	49.1	99.4	98.8	94.1	102.6	92.5	89.4	101.4	93.3	84.9	106.4	81.9	101.2	85.9
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₃ CDF	104.9	108.1	123.1	107.9	53.4	108.3	105.0	91.6	105.6	83.6	82.1	102.7	94.6	77.9	111.0	76.3	103.9	78.4
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₃ CDF	100.0	106.0	117.5	104.5	51.5	104.5	101.8	75.3	103.4	77.5	74.7	99.2	85.9	71.2	104.4	70.1	102.1	72.4
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	90.3	93.1	108.2	75.7	48.0	92.4	93.1	105.7	98.5	99.8	96.4	93.9	99.1	91.9	100.6	91.2	93.2	90.6
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	97.5	98.7	112.3	85.7	49.8	98.1	100.4	104.2	105.9	98.1	94.8	105.5	97.6	91.0	109.1	89.3	99.8	88.3
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	96.4	99.5	115.9	65.7	50.8	100.7	99.3	107.6	104.6	101.8	99.1	102.1	100.9	95.2	107.2	93.6	101.9	92.1
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	100.6	108.5	123.2	52.3	54.3	106.9	110.2	92.3	110.1	100.5	97.3	106.1	99.2	92.7	113.5	93.9	105.0	92.1
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	105.0	109.5	127.3	40.4	56.3	109.8	112.4	88.7	113.7	92.5	88.5	112.9	88.8	83.3	117.5	84.1	111.6	83.4
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	117.0	125.8	133.3	35.2	63.8	122.3	129.8	92.0	125.5	89.0	86.3	119.0	85.2	82.0	128.1	84.0	123.9	83.1
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	99.5	102.4	116.1	98.7	52.1	104.9	100.5	96.3	104.2	93.9	91.8	100.0	106.5	97.1	106.3	94.9	103.0	98.6
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₃ CDD	107.1	109.6	126.9	109.5	55.0	110.6	107.3	90.7	106.6	85.9	83.3	103.9	94.4	86.5	112.5	85.2	108.9	87.0
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	88.0	95.6	109.7	80.7	48.1	94.1	93.3	90.0	96.2	98.1	94.7	92.8	98.1	99.4	99.9	98.9	92.4	97.7
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	97.8	99.8	115.1	65.3	50.7	100.3	100.4	103.6	106.3	100.5	96.8	104.1	99.0	100.8	108.3	100.4	104.1	99.1
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	107.6	114.5	129.6	60.4	58.1	112.8	115.4	81.7	117.9	88.0	83.7	113.0	86.7	87.2	122.2	88.5	115.5	86.7
15	¹³ C ₁₂ - O ₈ CDD	119.1	131.5	148.1	55.6	66.0	127.7	136.5	75.8	128.5	71.1	70.4	120.3	66.0	74.3	152.1	77.3	129.1	74.7

表 1-72 实验室 6 沉积物样品提取内标回收率

验证单位： 浙江大学

测试日期： 2020 年 8 月~2021 年 7 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	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	116.3	99.2	53.8	81.8	103.0	83.4	108.2	94.1	103.1	97	124.9	99.3	98.4	102	96.1	96.4	95.1	99.4
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	101.6	108.1	47.6	75.3	112.1	75.5	95.4	82.9	102.3	88.4	124.9	102.6	91.2	96.5	102.6	102.1	87.7	103.9
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	95.5	106.0	43.7	70.2	108.2	69.4	87.8	76.3	96.3	80.6	120.7	93.4	83.9	89.9	96.8	96.1	76.4	100.3
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	129.4	93.1	58.2	91.7	100.7	89.0	119.5	98.2	95	97.8	115.8	100.7	99.9	102	91.4	91.7	99.6	89.3
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	126.4	98.7	58.4	87.5	104.5	87.7	118.4	95.5	106.6	95.1	124.1	97.4	97.6	98.2	99.1	99	96.6	95.5
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	129.4	99.5	59.2	91.3	106.6	91.9	121.4	100.6	103.1	101.6	124.1	103.4	102.4	100.6	99.3	100.6	103.5	97.8
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	127.1	108.5	58.7	90.6	114.0	90.6	118.4	98.5	104.3	97.8	130.2	103.1	99.9	97.7	103.8	106.9	100.1	100.2
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	116.2	109.5	52.2	79.8	118.1	82.0	102.6	90.6	108	91.2	129.7	92.2	90.8	91.9	107.9	111.5	93	104.1
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	118.4	125.8	50.5	78.9	134.0	79.3	100.6	88	114.7	87.3	135.1	92.3	90.7	87.5	119.1	119.8	88.8	114.7
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	133.1	102.4	61.6	96.9	109.3	98.2	127.1	95	102.8	99.8	120.1	97.2	97.4	105	97.6	98.8	93.5	100.5
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	115.5	109.6	53.1	84.0	115.5	86.0	106.0	85.3	102.7	89.7	130.0	103.3	94.8	98.7	103.9	103.4	86.8	105.8
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	138.1	95.6	63.1	97.7	100.9	99.0	129.5	98.4	94.8	97	113.9	99.2	97.8	98.5	90.4	90.6	98.6	89.8
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	127.8	99.8	66.0	99.4	106.5	100.8	128.9	100.3	103.9	98.5	122.3	99.3	101.3	99.5	101.1	101.7	100.6	99.8
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	126.4	114.5	54.0	82.8	122.0	85.2	107.6	88.6	106.8	86.3	136.4	94.1	89.1	89.6	112.1	113.3	87.6	109.8
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	107.8	131.5	45.0	73.2	138.5	72.4	90.9	69.7	109.7	71.8	139.7	72.9	71.2	63.1	121.0	146.5	73.9	118.5

表 1-73 有证标准物质提取内标回收率

序号	提取内标	实验室 1 回收率 (%)					
		1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	94.5	95.5	84.3	69.7	110.7	73.5
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	93.5	92.6	87.7	52.5	98.3	70.6
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	87.8	83.0	80.7	47.7	85.9	68.7
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	109.8	105.0	87.2	101.2	123.1	77.3
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	103.1	101.2	84.9	96.4	116.5	73.5
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	104.0	100.2	90.1	93.5	114.5	77.3
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	91.6	92.6	86.2	83.0	95.5	71.6
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	124.1	131.7	83.0	94.5	141.9	67.8
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	127.0	135.5	88.9	86.9	128.6	74.5
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	102.1	103.1	82.9	114.5	112.6	87.8
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	86.9	83.0	86.5	65.9	81.1	79.2
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	87.8	83.0	84.7	93.5	99.3	76.4
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	93.5	87.8	84.0	93.5	98.3	75.4
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	115.5	116.5	84.6	94.5	129.8	75.4
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	91.6	98.3	71.0	72.5	114.5	65.9
序号	提取内标	实验室 2 回收率 (%)					
		1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	86.9	85.0	79.2	62.0	86.0	89.7
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	69.7	71.6	64.0	52.5	76.5	88.8
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	52.5	51.5	52.5	46.8	69.2	86.9
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	125.0	109.8	121.2	93.5	95.5	91.6
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	116.5	107.9	107.9	89.7	92.2	88.8
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	97.4	89.7	109.8	81.1	93.5	93.5
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	82.1	77.3	88.8	74.5	84.4	78.3
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	117.4	105.0	112.6	82.1	77.5	82.1
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	104.0	97.4	124.1	80.2	76.1	78.3
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	93.5	95.5	101.2	87.8	84.3	106.9
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	52.5	57.3	56.3	52.5	72.1	98.3
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	86.9	83.0	85.0	79.2	88.6	89.7
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	91.6	85.0	85.0	81.1	93.1	97.4
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	92.6	89.7	105.0	82.1	73.7	82.1
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	87.8	81.1	112.6	63.0	59.1	60.1

表 1-74 有证标准物质提取内标回收率

序号	提取内标	实验室 3 回收率 (%)					
		1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	86.3	86.3	93.9	95.5	87.6	93.8
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	84.0	84.0	99.6	101.2	95.9	100.0
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	84.7	84.7	92.2	91.4	88.6	92.1
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	103.0	103.0	90.5	91.6	85.7	90.9
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	100.2	100.2	93.7	94.4	87.5	90.4
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	102.2	102.2	93.8	94.3	89.4	94.0
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	86.3	86.3	92.0	93.1	89.1	94.7
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	102.3	102.3	82.6	79.8	78.8	80.8
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	97.8	97.8	80.3	86.9	82.5	90.9
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	96.7	96.7	95.3	96.8	88.3	93.9
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	93.8	93.8	96.5	95.6	92.7	96.3
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	108.3	108.3	83.7	85.6	80.1	84.3
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	104.1	104.1	87.1	89.3	83.0	87.7
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	98.2	98.2	79.0	79.5	76.9	82.5
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	79.9	79.9	60.6	62.3	60.9	68.3
序号	提取内标	实验室 4 回收率 (%)					
		1	2	3	4	5	6
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	101.0	120.5	100.7	101.5	131.4	96.0
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	104.0	127.2	105.9	105.9	139.4	101.6
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	99.6	121.8	103.1	98.9	149.7	96.7
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	92.5	114.4	94.9	89.7	122.2	93.2
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	97.1	117.4	97.7	95.7	132.0	101.3
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	98.8	119.6	101.0	96.5	130.5	99.7
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	105.4	127.2	106.5	103.1	135.7	106.0
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	105.4	127.8	107.9	102.1	135.3	104.7
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	116.3	133.5	117.5	110.8	135.6	112.6
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	101.1	124.1	100.3	100.4	146.7	97.7
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	107.1	129.7	107.2	108.2	157.7	102.5
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	94.1	113.0	95.3	89.0	120.9	92.0
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	97.9	117.7	101.0	98.6	127.6	100.1
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	108.1	132.2	108.0	108.2	139.2	109.1
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - O ₈ CDD	118.8	143.6	114.0	112.7	147.9	113.8

表 1-75 有证标准物质提取内标回收率

序号	提取内标	实验室 5 回收率 (%)					
		1	2	3	4	5	6
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	100.0	49.2	101.8	97.8	56.7	105.6
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	106.7	52.2	105.6	102.3	61.5	112.6
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	99.0	49.4	99.6	94.8	59.0	105.3
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	87.9	45.2	96.3	94.1	55.6	95.9
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	94.1	49.3	102.0	100.9	60.0	103.2
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	94.7	47.7	103.1	100.8	59.5	103.4
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	97.4	52.1	109.7	106.1	63.2	108.4
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	99.8	50.5	109.9	109.0	63.5	112.9
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	106.9	55.5	117.1	119.3	70.9	124.7
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	101.3	49.3	100.4	98.3	59.2	106.0
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	107.7	52.3	107.1	101.7	61.2	113.3
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	87.5	45.4	96.9	93.3	56.0	96.3
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	94.7	48.2	104.5	100.3	58.6	104.8
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	102.4	51.8	112.6	109.6	65.5	115.2
15	¹³ C ₁₂ - O ₈ CDD	108.1	55.2	120.8	118.0	69.4	122.7
序号	提取内标	实验室 6 回收率 (%)					
		1	2	3	4	5	6
1	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDF	68.7	83.0	88.8	51.5	64.0	147.9
2	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	78.3	81.1	91.6	55.4	63.0	155.5
3	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	78.3	80.2	87.8	53.5	60.1	128.0
4	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	86.9	84.0	93.5	64.0	70.6	127.1
5	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	79.2	81.1	81.1	60.1	69.7	126.5
6	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	87.8	87.8	86.9	64.9	71.6	132.8
7	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	71.6	79.2	75.4	62.0	66.8	130.4
8	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	56.3	75.4	58.2	59.2	64.9	113.0
9	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	58.2	86.9	57.3	64.0	70.6	134.0
10	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-T ₄ CDD	84.0	103.1	108.8	68.7	81.1	132.5
11	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	89.7	92.6	102.1	65.9	73.5	136.1
12	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	84.0	85.0	79.2	65.9	67.8	125.0
13	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	80.2	86.9	85.0	64.9	68.7	121.1
14	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	59.2	88.8	63.0	66.8	72.5	119.7
15	¹³ C ₁₂ - O ₈ CDD	41.0	77.3	40.1	63.0	65.9	105.6

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 g，定容体积为 30 μl 时，2,3,7,8-氯代二噁英类的方法检出限为

0.08 ng/kg~0.7 ng/kg, 测定下限为 0.32 ng/kg~2.8 ng/kg。详见表 2-1。

表 2-1 方法检出限和测定下限

序号	化合物名称	化合物简称	方法检出限 (ng/kg)	测定下限 (ng/kg)
1	2,3,7,8-四氯代二苯并呋喃	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.09	0.36
2	1,2,3,7,8-五氯代二苯并呋喃	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	0.5	2.0
3	2,3,4,7,8-五氯代二苯并呋喃	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	0.4	1.6
4	1,2,3,4,7,8-六氯代二苯并呋喃	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	0.4	1.6
5	1,2,3,6,7,8-六氯代二苯并呋喃	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	0.5	2.0
6	2,3,4,6,7,8-六氯代二苯并呋喃	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	0.5	2.0
7	1,2,3,7,8,9-六氯代二苯并呋喃	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.4	1.6
8	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	0.5	2.0
9	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	0.4	1.6
10	八氯代二苯并呋喃	O ₈ CDF	0.6	2.4
11	2,3,7,8-四氯代二苯并-对-二噁英	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.08	0.32
12	1,2,3,7,8-五氯代二苯并-对-二噁英	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	0.5	2.0
13	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	0.4	1.6
14	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	0.5	2.0
15	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	0.4	1.6
16	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	0.5	2.0
17	八氯代二苯并-对-二噁英	O ₈ CDD	0.7	2.8

2.2 方法精密度数据汇总

对 6 家验证实验室测定的空白石英砂、土壤样品和沉积物样品的精密度数据进行分析, 结果统计见表 2-2~表 2-4。

6 家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类 0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg, 五氯代~七氯代二噁英类 1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg, 八氯代二噁英类 2.50 ng/kg、50.0 ng/kg、500 ng/kg, 对应加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg 的空白石英砂样品进行 6 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类的实验室内相对标准偏差分别为 5.2%~37%、1.6%~19%和 1.6%~13%; 实验室间相对标准偏差分别为 7.9%~21%、6.4%~15%和 4.2%~11%; 重复性限分别为 0.09 ng/kg~1.1 ng/kg、0.59 ng/kg~11 ng/kg 和 5.0 ng/kg~90 ng/kg; 再现性限分别为 0.16 ng/kg~1.5 ng/kg、1.0 ng/kg~15 ng/kg 和 7.4 ng/kg~147 ng/kg。二噁英类毒性当量质量分数的实验室内相对标准偏差分别为 3.9%~8.4%、1.1%~5.4%和 0.92%~4.0%; 实验室间相对标准偏差分别为 11%、12%和 8.5%; 重复性限分别为 0.4 ng TEQ/kg、4.3 ng TEQ/kg 和 40 ng TEQ/kg; 再现性限分别为 0.8 ng TEQ/kg、17 ng TEQ/kg 和 122 ng TEQ/kg。

6 家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类 0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg, 五氯代~七氯代二噁英类 1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg, 八氯代二噁英类 2.50 ng/kg、

50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg 的土壤样品进行 6 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类的实验室内相对标准偏差分别为 5.1%~34%、1.8%~15%和 1.9%~12%；实验室间相对标准偏差分别为 6.9%~23%、4.5%~15%和 3.4%~11%；重复性限分别为 0.08 ng/kg~1.2 ng/kg、0.74 ng/kg~9.1 ng/kg 和 4.8 ng/kg~72 ng/kg；再现性限分别为 0.15 ng/kg~1.4 ng/kg、0.90 ng/kg~14 ng/kg 和 6.4 ng/kg~132 ng/kg。二噁英类毒性当量质量分数的实验室内相对标准偏差分别为 3.4%~11%、2.3%~3.9%和 0.77%~2.7%；实验室间相对标准偏差分别为 11%、11%和 8.6%；重复性限分别为 0.5 ng TEQ/kg、4.9 ng TEQ/kg 和 27 ng TEQ/kg；再现性限分别为 0.9 ng TEQ/kg、16 ng TEQ/kg 和 120 ng TEQ/kg。

6 家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类 0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg，五氯代~七氯代二噁英类 1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg，八氯代二噁英类 2.50 ng/kg、50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg 的沉积物样品进行 6 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类的实验室内相对标准偏差分别为 4.2%~34%、2.2%~17%和 1.4%~11%；实验室间相对标准偏差分别为 8.7%~22%、5.2%~13%和 4.3%~12%；重复性限分别为 0.10 ng/kg~1.2 ng/kg、0.66 ng/kg~11 ng/kg 和 5.8 ng/kg~83 ng/kg；再现性限分别为 0.18 ng/kg~1.5 ng/kg、0.98 ng/kg~13 ng/kg 和 8.0 ng/kg~141 ng/kg。二噁英类毒性当量质量分数的实验室内相对标准偏差分别为 4.1%~9.7%、2.4%~4.1%和 0.73%~3.2%；实验室间相对标准偏差分别为 11%、9.0%和 8.2%；重复性限分别为 0.5 ng TEQ/kg、5.1 ng TEQ/kg 和 35 ng TEQ/kg；再现性限分别为 0.9 ng TEQ/kg、14 ng TEQ/kg 和 117 ng TEQ/kg。

表 2-2 空白石英砂精密度测试数据汇总表

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.250	1	0.25	0.04	15.0	0.25	0.05	20.8	0.10	0.18
			2	0.31	0.04	12.9					
			3	0.21	0.04	17.7					
			4	0.20	0.03	15.4					
			5	0.23	0.02	9.9					
			6	0.32	0.05	15.6					
		5.00	1	5.0	0.25	5.1	4.9	0.31	6.4	0.59	1.0
			2	5.3	0.22	4.3					
			3	4.6	0.21	4.5					
			4	4.4	0.17	3.8					
			5	4.9	0.15	3.1					
			6	5.1	0.24	4.6					
		50.0	1	49	1.7	3.4	49	2.4	4.9	6.5	9.0
			2	52	1.8	3.5					
			3	45	3.4	7.5					
			4	48	3.1	6.4					
			5	50	1.8	3.5					
			6	50	1.5	3.0					
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1	1.39	0.34	24.5	1.29	0.16	12.1	0.7	0.7
			2	1.37	0.31	22.6					
			3	1.43	0.18	12.8					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			4	1.05	0.16	15.5					
			5	1.15	0.17	14.9					
			6	1.39	0.20	14.3					
		25.0	1	25.4	3.43	13.5	25.3	2.9	11.5	6.3	10.0
			2	28.1	1.79	6.4					
			3	21.1	1.48	7.0					
			4	22.5	1.59	7.1					
			5	26.3	2.12	8.0					
			6	28.2	2.47	8.8					
			1	255	17.4	6.8	247	18.9	7.7	41.1	64.9
		250	2	264	14.1	5.3					
			3	228	15.7	6.9					
			4	219	14.4	6.6					
			5	250	14.2	5.7					
			6	264	11.6	4.4					
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1	1.11	0.22	19.9	1.24	0.13	10.5	0.6	0.6
			2	1.34	0.26	19.7					
			3	1.31	0.24	18.4					
			4	1.08	0.19	17.5					
			5	1.21	0.18	14.5					
			6	1.41	0.12	8.5					
		25.0	1	26.8	1.87	7.0	26.5	4.0	14.9	5.7	12.2
			2	32.1	0.52	1.6					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			3	21.2	2.66	12.5					
			4	23.5	2.87	12.2					
			5	25.6	1.77	6.9					
			6	29.5	1.75	5.9					
		250	1	249	15.9	6.4	248	22.6	9.1	41.6	73.8
			2	273	21.7	8.0					
			3	245	13.7	5.6					
			4	208	7.9	3.8					
			5	251	16.8	6.7					
			6	264	8.0	3.0					
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1	1.27	0.30	23.5	1.32	0.19	14.3	0.6	0.8
			2	1.49	0.28	18.5					
			3	1.46	0.12	8.2					
			4	1.05	0.16	15.3					
			5	1.16	0.17	14.6					
			6	1.51	0.22	14.4					
		25.0	1	25.8	3.44	13.3	25.2	3.0	12.1	7.1	10.7
			2	28.0	2.34	8.4					
			3	20.3	1.75	8.6					
			4	22.6	2.41	10.7					
			5	26.4	2.18	8.3					
			6	27.8	2.70	9.7					
		250	1	253	14.5	5.7	243	22.4	9.2	50.7	78.0

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			2	258	15.9	6.2					
			3	221	27.6	12.5					
			4	208	15.3	7.4					
			5	256	17.6	6.9					
			6	261	14.0	5.4					
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1	1.35	0.14	10.6	1.33	0.21	15.5	0.7	0.8
			2	1.60	0.38	23.7					
			3	1.26	0.22	17.6					
			4	1.01	0.23	22.7					
			5	1.28	0.16	12.5					
			6	1.51	0.20	13.1					
		25.0	1	24.2	2.37	9.8	24.3	2.5	10.2	5.6	8.6
			2	28.3	2.80	9.9					
			3	21.1	1.98	9.4					
			4	22.4	1.81	8.1					
			5	24.4	1.49	6.1					
			6	25.5	1.04	4.1					
		250	1	237	15.2	6.4	248	24.7	10.0	46.5	81.3
			2	287	16.2	5.6					
			3	225	25.5	11.3					
			4	224	11.6	5.2					
			5	249	16.1	6.4					
			6	265	10.7	4.0					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1	1.30	0.19	14.2	1.32	0.15	11.6	0.5	0.6
			2	1.48	0.30	20.5					
			3	1.43	0.15	10.4					
			4	1.08	0.16	14.4					
			5	1.20	0.14	11.4					
			6	1.40	0.07	5.2					
		25.0	1	24.7	2.98	12.1	25.2	2.2	8.7	7.6	9.3
			2	27.4	3.08	11.2					
			3	22.0	2.05	9.3					
			4	23.8	3.35	14.1					
			5	25.7	1.81	7.0					
			6	27.7	2.57	9.3					
		250	1	252	19.0	7.6	244	21.2	8.7	47.4	73.5
			2	261	13.4	5.1					
			3	230	25.2	11.0					
			4	208	13.4	6.5					
			5	252	14.2	5.6					
			6	263	12.6	4.8					
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1	1.24	0.46	36.8	1.29	0.13	10.3	0.7	0.7
			2	1.48	0.24	16.4					
			3	1.23	0.16	13.1					
			4	1.10	0.16	14.5					
			5	1.32	0.12	9.3					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			6	1.39	0.14	10.4					
		25.0	1	23.2	2.87	12.4	25.5	3.0	11.8	7.3	10.7
			2	28.6	2.69	9.4					
			3	22.7	2.47	10.9					
			4	23.3	1.71	7.3					
			5	25.2	2.02	8.0					
			6	29.7	3.44	11.6					
		250	1	252	14.5	5.8	250	22.1	8.9	44.0	73.9
			2	277	17.8	6.4					
			3	237	19.2	8.1					
			4	214	18.9	8.8					
			5	254	14.7	5.8					
			6	264	4.2	1.6					
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1	1.54	0.12	8.1	1.35	0.13	9.8	0.4	0.5
			2	1.40	0.20	14.2					
			3	1.28	0.12	9.8					
			4	1.21	0.13	10.4					
			5	1.22	0.17	14.0					
			6	1.44	0.13	8.9					
		25.0	1	25.1	1.78	7.1	24.3	2.8	11.5	5.7	9.4
			2	25.7	0.90	3.5					
			3	20.6	2.30	11.1					
			4	22.3	2.55	11.5					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			5	23.8	1.35	5.7					
			6	28.6	2.73	9.5					
		250	1	254	13.1	5.2	248	16.9	6.8	43.5	61.8
			2	272	19.4	7.1					
			3	246	18.5	7.5					
			4	220	14.9	6.8					
			5	244	16.7	6.8					
			6	254	7.5	3.0					
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1	1.22	0.38	31.1	1.24	0.18	14.2	0.6	0.8
			2	1.55	0.21	13.7					
			3	1.17	0.16	13.6					
			4	1.01	0.11	11.3					
			5	1.22	0.19	15.5					
			6	1.30	0.20	15.1					
		25.0	1	25.9	3.40	13.1	25.5	2.6	10.0	6.7	9.5
			2	28.6	2.82	9.9					
			3	21.6	1.66	7.7					
			4	23.6	2.07	8.7					
			5	26.1	1.83	7.0					
			6	27.5	2.19	8.0					
		250	1	254	16.4	6.5	246	25.9	10.6	50.2	85.9
			2	283	15.2	5.4					
			3	216	28.1	13.0					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
10	O ₈ CDF		4	216	17.7	8.2					
			5	247	10.7	4.3					
			6	259	14.5	5.6					
		2.50	1	2.49	0.54	21.6	2.60	0.39	14.9	1.1	1.5
			2	3.06	0.39	12.8					
			3	2.32	0.28	12.1					
			4	2.04	0.24	11.7					
			5	2.93	0.45	15.4					
			6	2.77	0.44	16.1					
		50.0	1	49.9	3.68	7.4	48.6	4.1	8.5	10.6	15.1
			2	53.8	3.41	6.3					
			3	44.7	2.89	6.5					
			4	43.7	2.90	6.6					
			5	47.1	4.67	9.9					
			6	52.5	4.74	9.0					
		500	1	524	44.0	8.4	490	43.8	8.9	89.6	147.4
			2	497	22.4	4.5					
			3	443	34.4	7.8					
			4	428	29.2	6.8					
			5	533	39.2	7.4					
			6	513	11.8	2.3					
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.250	1	0.27	0.03	11.0	0.25	0.05	19.9	0.09	0.16
			2	0.31	0.02	5.2					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			3	0.18	0.02	13.9					
			4	0.22	0.02	8.2					
			5	0.26	0.04	15.4					
			6	0.29	0.05	17.2					
		5.00	1	5.0	0.27	5.4	5.0	0.36	7.3	0.64	1.2
			2	5.2	0.21	4.0					
			3	4.7	0.25	5.3					
			4	4.4	0.20	4.5					
			5	5.3	0.21	4.0					
			6	5.3	0.23	4.4					
		50.0	1	51	1.5	2.9	50	2.1	4.2	5.0	7.4
			2	52	2.0	3.8					
			3	46	2.2	4.7					
			4	48	1.7	3.5					
			5	50	1.6	3.1					
			6	50	1.7	3.4					
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	1	1.26	0.32	25.2	1.28	0.10	7.9	0.6	0.6
			2	1.35	0.25	18.5					
			3	1.33	0.16	12.1					
			4	1.11	0.15	13.9					
			5	1.23	0.17	14.1					
			6	1.39	0.18	12.7					
		25.0	1	24.2	2.96	12.2	25.0	3.2	12.9	6.9	11.0

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			2	28.3	1.94	6.9					
			3	20.7	1.00	4.8					
			4	22.9	2.84	12.4					
			5	24.7	2.52	10.2					
			6	29.1	2.98	10.2					
		250	1	256	16.7	6.5	243	24.4	10.1	49.9	82.2
			2	263	18.6	7.0					
			3	220	24.9	11.3					
			4	208	17.4	8.4					
			5	243	17.8	7.3					
			6	269	6.8	2.5					
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1	1.06	0.31	29.4	1.26	0.17	13.5	0.7	0.8
			2	1.47	0.27	18.3					
			3	1.28	0.20	15.5					
			4	1.09	0.13	12.3					
			5	1.23	0.23	18.6					
			6	1.43	0.22	15.3					
		25.0	1	24.5	4.66	19.0	25.5	2.8	11.0	7.6	10.5
			2	28.4	2.80	9.9					
			3	23.2	1.14	4.9					
			4	22.6	2.57	11.4					
			5	24.9	1.93	7.7					
			6	29.5	1.62	5.5					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
		250	1	259	15.1	5.8	244	27.2	11.1	38.9	84.0
			2	268	16.7	6.2					
			3	207	15.1	7.3					
			4	216	16.5	7.6					
			5	243	10.1	4.2					
			6	272	7.1	2.6					
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1	1.32	0.36	27.5	1.32	0.19	14.3	0.7	0.8
			2	1.55	0.21	13.4					
			3	1.22	0.18	15.1					
			4	1.02	0.18	17.2					
			5	1.31	0.23	17.3					
			6	1.49	0.23	15.7					
		25.0	1	24.0	1.76	7.3	24.7	3.0	12.3	6.1	10.1
			2	27.7	2.51	9.0					
			3	20.5	1.45	7.1					
			4	22.1	2.20	10.0					
			5	26.2	2.47	9.4					
			6	27.8	2.38	8.6					
		250	1	248	12.9	5.2	244	25.9	10.6	47.7	84.7
			2	279	21.0	7.5					
			3	226	24.8	11.0					
			4	208	10.7	5.2					
			5	241	13.6	5.6					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			6	265	14.8	5.6					
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1	1.32	0.27	20.6	1.32	0.21	16.2	0.5	0.8
			2	1.50	0.30	19.8					
			3	1.34	0.15	11.3					
			4	0.98	0.13	13.0					
			5	1.20	0.10	8.2					
			6	1.59	0.14	8.9					
		25.0	1	26.6	2.64	9.9	25.5	3.0	11.7	6.5	10.2
			2	27.5	2.34	8.5					
			3	21.4	2.89	13.5					
			4	22.8	2.31	10.1					
			5	25.4	1.86	7.3					
			6	29.4	1.66	5.7					
		250	1	243	14.7	6.1	241	21.1	8.8	46.3	72.7
			2	258	15.9	6.1					
			3	219	22.9	10.4					
			4	211	16.7	7.9					
			5	253	14.4	5.7					
			6	261	12.9	4.9					
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1	1.26	0.28	22.2	1.25	0.13	10.2	0.6	0.7
			2	1.37	0.32	23.3					
			3	1.34	0.19	14.3					
			4	1.09	0.20	18.3					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			5	1.09	0.10	9.1					
			6	1.34	0.12	8.9					
		25.0	1	22.6	2.96	13.1	25.0	3.2	12.6	7.1	11.0
			2	28.4	2.58	9.1					
			3	21.3	1.74	8.2					
			4	24.3	2.45	10.1					
			5	24.4	3.00	12.3					
			6	29.2	2.37	8.1					
		250	1	249	16.1	6.5	244	20.8	8.5	49.7	73.7
			2	264	19.5	7.4					
			3	231	26.9	11.6					
			4	212	15.3	7.2					
			5	242	14.5	6.0					
			6	268	9.1	3.4					
17	O ₈ CDD	2.50	1	2.22	0.32	14.3	2.47	0.31	12.4	1.1	1.3
			2	2.82	0.45	16.1					
			3	2.31	0.25	10.7					
			4	2.10	0.28	13.3					
			5	2.58	0.61	23.5					
			6	2.80	0.36	13.0					
		50.0	1	49.7	3.74	7.5	50.3	3.6	7.2	9.0	13.0
			2	55.6	1.87	3.4					
			3	47.1	3.87	8.2					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)		4	47.5	3.59	7.6					
			5	48.2	2.72	5.6					
			6	54.1	3.04	5.6					
		500	1	535	34.2	6.4	499	35.3	7.1	82.9	124.5
			2	524	20.9	4.0					
			3	478	36.5	7.6					
			4	439	26.1	5.9					
			5	515	38.7	7.5					
			6	503	11.7	2.3					
		2.50	1	2.5	0.21	8.4	2.6	0.27	10.5	0.4	0.8
			2	2.9	0.12	4.1					
			3	2.5	0.14	5.4					
			4	2.2	0.08	3.9					
			5	2.5	0.16	6.4					
			6	2.9	0.13	4.4					
		50.0	1	50.4	1.83	3.6	50.9	5.9	11.7	4.3	17.1
			2	57.9	1.04	1.8					
			3	43.0	1.27	2.9					
			4	45.9	2.47	5.4					
			5	50.9	1.16	2.3					
			6	57.2	0.63	1.1					
		501	1	504	14.2	2.8	492	41.7	8.5	39.7	122.4
			2	537	17.2	3.2					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			3	459	18.4	4.0					
			4	428	10.2	2.4					
			5	498	15.5	3.1					
			6	528	4.9	0.92					

表 2-3 土壤样品精密度测试数据汇总表

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.250	1	0.25	0.02	6.9	0.26	0.04	16.9	0.09	0.15
			2	0.32	0.04	12.3					
			3	0.21	0.04	20.6					
			4	0.22	0.02	8.2					
			5	0.25	0.04	14.0					
			6	0.30	0.04	12.8					
		5.00	1	4.9	0.13	2.7	4.8	0.22	4.5	0.74	0.9
			2	5.1	0.21	4.0					
			3	4.7	0.22	4.7					
			4	4.5	0.34	7.7					
			5	4.9	0.33	6.8					
			6	4.9	0.28	5.8					
		50.0	1	50	1.2	2.4	49	1.7	3.4	4.8	6.4
			2	52	2.1	4.1					
			3	48	2.0	4.1					
			4	47	2.1	4.5					
			5	49	1.2	2.5					
			6	49	1.5	3.0					
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1	1.02	0.21	20.5	1.27	0.24	18.7	0.5	0.8
			2	1.60	0.22	13.6					
			3	1.29	0.12	9.2					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			4	0.97	0.16	16.1					
			5	1.31	0.21	15.9					
			6	1.42	0.21	15.0					
		25.0	1	22.3	2.58	11.6	25.0	2.6	10.3	7.1	9.7
			2	27.2	2.33	8.6					
			3	21.9	2.53	11.6					
			4	24.0	2.40	10.0					
			5	27.0	2.08	7.7					
			6	27.6	3.12	11.3					
			1	243	14.5	6.0	248	16.0	6.5	40.7	58.3
		250	2	267	24.0	9.0					
			3	236	16.6	7.0					
			4	226	9.7	4.3					
			5	264	6.7	2.5					
			6	254	8.3	3.3					
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1	1.44	0.17	11.7	1.34	0.20	15.2	0.5	0.7
			2	1.64	0.17	10.4					
			3	1.32	0.19	14.5					
			4	1.08	0.12	10.8					
			5	1.16	0.17	14.6					
			6	1.41	0.24	16.9					
		25.0	1	24.8	2.81	11.3	25.9	2.7	10.4	7.0	9.9
			2	29.6	3.17	10.7					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF		3	22.8	2.47	10.8					
			4	24.4	1.38	5.7					
			5	24.7	2.42	9.8					
			6	28.8	2.45	8.5					
		250	1	248	13.9	5.6	247	20.2	8.2	39.2	67.0
			2	274	13.8	5.0					
			3	229	19.3	8.4					
			4	218	16.4	7.5					
			5	253	6.9	2.7					
			6	258	10.1	3.9					
		1.25	1	1.05	0.26	24.7	1.24	0.19	15.1	0.6	0.7
			2	1.51	0.10	6.7					
			3	1.28	0.18	13.9					
			4	1.04	0.14	13.6					
			5	1.17	0.19	16.0					
			6	1.40	0.26	18.9					
		25.0	1	25.6	2.48	9.7	25.8	3.2	12.5	7.8	11.5
			2	28.8	2.65	9.2					
			3	22.5	2.82	12.6					
			4	22.1	3.20	14.5					
			5	25.8	2.12	8.2					
			6	30.1	3.22	10.7					
		250	1	242	13.5	5.6	240	20.2	8.4	45.1	70.0

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			2	256	12.5	4.9					
			3	221	21.9	9.9					
			4	210	18.4	8.8					
			5	252	15.9	6.3					
			6	260	12.0	4.6					
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1	1.28	0.30	23.4	1.34	0.19	14.4	0.6	0.8
			2	1.57	0.31	19.8					
			3	1.37	0.22	16.0					
			4	1.00	0.16	16.2					
			5	1.35	0.13	9.5					
			6	1.47	0.17	11.6					
		25.0	1	25.0	3.33	13.3	25.4	3.1	12.0	7.5	11.0
			2	29.2	2.36	8.1					
			3	21.5	1.52	7.0					
			4	22.6	3.09	13.7					
			5	26.0	2.14	8.2					
			6	28.4	3.12	11.0					
		250	1	241	15.3	6.3	247	19.5	7.9	51.6	72.2
			2	275	19.5	7.1					
			3	231	26.4	11.4					
			4	222	16.0	7.2					
			5	258	12.6	4.9					
			6	256	17.8	7.0					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1	1.26	0.34	27.1	1.32	0.25	19.3	0.6	0.9
			2	1.67	0.19	11.6					
			3	1.35	0.10	7.2					
			4	0.95	0.10	10.9					
			5	1.17	0.21	17.6					
			6	1.51	0.20	13.1					
		25.0	1	24.3	1.78	7.3	25.8	2.9	11.1	6.0	9.7
			2	30.1	2.84	9.4					
			3	23.0	2.02	8.8					
			4	23.0	2.33	10.1					
			5	27.5	1.49	5.4					
			6	26.9	2.14	7.9					
		250	1	244	24.7	10.1	243	25.2	10.3	47.1	82.6
			2	271	19.2	7.1					
			3	220	17.8	8.1					
			4	208	14.3	6.9					
			5	249	12.0	4.8					
			6	267	7.3	2.7					
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1	1.19	0.23	19.5	1.28	0.10	8.0	0.5	0.6
			2	1.39	0.28	19.9					
			3	1.33	0.17	12.8					
			4	1.12	0.18	16.3					
			5	1.33	0.17	12.5					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			6	1.31	0.09	7.2					
		25.0	1	23.5	2.09	8.9	25.0	2.7	10.7	6.9	9.8
			2	27.0	2.58	9.6					
			3	22.7	2.72	12.0					
			4	21.7	2.74	12.6					
			5	26.8	1.77	6.6					
			6	28.2	2.73	9.7					
		250	1	252	11.6	4.6	242	19.1	7.9	39.6	64.5
			2	260	15.6	6.0					
			3	217	20.7	9.6					
			4	218	11.7	5.3					
			5	246	11.9	4.8					
			6	256	10.8	4.2					
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1	1.10	0.34	30.5	1.24	0.20	16.3	0.6	0.8
			2	1.55	0.29	18.7					
			3	1.27	0.19	14.5					
			4	0.96	0.11	11.8					
			5	1.21	0.19	16.0					
			6	1.33	0.20	15.2					
		25.0	1	25.3	3.72	14.7	25.2	3.2	12.6	7.6	11.3
			2	28.1	3.06	10.9					
			3	22.4	2.66	11.9					
			4	22.3	2.23	10.0					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			5	23.3	1.66	7.1					
			6	29.8	2.57	8.6					
		250	1	245	19.3	7.9	243	21.0	8.6	46.8	72.7
			2	274	14.8	5.4					
			3	226	23.7	10.5					
			4	216	16.3	7.5					
			5	240	7.0	2.9					
			6	257	14.7	5.7					
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1	1.25	0.42	34.0	1.30	0.19	14.4	0.7	0.8
			2	1.55	0.26	16.5					
			3	1.29	0.19	14.5					
			4	1.14	0.18	15.4					
			5	1.09	0.10	9.2					
			6	1.51	0.19	12.4					
		25.0	1	26.8	3.03	11.3	25.8	3.2	12.5	7.3	11.3
			2	29.0	2.69	9.3					
			3	21.9	2.92	13.3					
			4	22.5	2.26	10.0					
			5	25.0	2.02	8.1					
			6	29.5	2.66	9.0					
		250	1	246	15.9	6.5	242	20.0	8.2	39.0	66.2
			2	258	17.0	6.6					
			3	217	12.2	5.6					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
10	O ₈ CDF		4	218	12.9	5.9					
			5	253	13.7	5.4					
			6	262	10.8	4.1					
		2.50	1	2.42	0.54	22.4	2.54	0.31	12.3	1.2	1.4
			2	2.94	0.48	16.5					
			3	2.37	0.24	10.3					
			4	2.07	0.31	15.2					
			5	2.75	0.52	19.0					
			6	2.69	0.26	9.8					
		50.0	1	51.1	3.58	7.0	50.1	3.3	6.7	9.1	12.5
			2	54.9	2.42	4.4					
			3	47.6	2.34	4.9					
			4	46.3	4.05	8.7					
			5	48.0	4.61	9.6					
			6	52.7	0.96	1.8					
		500	1	535	25.8	4.8	500	40.8	8.2	72.1	131.9
			2	522	13.7	2.6					
			3	447	37.0	8.3					
			4	452	27.8	6.2					
			5	538	29.2	5.4					
			6	509	11.6	2.3					
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.250	1	0.26	0.03	12.0	0.26	0.06	23.0	0.08	0.18
			2	0.34	0.03	8.8					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			3	0.20	0.03	17.5					
			4	0.21	0.02	10.1					
			5	0.24	0.02	8.3					
			6	0.32	0.03	10.1					
		5.00	1	5.1	0.37	7.4	5.0	0.25	5.0	0.79	1.0
			2	5.2	0.19	3.6					
			3	4.8	0.34	7.1					
			4	4.6	0.32	7.0					
			5	4.8	0.18	3.8					
			6	5.2	0.23	4.4					
		50.0	1	51	1.1	2.1	49	2.6	5.2	6.0	9.0
			2	52	2.2	4.2					
			3	46	3.5	7.6					
			4	46	1.7	3.6					
			5	50	2.1	4.3					
			6	50	1.3	2.7					
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	1	1.32	0.37	27.7	1.28	0.09	6.9	0.7	0.7
			2	1.23	0.30	24.3					
			3	1.27	0.19	15.4					
			4	1.13	0.16	13.8					
			5	1.36	0.15	11.3					
			6	1.35	0.17	12.6					
		25.0	1	25.7	2.93	11.4	25.6	3.7	14.5	7.1	12.2

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			2	28.9	2.28	7.9					
			3	21.1	3.11	14.8					
			4	21.9	2.25	10.3					
			5	25.8	2.11	8.2					
			6	30.4	2.38	7.8					
		250	1	249	14.0	5.6	242	26.8	11.1	36.4	82.2
			2	265	16.0	6.0					
			3	217	14.8	6.8					
			4	202	8.6	4.3					
			5	258	12.9	5.0					
			6	264	10.4	3.9					
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1	1.13	0.30	26.9	1.29	0.18	13.7	0.5	0.7
			2	1.28	0.14	10.8					
			3	1.41	0.24	17.2					
			4	1.06	0.16	15.5					
			5	1.33	0.12	9.1					
			6	1.54	0.13	8.5					
		25.0	1	25.4	2.19	8.6	24.6	1.9	7.9	6.1	7.8
			2	25.8	1.70	6.6					
			3	21.7	2.16	10.0					
			4	22.7	1.62	7.1					
			5	25.4	2.33	9.2					
			6	26.6	2.84	10.7					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
		250	1	251	19.7	7.8	243	21.1	8.7	44.1	71.4
			2	271	12.0	4.4					
			3	224	19.0	8.5					
			4	214	8.9	4.2					
			5	245	17.4	7.1					
			6	255	14.6	5.7					
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1	1.12	0.29	26.1	1.30	0.21	16.4	0.6	0.8
			2	1.64	0.23	13.8					
			3	1.31	0.17	13.3					
			4	1.05	0.19	18.0					
			5	1.25	0.25	20.3					
			6	1.44	0.21	14.7					
		25.0	1	24.8	2.64	10.7	25.5	3.8	15.1	6.8	12.4
			2	29.6	2.39	8.1					
			3	20.8	2.56	12.3					
			4	21.9	2.16	9.8					
			5	25.6	2.16	8.4					
			6	30.2	2.51	8.3					
		250	1	245	14.3	5.8	244	22.0	9.0	47.8	75.4
			2	273	18.0	6.6					
			3	225	27.4	12.2					
			4	213	15.4	7.2					
			5	248	11.7	4.7					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			6	260	9.8	3.8					
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1	1.52	0.11	7.2	1.42	0.17	11.9	0.4	0.6
			2	1.67	0.29	17.2					
			3	1.27	0.12	9.2					
			4	1.21	0.13	10.9					
			5	1.39	0.07	5.1					
			6	1.49	0.08	5.7					
		25.0	1	23.5	2.59	11.0	24.4	2.6	10.6	6.7	9.5
			2	27.2	2.33	8.6					
			3	21.9	2.43	11.1					
			4	21.9	3.27	15.0					
			5	24.1	1.57	6.5					
			6	27.9	1.88	6.7					
		250	1	255	11.4	4.5	242	23.4	9.7	46.2	77.8
			2	268	20.7	7.7					
			3	219	21.0	9.6					
			4	208	10.5	5.0					
			5	244	19.4	8.0					
			6	257	12.0	4.7					
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1	1.35	0.36	27.1	1.29	0.21	16.0	0.7	0.9
			2	1.54	0.36	23.1					
			3	1.25	0.24	18.9					
			4	0.94	0.11	12.0					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			5	1.25	0.23	18.7					
			6	1.42	0.19	13.4					
		25.0	1	25.8	3.29	12.8	25.4	2.0	8.0	6.5	8.2
			2	28.3	2.32	8.2					
			3	22.6	2.86	12.7					
			4	24.1	1.86	7.7					
			5	24.7	1.21	4.9					
			6	26.9	1.70	6.3					
		250	1	252	14.6	5.8	241	26.9	11.2	44.9	85.7
			2	268	20.3	7.6					
			3	207	16.3	7.9					
			4	209	15.9	7.6					
			5	246	16.6	6.7					
			6	264	11.3	4.3					
17	O ₈ CDD	2.50	1	2.58	0.82	31.8	2.68	0.29	10.9	1.2	1.4
			2	3.19	0.33	10.4					
			3	2.41	0.20	8.2					
			4	2.43	0.12	5.1					
			5	2.68	0.37	14.0					
			6	2.80	0.36	13.0					
		50.0	1	49.9	2.91	5.8	50.7	4.0	8.0	8.3	13.6
			2	54.7	1.38	2.5					
			3	44.8	2.82	6.3					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			4	48.9	2.58	5.3					
			5	50.1	4.80	9.6					
			6	55.9	2.08	3.7					
		500	1	524	36.2	6.9	494	22.4	4.5	70.0	89.5
			2	512	29.9	5.8					
			3	468	25.4	5.4					
			4	471	17.8	3.8					
			5	500	22.3	4.5					
			6	490	9.3	1.9					
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.50	1	2.6	0.28	10.9	2.6	0.29	10.9	0.5	0.9
			2	3.0	0.17	5.7					
			3	2.5	0.19	7.5					
			4	2.2	0.17	8.1					
			5	2.5	0.09	3.4					
			6	2.9	0.21	7.2					
		50.0	1	50.0	1.78	3.6	50.9	5.5	10.7	4.9	15.9
			2	57.0	2.25	3.9					
			3	44.5	1.71	3.8					
			4	45.8	1.37	3.0					
			5	50.9	1.19	2.3					
			6	57.5	2.01	3.5					
		501	1	498	13.3	2.7	490	41.9	8.6	26.8	119.9
			2	536	13.2	2.5					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			3	449	7.4	1.7					
			4	429	9.9	2.3					
			5	506	3.9	0.77					
			6	519	5.3	1.0					

表 2-4 沉积物精密度测试数据汇总表

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.250	1	0.24	0.03	14.3	0.26	0.06	21.3	0.10	0.18
			2	0.34	0.04	11.0					
			3	0.21	0.04	19.8					
			4	0.20	0.02	8.9					
			5	0.28	0.04	12.8					
			6	0.30	0.05	16.3					
		5.00	1	4.8	0.2	4.3	4.9	0.26	5.2	0.74	1.0
			2	5.3	0.1	2.6					
			3	4.9	0.1	2.7					
			4	4.6	0.4	8.0					
			5	4.8	0.2	4.4					
			6	5.1	0.4	7.7					
		50.0	1	50	1.7	3.3	48	2.5	5.2	5.8	8.8
			2	51	1.6	3.1					
			3	45	3.7	8.1					
			4	46	1.4	3.0					
			5	48	1.7	3.6					
			6	49	1.5	3.1					
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	1	1.46	0.27	18.2	1.38	0.14	10.1	0.6	0.6
			2	1.58	0.19	12.1					
			3	1.36	0.21	15.4					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			4	1.17	0.11	9.4					
			5	1.29	0.19	14.5					
			6	1.40	0.19	13.5					
		25.0	1	24.5	3.6	14.7	25.3	3.3	12.9	7.7	11.5
			2	28.4	3.2	11.3					
			3	21.4	2.6	12.3					
			4	22.7	2.2	9.6					
			5	24.9	1.9	7.6					
			6	29.9	2.6	8.5					
			1	246	20.5	8.3	240	23.2	9.7	46.5	77.6
		250	2	263	23.3	8.9					
			3	220	21.3	9.7					
			4	204	6.3	3.1					
			5	249	10.5	4.2					
			6	259	9.4	3.6					
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	1	1.14	0.31	27.4	1.26	0.14	11.1	0.5	0.6
			2	1.42	0.16	11.4					
			3	1.38	0.18	13.2					
			4	1.06	0.15	14.5					
			5	1.32	0.15	11.3					
			6	1.27	0.14	10.9					
		25.0	1	26.4	2.4	8.9	25.2	2.2	8.8	5.6	8.1
			2	27.8	2.0	7.3					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			3	21.6	2.1	9.6					
			4	24.0	1.7	7.1					
			5	24.9	2.1	8.6					
			6	26.6	1.5	5.5					
		250	1	244	16.5	6.7	246	25.1	10.2	45.0	81.5
			2	276	22.7	8.2					
			3	217	16.1	7.4					
			4	215	9.9	4.6					
			5	262	13.4	5.1					
			6	260	15.1	5.8					
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	1	1.37	0.20	14.8	1.33	0.19	14.2	0.5	0.7
			2	1.55	0.18	11.5					
			3	1.21	0.25	20.6					
			4	1.05	0.16	15.2					
			5	1.30	0.16	12.2					
			6	1.53	0.18	11.5					
		25.0	1	25.6	2.8	10.9	25.3	2.5	10.0	7.5	9.8
			2	29.1	2.2	7.6					
			3	22.1	2.4	11.1					
			4	23.2	3.8	16.3					
			5	25.2	2.2	8.5					
			6	26.9	2.2	8.3					
		250	1	239	14.2	6.0	240	19.1	8.0	39.1	64.4

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			2	257	13.1	5.1					
			3	220	18.5	8.4					
			4	214	19.8	9.3					
			5	259	5.6	2.2					
			6	250	5.3	2.1					
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1	1.04	0.36	34.1	1.32	0.23	17.3	0.6	0.9
			2	1.64	0.27	16.6					
			3	1.43	0.21	14.4					
			4	1.14	0.17	15.0					
			5	1.19	0.16	13.0					
			6	1.45	0.16	11.2					
		25.0	1	25.3	4.2	16.6	26.1	3.4	13.0	8.6	12.3
			2	30.9	2.0	6.6					
			3	21.3	2.7	12.9					
			4	24.5	3.1	12.6					
			5	25.8	2.3	9.1					
			6	28.9	3.5	12.1					
		250	1	252	13.7	5.4	251	22.0	8.8	47.2	75.1
			2	282	19.1	6.8					
			3	230	22.8	9.9					
			4	222	18.9	8.5					
			5	261	10.4	4.0					
			6	259	13.0	5.0					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	1	1.09	0.22	20.4	1.26	0.15	11.8	0.5	0.6
			2	1.44	0.25	17.1					
			3	1.31	0.20	15.4					
			4	1.07	0.21	19.4					
			5	1.29	0.12	9.5					
			6	1.36	0.13	9.5					
		25.0	1	25.5	2.2	8.5	25.6	2.3	8.9	6.0	8.4
			2	27.9	2.7	9.6					
			3	23.1	1.3	5.5					
			4	23.0	2.4	10.3					
			5	25.6	1.6	6.3					
			6	28.4	2.5	8.8					
		250	1	253	18.7	7.4	249	21.6	8.7	42.4	71.9
			2	282	11.1	3.9					
			3	237	21.9	9.2					
			4	217	12.8	5.9					
			5	257	15.6	6.1					
			6	246	4.5	1.8					
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	1	1.17	0.36	30.4	1.27	0.21	17.0	0.7	0.9
			2	1.57	0.27	17.3					
			3	1.25	0.21	17.0					
			4	0.99	0.18	18.1					
			5	1.15	0.13	11.5					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			6	1.46	0.21	14.4					
		25.0	1	26.5	2.7	10.1	25.7	3.1	12.1	5.9	10.2
			2	28.7	2.6	8.9					
			3	23.6	1.4	5.9					
			4	21.1	1.7	8.2					
			5	24.9	1.4	5.6					
			6	29.2	2.4	8.3					
		250	1	241	17.3	7.2	240	29.9	12.5	38.9	91.0
			2	274	14.2	5.2					
			3	203	9.4	4.6					
			4	205	16.8	8.2					
			5	249	9.9	4.0					
			6	266	13.7	5.2					
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	1	1.18	0.27	22.6	1.33	0.24	18.1	0.6	0.9
			2	1.72	0.18	10.4					
			3	1.45	0.22	15.1					
			4	1.04	0.15	14.5					
			5	1.20	0.16	13.0					
			6	1.38	0.26	19.0					
		25.0	1	24.0	2.6	10.8	25.3	2.9	11.4	7.7	10.7
			2	28.7	3.3	11.5					
			3	21.6	3.0	13.9					
			4	23.3	2.4	10.2					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			5	25.8	2.7	10.5					
			6	28.4	2.3	8.0					
		250	1	246	10.4	4.2	242	23.9	9.8	34.5	73.9
			2	262	8.0	3.0					
			3	230	20.2	8.8					
			4	201	10.3	5.1					
			5	250	9.9	4.0					
			6	266	11.2	4.2					
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	1	1.19	0.24	20.4	1.32	0.17	12.6	0.5	0.7
			2	1.58	0.15	9.5					
			3	1.28	0.17	13.4					
			4	1.12	0.18	16.0					
			5	1.32	0.23	17.1					
			6	1.42	0.18	13.0					
		25.0	1	26.5	2.4	9.1	25.6	2.7	10.7	6.3	9.6
			2	28.1	2.8	9.9					
			3	22.7	2.0	8.8					
			4	22.9	1.7	7.2					
			5	24.2	2.3	9.3					
			6	29.2	2.1	7.3					
		250	1	246	18.0	7.3	244	18.8	7.7	44.0	66.1
			2	270	14.5	5.4					
			3	229	20.4	8.9					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
10	O ₈ CDF		4	217	10.8	5.0					
			5	245	15.5	6.3					
			6	257	13.3	5.2					
		2.50	1	2.76	0.55	20.0	2.68	0.39	14.6	1.0	1.4
			2	2.96	0.20	6.6					
			3	2.13	0.17	7.8					
			4	2.26	0.26	11.4					
			5	2.92	0.49	17.0					
			6	3.06	0.33	10.7					
		50.0	1	49.6	2.2	4.3	48.8	3.2	6.5	10.8	13.3
			2	52.8	2.7	5.1					
			3	45.3	4.1	9.0					
			4	48.8	4.5	9.2					
			5	44.9	5.3	11.8					
			6	51.6	3.7	7.1					
		500	1	532	35.7	6.7	491	42.5	8.7	82.6	141.0
			2	514	22.2	4.3					
			3	438	30.8	7.0					
			4	436	24.6	5.6					
			5	519	42.4	8.2					
			6	508	10.8	2.1					
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.250	1	0.24	0.04	18.1	0.25	0.06	22.1	0.10	0.18
			2	0.33	0.02	5.2					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			3	0.19	0.03	14.0					
			4	0.20	0.02	7.4					
			5	0.24	0.03	14.4					
			6	0.30	0.06	18.7					
		5.00	1	5.0	0.3	6.1	5.0	0.32	6.4	0.66	1.1
			2	5.3	0.2	3.1					
			3	4.7	0.3	6.4					
			4	4.6	0.3	5.7					
			5	5.0	0.2	4.1					
			6	5.4	0.1	2.2					
		50.0	1	50	1.6	3.3	49	2.1	4.3	6.0	8.0
			2	53	1.5	2.8					
			3	48	3.1	6.5					
			4	47	3.1	6.5					
			5	50	0.8	1.7					
			6	49	1.6	3.2					
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	1	1.31	0.34	25.9	1.24	0.11	8.7	0.6	0.7
			2	1.31	0.33	24.9					
			3	1.31	0.21	16.1					
			4	1.05	0.04	4.2					
			5	1.17	0.19	16.1					
			6	1.31	0.14	10.7					
		25.0	1	24.2	3.4	14.1	25.2	2.4	9.4	7.2	9.3

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			2	27.5	2.6	9.4					
			3	22.3	2.3	10.3					
			4	22.7	2.3	10.2					
			5	26.6	1.5	5.5					
			6	27.5	2.9	10.5					
		250	1	246	19.0	7.7	243	16.5	6.8	48.6	64.2
			2	264	16.4	6.2					
			3	222	23.6	10.6					
			4	225	12.4	5.5					
			5	248	17.2	6.9					
			6	254	13.2	5.2					
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	1	1.10	0.21	18.9	1.25	0.22	17.8	0.6	0.8
			2	1.58	0.25	15.7					
			3	1.25	0.22	17.9					
			4	1.00	0.15	14.8					
			5	1.13	0.21	18.7					
			6	1.44	0.19	13.1					
		25.0	1	25.6	3.8	15.0	24.7	3.2	12.8	7.6	11.3
			2	27.6	2.5	9.1					
			3	21.1	2.9	14.0					
			4	20.8	1.6	7.9					
			5	24.8	2.0	7.9					
			6	28.2	2.8	9.9					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
		250	1	254	9.3	3.7	249	20.5	8.2	37.0	66.7
			2	277	11.4	4.1					
			3	230	21.4	9.3					
			4	222	14.0	6.3					
			5	254	12.8	5.0					
			6	260	3.5	1.4					
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	1	1.36	0.34	25.2	1.29	0.20	15.9	0.6	0.8
			2	1.59	0.22	13.7					
			3	1.13	0.09	7.9					
			4	1.06	0.18	16.7					
			5	1.17	0.13	11.0					
			6	1.45	0.20	14.1					
		25.0	1	24.0	2.0	8.2	25.3	2.7	10.5	5.6	9.1
			2	27.8	3.1	11.2					
			3	22.1	1.4	6.4					
			4	23.7	1.5	6.5					
			5	25.2	2.4	9.4					
			6	29.1	0.9	3.0					
		250	1	257	11.2	4.4	242	26.2	10.8	41.7	82.7
			2	276	19.0	6.9					
			3	220	18.6	8.4					
			4	207	9.9	4.8					
			5	234	15.4	6.6					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			6	258	12.8	5.0					
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	1	1.22	0.32	25.8	1.33	0.19	14.6	0.6	0.8
			2	1.64	0.27	16.6					
			3	1.21	0.23	19.1					
			4	1.11	0.18	16.5					
			5	1.37	0.09	6.4					
			6	1.45	0.21	14.5					
		25.0	1	24.6	3.4	13.9	25.2	2.1	8.4	7.9	9.3
			2	27.5	3.0	10.8					
			3	22.9	2.5	11.1					
			4	23.1	2.5	10.7					
			5	25.3	2.1	8.3					
			6	27.9	3.2	11.6					
		250	1	242	14.3	5.9	241	23.4	9.7	39.0	74.6
			2	262	15.3	5.8					
			3	213	15.3	7.2					
			4	211	4.0	1.9					
			5	257	16.8	6.5					
			6	261	13.9	5.3					
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	1	0.98	0.30	30.9	1.23	0.19	15.7	0.6	0.8
			2	1.31	0.26	19.8					
			3	1.44	0.24	16.5					
			4	1.01	0.17	16.6					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			5	1.30	0.16	12.3					
			6	1.38	0.15	11.2					
		25.0	1	25.7	1.9	7.4	25.5	2.3	9.1	7.2	9.3
			2	28.6	2.7	9.3					
			3	21.7	3.1	14.3					
			4	24.6	2.0	8.0					
			5	25.5	2.8	11.1					
			6	27.1	2.8	10.2					
		250	1	249	16.1	6.5	248	18.5	7.5	41.3	64.0
			2	264	16.3	6.2					
			3	243	9.5	3.9					
			4	214	17.8	8.3					
			5	257	13.4	5.2					
			6	260	13.8	5.3					
17	O ₈ CDD	2.50	1	2.52	0.57	22.5	2.51	0.40	16.0	1.2	1.5
			2	3.01	0.61	20.3					
			3	2.00	0.15	7.7					
			4	2.07	0.29	14.0					
			5	2.68	0.33	12.3					
			6	2.80	0.36	13.0					
		50.0	1	48.1	2.3	4.7	49.2	3.3	6.7	9.5	12.7
			2	54.1	2.8	5.3					
			3	45.6	4.0	8.8					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			4	49.0	3.9	8.0					
			5	46.4	3.8	8.2					
			6	52.2	3.1	6.0					
		500	1	537	37.1	6.9	495	35.6	7.2	81.0	124.2
			2	507	25.7	5.1					
			3	474	32.9	6.9					
			4	438	27.7	6.3					
			5	523	31.5	6.0					
			6	494	11.6	2.4					
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.50	1	2.4	0.24	9.7	2.5	0.29	11.3	0.5	0.9
			2	3.0	0.14	4.8					
			3	2.5	0.16	6.4					
			4	2.1	0.09	4.1					
			5	2.5	0.18	7.5					
			6	2.8	0.13	4.9					
		50.0	1	50.6	1.7	3.3	50.6	4.6	9.0	5.1	13.6
			2	55.8	2.2	3.9					
			3	44.6	1.6	3.5					
			4	46.3	1.9	4.0					
			5	51.0	1.2	2.4					
			6	55.3	2.3	4.1					
		501	1	495	12.6	2.5	490	40.1	8.2	35.0	116.7
			2	542	15.1	2.8					

序号	化合物简称	加标水平 (ng/kg)	实验室编号	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	平均值 (ng/kg)	标准偏差 (ng/kg)	相对标准偏 差 (%)	重复性限 (ng/kg)	再现性限 (ng/kg)
			3	446	12.8	2.9					
			4	439	10.5	2.4					
			5	508	16.1	3.2					
			6	512	3.7	0.73					

2.3 方法正确度数据汇总

土壤和沉积物正确度数据汇总情况见表 2-5～表 2-7。有证标准物质数据汇总情况见表 2-8。

6 家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类 0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg，五氯代～七氯代二噁英类 1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg，八氯代二噁英类 2.50 ng/kg、50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg 的空白石英砂样品进行 6 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类的加标回收率范围分别为 70.0%～129%、81.4%～128%和 82.7%～115%；加标回收率最终值分别为 98.8%±24.4%～108%±21.2%、97.2%±20.0%～106%±31.6%和 96.4%±16.8%～99.9%±17.8%。二噁英类毒性当量质量分数的加标回收率范围分别为 86.2%～115%、86.1%～116%和 85.4%～107%；加标回收率最终值分别为 102%±21.6%、102%±23.8%和 98.3%±16.6%。

6 家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类 0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg，五氯代～七氯代二噁英类 1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg，八氯代二噁英类 2.50 ng/kg、50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg 的土壤样品进行 6 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类的加标回收率范围分别为 74.8%～137%、83.2%～122%和 80.6%～110%；加标回收率最终值分别为 99.0%±32.2%～114%±27.2%、96.6%±8.6%～103%±25.8%和 96.0%±16.2%～100%±16.4%。二噁英类毒性当量质量分数的加标回收率范围分别为 85.5%～121%、88.9%～115%和 85.5%～107%；加标回收率最终值分别为 105%±24.8%、102%±21.8%和 97.7%±16.8%。

6 家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类 0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg，五氯代～七氯代二噁英类 1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg，八氯代二噁英类 2.50 ng/kg、50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg 的沉积物样品进行 6 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 75.3%～137%、83.1%～124%和 80.5%～113%；加标回收率最终值分别为 98.7%±31.0%～110%±22.2%、97.7%±12.8%～104%±27.2%和 95.8%±24.0%～100%±17.6%。二噁英类毒性当量质量分数的加标回收率范围分别为 84.6%～118%、89.3%～112%和 87.6%～108%；加标回收率最终值分别为 102%±23.0%、101%±18.2%和 97.9%±16.0%。

6 家实验室分别对有证标准物质进行 6 次重复测定 2,3,7,8-氯代二噁英类的相对误差范围为-18%～49%；相对误差最终值为-9.8%±19.6%～34%±21.4%。二噁英类毒性当量质量分数的相对误差范围为-5.4%～3.9%；相对误差最终值为-1.2%±6.6%。

表 2-5 空白石英砂加标测试数据汇总表

序号	化合物简称	加标量 (ng/kg)	P_i (%)						$\bar{P}$ (%)	S_P (%)	$\bar{P} \pm 2S_P$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.250	100.0	123.3	82.0	79.3	92.0	129.3	101	21.0	101±42.1
		5.00	99.0	105.0	92.3	88.3	97.9	102.6	97.5	6.3	97.5±12.5
		50.0	98.6	103.7	90.0	96.3	101.0	100.8	98.4	4.8	98.4±9.6
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	1.25	110.9	109.2	114.3	83.9	91.7	111.1	104	12.5	104±25.1
		25.0	101.5	112.2	84.5	89.9	105.3	112.8	101	11.6	101±23.3
		250	101.9	105.5	91.2	87.7	100.0	105.8	98.7	7.6	98.7±15.1
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	1.25	88.5	106.8	104.5	86.7	97.1	112.7	99.4	10.4	99.4±20.8
		25.0	107.0	128.4	84.8	94.2	102.3	118.0	106	15.8	106±31.6
		250	99.6	109.3	98.0	83.0	100.3	105.6	99.3	9.0	99.3±18.1
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	101.9	118.8	116.9	84.1	93.1	120.4	106	15.2	106±30.4
		25.0	103.1	112.0	81.4	90.5	105.5	111.2	101	12.2	101±24.4
		250	101.1	103.1	88.6	83.2	102.5	104.5	97.1	9.0	97.1±17.9
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	107.7	127.7	100.9	80.5	102.1	120.4	107	16.6	107±33.1
		25.0	96.7	113.1	84.4	89.7	97.6	101.8	97.2	10.0	97.2±19.9
		250	94.9	114.9	90.1	89.4	99.6	106.2	99.2	9.9	99.2±19.8
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	104.3	118.5	114.3	86.5	95.6	112.3	105	12.3	105±24.5
		25.0	98.9	109.7	87.9	95.0	102.9	110.9	101	8.8	101±17.6
		250	100.6	104.5	91.8	83.3	100.9	105.0	97.7	8.5	97.7±17.0
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	99.2	118.3	98.5	88.0	105.3	111.3	103	10.6	103±21.3
		25.0	92.9	114.3	90.9	93.2	100.7	119.0	102	12.0	102±24.1
		250	100.9	110.8	94.7	85.4	101.8	105.6	99.9	8.9	99.9±17.7

序号	化合物简称	加标量 (ng/kg)	P_i (%)						$\bar{P}$ (%)	S_P (%)	$\bar{P} \pm 2S_P$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	122.8	111.9	102.0	96.9	97.3	115.3	108	10.6	108±21.2
		25.0	100.3	102.7	82.5	89.1	95.2	114.6	97.4	11.2	97.4±22.4
		250	101.6	108.7	98.4	88.1	97.4	101.5	99.3	6.8	99.3±13.5
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	97.9	123.6	93.9	80.5	97.9	103.7	99.6	14.1	99.6±28.2
		25.0	103.7	114.4	86.4	94.5	104.3	109.9	102	10.3	102±20.5
		250	101.5	113.0	86.2	86.6	98.8	103.6	98.3	10.4	98.3±20.8
10	O ₈ CDF	2.50	99.7	122.5	92.7	81.7	117.1	110.7	104	15.5	104±31.0
		50.0	99.8	107.7	89.4	87.5	94.2	104.9	97.2	8.3	97.2±16.5
		500	104.9	99.3	88.6	85.7	106.5	102.6	97.9	8.8	97.9±17.5
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.250	106.7	125.3	70.0	86.0	104.0	115.3	101	20.1	101±40.2
		5.00	100.3	104.6	94.6	87.7	105.7	105.6	99.8	7.3	99.8±14.6
		50.0	101.0	104.9	92.9	96.2	100.3	99.2	99.1	4.1	99.1±8.3
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	100.8	108.1	106.0	88.7	98.4	111.1	102	8.1	102±16.2
		25.0	97.0	113.3	82.7	91.4	98.6	116.6	99.9	12.9	99.9±25.9
		250	102.5	105.3	88.2	83.1	97.1	107.4	97.3	9.8	97.3±19.6
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	84.4	117.2	102.7	87.1	98.7	114.4	101	13.6	101±27.1
		25.0	97.9	113.6	92.7	90.4	99.5	118.0	102	11.3	102±22.5
		250	103.4	107.1	82.7	86.5	97.3	108.7	97.6	10.9	97.6±21.7
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	105.7	123.9	97.7	81.9	104.5	118.8	105	15.1	105±30.1
		25.0	96.1	110.9	81.9	88.2	104.9	111.1	98.9	12.2	98.9±24.3
		250	99.2	111.6	90.4	83.0	96.4	106.1	97.8	10.4	97.8±20.8
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	105.3	119.7	107.2	78.7	95.9	126.8	106	17.2	106±34.3
		25.0	106.2	110.0	85.7	91.2	101.4	117.5	102	11.9	102±23.8

序号	化合物简称	加标量 (ng/kg)	P_i (%)						$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
		250	97.2	103.3	87.6	84.5	101.1	104.6	96.4	8.4	96.4 ± 16.9
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	100.5	109.5	107.5	87.2	87.3	106.9	99.8	10.2	99.8 ± 20.4
		25.0	90.4	113.6	85.3	97.2	97.6	117.0	100	12.6	100 ± 25.2
		250	99.4	105.5	92.4	84.9	96.9	107.1	97.7	8.3	97.7 ± 16.6
17	O ₈ CDD	2.50	88.6	112.7	92.5	83.9	103.3	111.9	98.8	12.2	98.8 ± 24.5
		50.0	99.4	111.2	94.2	95.0	96.4	108.1	101	7.2	101 ± 14.5
		500	107.0	104.8	95.7	87.8	103.0	100.5	99.8	7.1	99.8 ± 14.1
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.50	99.0	114.4	101.9	86.2	98.9	114.6	102	10.8	102 ± 21.6
		50.0	100.8	115.8	86.1	91.8	101.7	114.4	102	11.9	102 ± 23.7
		501	100.6	107.2	91.7	85.4	99.3	105.4	98.3	8.3	98.3 ± 16.7

表 2-6 土壤样品加标测试数据汇总表

序号	化合物简称	加标量 (ng/kg)	P_i (%)						$\bar{P}$ (%)	S_P (%)	$\bar{P} \pm 2S_P$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.250	101.3	128.0	82.0	86.0	101.3	118.0	103	17.8	103±35.6
		5.00	98.5	101.7	94.3	89.3	97.6	98.3	96.6	4.3	96.6±8.6
		50.0	99.1	103.0	95.4	93.3	98.6	99.0	98.1	3.3	98.1±6.7
2	1,2,3,7,8-P ₃ CDF	1.25	81.7	127.9	102.8	77.9	104.5	113.2	101	18.9	101±37.9
		25.0	89.3	108.7	87.6	96.2	108.1	110.5	100	10.3	100±20.7
		250	97.2	106.7	94.6	90.5	105.7	101.6	99.4	6.4	99.4±12.8
3	2,3,4,7,8-P ₃ CDF	1.25	115.3	131.2	105.3	86.3	92.5	112.8	107	16.3	107±32.6
		25.0	99.3	118.3	91.3	97.8	98.8	115.1	103	10.7	103±21.4
		250	99.1	109.5	91.7	87.1	101.4	103.3	98.7	8.1	98.7±16.2
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	84.3	120.7	102.7	83.3	93.6	111.6	99.4	15.1	99.4±30.1
		25.0	102.5	115.0	89.9	88.5	103.3	120.4	103	12.9	103±25.8
		250	96.7	102.3	88.5	84.0	100.7	104.0	96.0	8.1	96.0±16.2
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	102.5	125.3	109.6	80.1	107.9	117.2	107	15.4	107±30.8
		25.0	100.0	116.7	86.1	90.2	104.2	113.5	102	12.2	102±24.5
		250	96.4	110.2	92.4	89.0	103.0	102.5	98.9	7.8	98.9±15.6
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	100.9	133.2	108.3	75.7	93.7	121.1	106	20.3	106±40.6
		25.0	97.1	120.4	91.8	92.1	109.9	107.7	103	11.4	103±22.8
		250	97.7	108.4	88.1	83.1	99.5	107.0	97.3	10.1	97.3±20.1
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	95.3	111.1	106.7	89.3	106.0	105.1	102	8.2	102±16.3
		25.0	93.9	108.0	90.8	86.9	107.3	112.8	100	10.7	100±21.4
		250	100.6	104.1	86.8	87.4	98.4	102.4	96.6	7.6	96.6±15.2

序号	化合物简称	加标量 (ng/kg)	P_i (%)						$\bar{P}$ (%)	S_P (%)	$\bar{P} \pm 2S_P$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	88.1	124.3	101.9	77.1	96.7	106.0	99.0	16.1	99.0±32.3
		25.0	101.2	112.6	89.6	89.0	93.2	119.3	101	12.7	101±25.4
		250	98.1	109.6	90.5	86.3	95.9	103.0	97.2	8.4	97.2±16.8
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	99.7	123.9	103.2	91.2	87.5	120.8	104	15.0	104±30.1
		25.0	107.3	116.0	87.7	89.9	99.8	118.2	103	12.9	103±25.8
		250	98.4	103.1	87.0	87.0	101.4	104.8	96.9	8.0	96.9±16.0
10	O ₈ CDF	2.50	96.8	117.5	94.9	82.9	109.9	107.6	102	12.5	102±24.9
		50.0	102.1	109.8	95.2	92.5	95.9	105.4	100	6.7	100±13.4
		500	107.0	104.3	89.4	90.3	107.5	101.9	100.	8.2	100±16.3
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.250	102.7	137.3	78.7	82.0	94.7	129.3	104	24.4	104±48.7
		5.00	101.3	104.2	95.7	92.1	96.9	104.0	99.1	4.9	99.1±9.8
		50.0	102.8	104.0	92.2	92.3	99.8	100.0	98.5	5.1	98.5±10.2
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	105.9	98.7	101.3	90.0	108.4	107.9	102.	7.0	102±14.0
		25.0	102.6	115.6	84.2	87.4	103.2	121.6	102	14.8	102±29.6
		250	99.4	106.2	86.8	80.6	103.2	105.6	97.0	10.7	97.0±21.5
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	90.1	102.3	112.4	84.5	106.3	122.9	103	14.2	103±28.3
		25.0	101.7	103.1	86.7	90.8	101.6	106.3	98.4	7.8	98.4±15.5
		250	100.6	108.3	89.5	85.5	98.1	102.2	97.4	8.4	97.4±16.8
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	89.3	130.8	104.5	84.1	100.3	114.8	104	17.1	104±34.2
		25.0	99.2	118.2	83.2	87.6	102.2	120.6	102	15.3	102±30.7
		250	97.9	109.1	90.0	85.3	99.3	104.0	97.6	8.8	97.6±17.6
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	121.3	133.6	101.6	96.7	111.3	118.9	114	13.6	114±27.2
		25.0	94.2	108.7	87.6	87.4	96.4	111.8	97.7	10.4	97.7±20.8

序号	化合物简称	加标量 (ng/kg)	P_i (%)						$\bar{P}$ (%)	S_P (%)	$\bar{P} \pm 2S_P$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
		250	102.1	107.1	87.7	83.3	97.6	102.9	96.8	9.3	96.8±18.7
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	107.6	123.3	100.1	74.8	100.0	113.7	103	16.5	103±33.0
		25.0	103.1	113.2	90.4	96.4	98.9	107.5	102	8.1	102±16.3
		250	101.0	107.1	82.6	83.5	98.5	105.5	96.4	10.8	96.4±21.5
17	O ₈ CDD	2.50	103.0	127.7	96.3	97.0	107.0	111.9	107.	11.7	107±23.3
		50.0	99.7	109.3	89.6	97.9	100.3	111.8	101	8.1	101±16.2
		500	104.7	102.3	93.5	94.1	100.1	97.9	98.8	4.5	98.8±8.9
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.50	104.5	120.6	101.9	85.5	100.9	115.7	105	12.4	105±24.7
		50.0	100.0	114.1	88.9	91.6	101.8	114.9	102	10.9	102±21.9
		501	99.4	107.1	89.6	85.5	101.1	103.6	97.7	8.4	97.7±16.7

表 2-7 沉积物样品加标测试数据汇总表

序号	化合物简称	加标量 (ng/kg)	P_i (%)						$\bar{P}$ (%)	S_P (%)	$\bar{P} \pm 2S_P$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	0.250	94.7	136.7	82.7	80.0	110.0	119.3	104	22.2	104±44.3
		5.00	96.9	106.2	98.3	91.4	96.2	102.1	98.5	5.1	98.5±10.3
		50.0	100.8	102.8	90.3	91.3	96.3	98.2	96.6	5.0	96.6±10.0
2	1,2,3,7,8-P ₃ CDF	1.25	116.7	126.0	108.7	93.9	103.2	111.6	110	11.1	110±22.1
		25.0	97.8	113.7	85.7	90.9	99.5	119.6	101	13.1	101±26.2
		250	98.3	105.3	88.1	81.7	99.4	103.7	96.1	9.3	96.1±18.6
3	2,3,4,7,8-P ₃ CDF	1.25	91.1	113.9	110.3	84.9	105.7	101.2	101	11.2	101±22.5
		25.0	105.8	111.3	86.4	96.1	99.6	106.6	101	8.9	101±17.9
		250	97.8	110.4	86.8	86.1	104.7	104.1	98.3	10.1	98.3±20.1
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	1.25	109.2	123.9	96.7	84.3	104.0	122.1	107	15.2	107±30.3
		25.0	102.2	116.6	88.2	92.7	100.8	107.5	101	10.2	101±20.3
		250	95.5	102.8	88.1	85.6	103.8	99.9	95.9	7.7	95.9±15.3
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	83.2	130.9	114.4	91.1	95.5	116.3	105	18.2	105±36.3
		25.0	101.2	123.7	85.0	98.0	103.0	115.6	104	13.6	104±27.2
		250	100.9	112.9	92.2	88.7	104.3	103.4	100	8.8	100±17.6
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	1.25	87.3	115.3	104.9	85.7	103.2	108.5	101	11.9	101±23.7
		25.0	102.1	111.6	92.5	91.9	102.5	113.5	102	9.1	102±18.2
		250	101.3	112.9	94.7	86.9	102.7	98.5	99.5	8.7	99.5±17.3
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	1.25	93.7	125.6	100.1	79.1	92.0	117.1	101	17.2	101±34.4
		25.0	106.0	114.6	94.5	84.2	99.8	116.8	103	12.4	103±24.8
		250	96.3	109.6	81.3	82.0	99.4	106.4	95.8	12.0	95.8±23.9

序号	化合物简称	加标量 (ng/kg)	P_i (%)						$\bar{P}$ (%)	S_P (%)	$\bar{P} \pm 2S_P$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	1.25	94.4	137.2	115.9	83.2	96.3	110.5	106	19.2	106±38.4
		25.0	96.0	114.9	86.2	93.3	103.3	113.7	101	11.5	101±23.0
		250	98.2	104.8	91.9	80.5	100.2	106.3	97.0	9.5	97.0±19.1
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	1.25	95.1	126.5	102.7	89.2	105.7	113.3	105	13.3	105±26.6
		25.0	106.1	112.3	90.7	91.7	96.8	116.9	102	11.0	102±21.9
		250	98.5	107.9	91.8	86.9	98.1	102.7	97.6	7.5	97.6±15.0
10	O ₈ CDF	2.50	110.2	118.5	85.3	90.3	116.6	122.5	107	15.7	107±31.3
		50.0	99.2	105.6	90.7	97.7	89.9	103.1	97.7	6.4	97.7±12.8
		500	106.3	102.8	87.7	87.2	103.9	101.6	98.2	8.5	98.2±17.0
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	0.250	96.0	131.3	75.3	81.3	94.0	121.3	99.9	22.1	99.9±44.2
		5.00	100.7	106.6	95.0	91.0	100.4	107.3	100	6.4	100±12.8
		50.0	99.8	106.5	95.5	94.8	99.1	97.7	98.9	4.2	98.9±8.4
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.25	104.9	104.4	104.9	84.3	93.9	104.8	99.5	8.7	99.5±17.3
		25.0	96.8	109.9	89.4	91.0	106.6	110.2	101	9.4	101±18.9
		250	98.6	105.6	88.8	89.9	99.4	101.4	97.3	6.6	97.3±13.2
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.25	87.9	126.5	99.7	79.9	90.1	114.9	99.8	17.8	99.8±35.5
		25.0	102.3	110.4	84.3	83.1	99.1	112.9	98.7	12.7	98.7±25.3
		250	101.6	111.0	91.8	88.6	101.7	104.0	99.8	8.2	99.8±16.4
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	1.25	109.1	126.8	90.3	84.7	93.9	115.6	103	16.4	103±32.8
		25.0	96.1	111.2	88.3	94.8	100.7	116.5	101	10.6	101±21.3
		250	102.6	110.4	88.0	82.6	93.8	103.3	96.8	10.5	96.8±21.0
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	1.25	97.7	131.1	96.7	88.5	109.7	116.3	107	15.5	107±31.1
		25.0	98.4	109.9	91.6	92.4	101.2	111.6	101	8.5	101±16.9

序号	化合物简称	加标量 (ng/kg)	P_i (%)						$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
		250	96.6	105.0	85.4	84.5	102.6	104.4	96.4	9.4	96.4 ± 18.7
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	1.25	78.4	104.7	114.9	80.5	103.6	110.3	98.7	15.5	98.7 ± 31.0
		25.0	102.7	114.2	86.8	98.5	102.1	108.4	102	9.3	102 ± 18.6
		250	99.8	105.6	97.1	85.4	102.9	104.1	99.2	7.4	99.2 ± 14.8
17	O ₈ CDD	2.50	100.7	120.3	80.1	82.9	107.3	111.9	101	16.1	101 ± 32.1
		50.0	96.2	108.2	91.3	98.0	92.7	104.3	98.4	6.6	98.4 ± 13.2
		500	107.3	101.4	94.9	87.6	104.7	98.8	99.1	7.1	99.1 ± 14.3
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	2.50	97.4	118.4	101.8	84.6	99.2	110.1	102	11.5	102 ± 23.1
		50.0	101.3	111.7	89.3	92.5	102.1	110.6	101	9.1	101 ± 18.2
		501	98.8	108.1	89.0	87.6	101.3	102.3	97.9	8.0	97.9 ± 16.0

表 2-8 有证标准物质测试数据汇总表

序号	化合物简称	WMS-01	测定结果						$\overline{RE}$ (%)	S_{RE} (%)	$\overline{RE} \pm 2S_{RE}$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
1	2,3,7,8-T ₄ CDF	平均值 (ng/kg)	57.40	55.87	57.63	51.87	55.48	54.95	5.8	4.0	5.8±8.0
		RE_i (%)	9.33	6.41	9.77	-1.21	5.68	4.67			
2	1,2,3,7,8-P ₅ CDF	平均值 (ng/kg)	11.88	11.92	14.28	10.75	12.95	12.78	-1.4	9.5	-1.4±19.0
		RE_i (%)	-5.69	-5.42	13.36	-14.68	2.78	1.46			
3	2,3,4,7,8-P ₅ CDF	平均值 (ng/kg)	17.57	16.13	15.95	19.95	15.17	15.35	-9.8	9.8	-9.8±19.6
		RE_i (%)	-5.05	-12.79	-13.78	7.84	-18.02	-17.03			
4	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	平均值 (ng/kg)	59.40	60.48	61.30	72.84	56.83	60.62	-8.0	8.3	-8.0±16.6
		RE_i (%)	-11.74	-10.13	-8.92	8.23	-15.55	-9.92			
5	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	平均值 (ng/kg)	18.02	21.48	19.55	20.58	18.47	19.98	-3.1	6.4	-3.1±12.8
		RE_i (%)	-11.25	5.83	-3.69	1.40	-9.03	-1.56			
6	2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	平均值 (ng/kg)	14.78	15.65	15.25	16.20	14.52	16.37	-3.4	4.7	-3.4±9.4
		RE_i (%)	-7.60	-2.19	-4.69	1.25	-9.27	2.29			
7	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	平均值 (ng/kg)	3.83	3.57	3.62	3.25	4.00	3.33	34	10.7	34±21.4
		RE_i (%)	43.03	33.08	34.95	21.27	49.25	24.38			
8	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	平均值 (ng/kg)	294.43	312.15	306.70	334.37	303.13	305.08	3.4	4.5	3.4±9.0
		RE_i (%)	-1.53	4.40	2.58	11.83	1.38	2.03			
9	1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	平均值 (ng/kg)	14.72	15.98	14.73	16.38	14.45	16.72	2.6	6.5	2.6±13.0
		RE_i (%)	-2.54	5.85	-2.43	8.50	-4.30	10.71			
10	O ₈ CDF	平均值 (ng/kg)	548.62	467.88	453.16	552.14	586.86	548.90	3.4	10.4	3.4±20.8
		RE_i (%)	7.78	-8.08	-10.97	8.48	15.30	7.84			
11	2,3,7,8-T ₄ CDD	平均值 (ng/kg)	16.97	18.38	16.28	18.67	17.84	19.74	1.6	7.0	1.6±14.0

序号	化合物简称	WMS-01	测定结果						$\overline{RE}$ (%)	S_{RE} (%)	$\overline{RE} \pm 2S_{RE}$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
		RE_i (%)	-4.14	3.86	-8.00	5.46	0.80	11.52			
12	1,2,3,7,8-P ₅ CDD	平均值 (ng/kg)	7.40	8.05	6.67	7.25	8.62	9.17	-1.3	11.7	-1.3±23.4
		RE_i (%)	-7.04	1.13	-16.25	-8.92	8.25	15.16			
13	1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	平均值 (ng/kg)	8.30	8.45	8.58	8.52	8.35	7.70	-4.0	3.7	-4.0±7.4
		RE_i (%)	-4.16	-2.42	-0.89	-1.66	-3.58	-11.09			
14	1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	平均值 (ng/kg)	21.13	20.40	19.10	19.60	21.18	19.73	-2.9	4.1	-2.9±8.2
		RE_i (%)	1.60	-1.92	-8.17	-5.77	1.84	-5.13			
15	1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	平均值 (ng/kg)	18.33	14.73	17.53	15.65	17.22	17.85	-2.4	8.1	-2.4±16.2
		RE_i (%)	5.97	-14.84	1.35	-9.54	-0.48	3.18			
16	1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	平均值 (ng/kg)	299.37	300.10	298.98	317.52	303.68	301.18	3.6	2.4	3.6±4.8
		RE_i (%)	2.17	2.42	2.04	8.37	3.65	2.79			
17	O ₈ CDD	平均值 (ng/kg)	2077.42	1952.18	2097.08	2062.97	2239.03	1737.10	6.8	8.9	6.8±17.8
		RE_i (%)	9.40	2.80	10.43	8.63	17.91	-8.53			
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	平均值 (ng/kg)	58.88	59.84	57.32	62.95	59.02	61.21	-1.2	3.3	-1.2±6.6
		RE_i (%)	-2.83	-1.24	-5.40	3.90	-2.58	1.02			

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根据表 1-52～表 1-75，提取内标各化合物回收率范围见表 2-9。

表 2-9 提取内标回收率汇总表

序号	提取内标	回收率范围 (%)
1	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDF	29.6～148
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDF	26.7～156
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P ₅ CDF	23.6～150
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDF	39.0～131
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDF	41.0～129
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	33.4～134
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	33.9～131
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	28.7～142
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	27.7～136
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T ₄ CDD	39.5～147
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P ₅ CDD	25.8～158
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	37.1～138
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	39.1～129
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	31.5～139
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O ₈ CDD	21.0～152

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 方法检出限和测定下限

当样品取样量为 10 g，定容体积为 30 μl 时，2,3,7,8-氯代二噁英类的方法检出限为 0.08 ng/kg～0.7 ng/kg，测定下限为 0.32 ng/kg～2.8 ng/kg。具体结果见表 2-1。

3.2 方法精密度

6家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类 0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg，五氯代～七氯代二噁英类 1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg，八氯代二噁英类 2.50 ng/kg、50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg 的空白石英砂样品进行 6 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类的实验室内相对标准偏差分别为 5.2%～37%、1.6%～19%和 1.6%～13%；实验室间相对标准偏差分别为 7.9%～21%、6.4%～15%和 4.2%～11%；重复性限分别为 0.09 ng/kg～1.1 ng/kg、0.59 ng/kg～11 ng/kg 和 5.0 ng/kg～90 ng/kg；再现性限分别为 0.16 ng/kg～1.5 ng/kg、1.0 ng/kg～15 ng/kg

和 7.4 ng/kg~147 ng/kg。二噁英类毒性当量质量分数的实验室内相对标准偏差分别为 3.9%~8.4%、1.1%~5.4%和 0.92%~4.0%；实验室间相对标准偏差分别为 11%、12%和 8.5%；重复性限分别为 0.4 ng TEQ/kg、4.3 ng TEQ/kg 和 40 ng TEQ/kg；再现性限分别为 0.8 ng TEQ/kg、17 ng TEQ/kg 和 122 ng TEQ/kg。

6 家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类 0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg，五氯代~七氯代二噁英类 1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg，八氯代二噁英类 2.50 ng/kg、50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg 的土壤样品进行 6 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类的实验室内相对标准偏差分别为 5.1%~34%、1.8%~15%和 1.9%~12%；实验室间相对标准偏差分别为 6.9%~23%、4.5%~15%和 3.4%~11%；重复性限分别为 0.08 ng/kg~1.2 ng/kg、0.74 ng/kg~9.1 ng/kg 和 4.8 ng/kg~72 ng/kg；再现性限分别为 0.15 ng/kg~1.4 ng/kg、0.90 ng/kg~14 ng/kg 和 6.4 ng/kg~132 ng/kg。二噁英类毒性当量质量分数的实验室内相对标准偏差分别为 3.4%~11%、2.3%~3.9%和 0.77%~2.7%；实验室间相对标准偏差分别为 11%、11%和 8.6%；重复性限分别为 0.5 ng TEQ/kg、4.9 ng TEQ/kg 和 27 ng TEQ/kg；再现性限分别为 0.9 ng TEQ/kg、16 ng TEQ/kg 和 120 ng TEQ/kg。

6 家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类 0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg，五氯代~七氯代二噁英类 1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg，八氯代二噁英类 2.50 ng/kg、50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg 的沉积物样品进行 6 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类的实验室内相对标准偏差分别为 4.2%~34%、2.2%~17%和 1.4%~11%；实验室间相对标准偏差分别为 8.7%~22%、5.2%~13%和 4.3%~12%；重复性限分别为 0.10 ng/kg~1.2 ng/kg、0.66 ng/kg~11 ng/kg 和 5.8 ng/kg~83 ng/kg；再现性限分别为 0.18 ng/kg~1.5 ng/kg、0.98 ng/kg~13 ng/kg 和 8.0 ng/kg~141 ng/kg。二噁英类毒性当量质量分数的实验室内相对标准偏差分别为 4.1%~9.7%、2.4%~4.1%和 0.73%~3.2%；实验室间相对标准偏差分别为 11%、9.0%和 8.2%；重复性限分别为 0.5 ng TEQ/kg、5.1 ng TEQ/kg 和 35 ng TEQ/kg；再现性限分别为 0.9 ng TEQ/kg、14 ng TEQ/kg 和 117 ng TEQ/kg。

3.3 方法正确度

6 家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类 0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg，五氯代~七氯代二噁英类 1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg，八氯代二噁英类 2.50 ng/kg、50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg 的空白石英砂样品进行 6 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类的加标回收率范围分别为 70.0%~129%、81.4%~128%和 82.7%~115%；加标回收率最终值分别为 98.8%±24.4%~108%±21.2%、97.2%±20.0%~106%±31.6%和 96.4%±16.8%~99.9%±17.8%。二噁英类毒性当量质量分数的加标回收率范围分别为 86.2%~115%、86.1%~116%和 85.4%~107%；加标回收率最终值分别为 102%±21.6%、102%±23.8%和 98.3%±16.6%。

6 家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类 0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg，五氯代~七氯代二噁英类 1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg，八氯代二噁英类 2.50 ng/kg、

50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg 的土壤样品进行 6 次重复测定。2,3,7,8-氯代二噁英类的加标回收率范围分别为 74.8%~137%、83.2%~122%和 80.6%~110%；加标回收率最终值分别为 $99.0\% \pm 32.2\%$ 、 $114\% \pm 27.2\%$ 、 $96.6\% \pm 8.6\%$ ~ $103\% \pm 25.8\%$ 和 $96.0\% \pm 16.2\%$ ~ $100\% \pm 16.4\%$ 。二噁英类毒性当量质量分数的加标回收率范围分别为 85.5%~121%、88.9%~115%和 85.5%~107%；加标回收率最终值分别为 $105\% \pm 24.8\%$ 、 $102\% \pm 21.8\%$ 和 $97.7\% \pm 16.8\%$ 。

6 家实验室分别对加标质量分数为四氯代二噁英类 0.250 ng/kg、5.00 ng/kg、50.0 ng/kg，五氯代~七氯代二噁英类 1.25 ng/kg、25.0 ng/kg、250 ng/kg，八氯代二噁英类 2.50 ng/kg、50.0 ng/kg、500 ng/kg，对应加标毒性当量质量分数为 2.50 ng TEQ/kg、50.0 ng TEQ/kg、501 ng TEQ/kg 的沉积物样品进行 6 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 75.3%~137%、83.1%~124%和 80.5%~113%；加标回收率最终值分别为 $98.7\% \pm 31.0\%$ ~ $110\% \pm 22.2\%$ 、 $97.7\% \pm 12.8\%$ ~ $104\% \pm 27.2\%$ 和 $95.8\% \pm 24.0\%$ ~ $100\% \pm 17.6\%$ 。二噁英类毒性当量质量分数的加标回收率范围分别为 84.6%~118%、89.3%~112%和 87.6%~108%；加标回收率最终值分别为 $102\% \pm 23.0\%$ 、 $101\% \pm 18.2\%$ 和 $97.9\% \pm 16.0\%$ 。

6 家实验室分别对有证标准物质进行 6 次重复测定 2,3,7,8-氯代二噁英类的相对误差范围为-18%~49%；相对误差最终值为 $-9.8\% \pm 19.6\%$ ~ $34\% \pm 21.4\%$ 。二噁英类毒性当量质量分数的相对误差范围为-5.4%~3.9%；相对误差最终值为 $-1.2\% \pm 6.6\%$ 。

3.4 质控回收率范围

统计 6 家验证实验室，提取内标各化合物回收率范围见表 2-9。实际样品加标回收率范围为 70.0%~137%。

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		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				
标准主编单位		浙江省生态环境监测中心				
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						
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
1	标准文本	建议补充方法检出限确认过程。	水利部国际合作与科技公司	原则采纳。方法检出限确认过程已在编制说明中详细说明，标准文本的要素按照《环境监测分析方法制订技术导则》（HJ 168-2020）的要求进行，不再赘述。		在方法的编制说明 7.4.1 中明确了检出限的确认过程和试验方法，并说明了经过验证后方法检出限满足 HJ168 相关规定。
2	标准文本 7.2	建议在 7.2 样品的制备中明确干燥后的样品研磨过筛对筛网的目数要求。	水利部国际合作与科技公司	原则采纳。标准文本中 7.2 中对于样品的过筛要求参照 HJ/T 166、GB 17378.5、HJ 442.4 相关要求，其中 HJ/T 166 中规定用于农药或有机质、全氮量等项目分析的样品需过 60 目筛；GB 17378.5 中规定供测定油类、有机碳、有机氯农药及多氯联苯的分析样品需过 80 目筛；HJ 442.4 中规定有机物样品的制备需过 80 目金属筛，二噁英类		具体见修订后的编制说明 5.6.2 章节。

				样品过筛目数可参照以上要求进行。编制说明“5.6.2 样品的制备”的小节已详细说明。		
3	标准文本 前言规范性引用文件 术语和定义	1、调整前言格式。其中，第1段应为起草文件依据，目前的写法像引言；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“本文件”；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修改。 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。”	自然资源部科技发展司	未采纳。本生态环境监测分析方法标准严格按照 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。与最新发布的现行生态环境监测分析方法标准保持一致，考虑到生态环境监测标准体系的规范性、延续性和一致性，保留原表述。		
4	标准文本 11	关于 11 部分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。根据 HJ 168-2020 “8.18 质量保证和质量控制”小节中，基体加标样品是正确度控制指标的一种，已将基体加标手段删除，采用有证标准物质对正确度进行控制。	每批次样品(少于 20 个)应至少测定 1 个基体加标样品或者有证标准物质。2,3,7,8-氯代二噁英类的基体加标样品回收率范围为 50%~150%，二噁英类毒性当量质量分数的基体加标样品回收率范围为	每 20 个样品或每批次样品(少于 20 个)至少分析 1 个土壤或沉积物有证标准物质，有证标准物质的测定结果应在其证书提供的参考值范围内。

					70%~130%，有证标准物质的测定结果应在其证书提供的参考值范围内。	
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						
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
5	标准文本 6	关于 6 仪器和设备，建议本章节二级标题格式统一。	中国环境科学研究院	采纳。		已将本章节二级标题格式统一。
6	标准文本 6.3.1	关于 6.3.1，建议本章节四级标题格式统一。	中国环境科学研究院	采纳。		已将本章节四级标题格式统一。
7	标准文本 11.9	关于 11.9 正确度测定，建议修改为“每批次(少于 20 个)应至少测定 1 个基体加标样品或者有证标准物质。……	中国环境科学研究院	原则采纳。	每批次应至少测定 1 个基体加标样品或者有证标准物质。	每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）至少分析 1 个土壤或沉积物有证标准物质，有证标准物质的测定结果应在其证书提供的参考值范围内。同时在文本编制说明进行了基体加标的说明。
8	标准文本 7.2	“7.2 样品的制备”中，建议明确样品制样目数。	天津市生态环境局	原则采纳。标准文本中 7.2 中对于样品的过筛要求参照 HJ/T 166、GB 17378.5、HJ 442.4 相关要求，其中 HJ/T 166 中规定用于农药或有机质、全氮量等项目分析的样品需过 60 目筛；GB 17378.5 中规定供测定油类、有机碳、有机氯农药及多氯联苯的分析样品需过 80 目筛；HJ 442.4 中规定有机物样品的制备需过 80 目金属筛，二噁英类样品过筛目数可参照以上要求进行。编制说明“5.6.2 样品的制备”的小节已详		具体见修订后的编制说明 5.6.2 章节。

				细说明，标准文本中未明确指明筛子的目数，可根据样品类别选择参考的标准方法选择制样目数，若后续引用标准有修订，也不影响本标准的使用。		
9	标准文本 9.4.4	“9.4.4 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改了表述方式。	测定结果小数点后位数应与检出限一致，最多保留 3 位有效数字。	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。
10	标准文本 11.4	“11.4 标准曲线”中，建议删除标准曲线使用期限，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。		
11	标准文本 11.5	“11.5 连续校准”中，建议明确连续校准内标质量变化是否也需在±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。	选择中间质量浓度的二噁英类校准溶液，按一定周期或频次（每 24 h 或每批样品测定至少 1 次）测定，测定结果峰面积应不低于初始标准	选择中间质量浓度的二噁英类校准溶液，按一定周期或频次（每 24 h 或每批样品测定至少 1 次）测定，目标化合物及内标的测定结果峰面积应不低于初始标准曲线在该点峰面积的

					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。	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。
12	标准文本 11.6	“11.6 进样内标确认”中，建议删除此项，标准中未明确样品中内标浓度是否需与校准曲线中一致，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。11.6 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，重新测定。		
13	标准文本 11.9	“11.9 正确度测定”中，建议删除基体加标，提取内标回收率可以指征样品正确度，建议降低有证标准物质分析频次（如 3 个月一次），二噁英土壤和沉积物样品通常每批次样品数不多质控过多增加成本。	天津市生态环境局	采纳。标准文本中已删除基体加标相关质控要求，但为保证对每批次样品的分析过程把控，保留有证标准物质的正确度控制指标要求。	每批次样品（少于 20 个）应至少测定 1 个基体加标样品或者有证标准物质。2,3,7,8-氯代二噁英类的基体加标样品回收率范围为 50%~150%，二噁英类毒性当量质量分数的基体加标样品回收率范围为 70%~130%，有证标准物质的测定结果应在其证书提供的参考值范围内。	每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）至少分析 1 个土壤或沉积物有证标准物质，有证标准物质的测定结果应在其证书提供的参考值范围内。
14	标准文本 5	“5 试剂和材料”，建议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		

				需进行配制与稀释，可根据样品实际情况自行选择浓度或自行配制。引语中已说明“除非另有说明，分析时均用符合国家标准分析纯试剂”，氢氧化钠为分析纯。		
15	标准文本 11.4	“11.4 标准曲线”，建议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，只需对平均相对响应因子的相对标准偏差进行要求，已在 11.4 中规定平均相对响应因子相对标准偏差不大于 20%。		
16	标准文本 5.30、5.31、5.32 和 5.33	5.30、5.31、5.32 和 5.33 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，干燥器种类也不一致，很难明确统一的保存时间，建议各实验室在使用硅胶前处理时，采用标准品或有证标准物质进行确认。编制说明中做了说明。		编制说明中增加了“原则上密封干燥较好的活化硅胶可以保存较长时间，但实验室如发现内标回收率出现问题，应将硅胶、酸性硅胶、碱性硅胶、氧化铝等的活性进行排除，确认有问题后需重新配置。”
17	标准文本 9.4.2	“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）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”。	陕西省生态环境厅	采纳。若未检出时检出限按照 1/2 计算毒性当量与目前国内现行监测技术规范之间存在不一致的情况，且会导致计算结果偏高。 《土壤环境监测技术规范》(HJ/T 166-2004)“11.3 结果表示”小节中规定低于分析方法检出限的测定	若质量分数低于方法检出限，则以 0 计算毒性当量质量分数。	若质量分数低于方法检出限，则以 0 计算毒性当量质量分数，有特别指明，可以 1/2 方法检出限计算毒性当量质量分数。

				结果以“未检出”报出，参加统计时按二分之一最低检出限计算。但《污水监测技术规范》（HJ 91.1-2019）“9.7 监测数据的处理”小节中明确规定，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。根据目前监测技术规范制修订情况，同时考虑二噁英类四个标准一致性，将标准修订为“若质量分数低于方法检出限，则以 0 计算毒性当量质量分数，有特别指明，可以 1/2 计算毒性当量质量分数。”		
18	标准文本 7.4.3.2	“7.4.3.2 凝胶渗透色谱(GPC)净化”小节中，使用的流动相仅限二氯甲烷。建议增加“在满足本方法质量控制要求的情况下，可使用其他类型流动相以实现凝胶渗透色谱(GPC)净化”	陕西省生态环境厅	原则采纳。文本的 7.4.3.8 中原则上已经将其方法或者方式涵盖了，但建议按照标准文本给出溶剂进行使用。		具体见标准文本的 7.4.3.8
19	标准文本 11.7	“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	原则采纳。提取内标回收率的范围确定严格按照 HJ168-2020 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。修订后提取内		具体见编制说明的提取内标回收率一节说明文字。

				标回收率范围与 HJ 77.4-2008、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，设置范围基本合理。		
20	标准文本表 I.1	“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?建议明确。如是总量，建议将其作为报告可选项目	陕西省生态环境厅	采纳。HJ 77.1 修订的标准文本中的“3 术语和定义”小节中已经对“18-26”行的化合物简称进行定义说明。该部分结果对样品的二噁英类的数据结果合理性判断起到重要依据，需保留，可作为报告的可选项目。		表 I.1 报告格式示例中进行脚注： ^a 可选项目。
21	标准文本表 F.1	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 -1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD 监测离子峰面积之和计算得来。”	陕西省生态环境厅	采纳。	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。	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。
22	标准文本 3	建议进一步核实“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。HJ 77.4-2008 中采用的定容方式为“添加进样内标，加入壬烷定容至适当体积”，标准文本中仍采该表达方式，编制说明中将其余定容方式补充。	7.4.4 浓缩定容 ……添加进样内标（5.23），加入壬烷（5.6）或甲苯（5.3），定容至 20 μl~50 μl，将定容后的样品混匀后转移至样品瓶中，待测。	7.4.4 上机样品的制备 将浓缩后的淋洗液（7.4.3.5、7.4.3.6 或 7.4.3.7）用浓缩装置（6.4.5）进一步浓缩至近干。添加进样内标（5.23），用壬烷（5.6）或甲苯（5.3）将样品制备至 10 μl~50 μl，待测。
23	标准文本 3	“土壤和沉积物样品中二噁英类的提取、净化、分离及仪器分析流程参见附录 B”此句话并未涉及方法原理内容，建议进一步调整文字结构。	中国环境监测总站	未采纳。方法原理包含了方法的基本原理、方法特征及主要步骤。“土壤和沉积物样品中二噁英类的提取、净化、分离及仪器分析流程参见附录 B”作		

				为主要步骤，放在方法原理中，较为合适。		
24	标准文本 5	建议将“5.24 全氟煤油（PFK）”和“5.25 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	原则采纳。“5.24 全氟煤油（PFK）”和“5.25 全氟三丁胺（PFTBA）”为两种不同的化学试剂，应分开列出。	5.24 全 氟 煤 油（PFK） 5.25 全 氟 三 丁 胺（PFTBA）	5.24 质量校准物质全氟煤油（PFK） 5.25 质量校准物质全氟三丁胺（PFTBA）
25	标准文本 5.34、5.35	建议进一步明确“5.34 氧化铝”“5.35 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 5.35 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。近年来有超活性氧化铝粉末及活性炭分散硅胶商品进行销售，可以不需要进行活化处理。因此文本中增加了推荐购买市售商品，并根据商品说明操作。		
26	标准文本 5	建议进一步核实“5.36 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“6.6 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	原则采纳。已进一步核实名称的准确性。5.36 样品自动净化柱是为配套 6.6 样品自动净化系统使用的净化柱，手工或其他方式纳入 7.4.3.8 其他净化分离方法。		具体见 7.4.3.8 其它净化分离方法。
27	标准文本 6.3.2.4	6.3.2.4 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	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		

		分辨率的范围。		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%峰谷定义分辨率严于 10%峰谷定义。标准文本中提及的分辨率为 10%峰谷定义。与原标准中对于的动态分辨率大于 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，本标准均采用动态分辨率。		
28	标准文本 7.1	水系沉积物的采样目前除参考 HJ 494 外，具体操作过程仍参考 HJ 91、GB 17378.3 等标准，建议本段内容不要区分地表水和海洋。	中国环境监测总站	采纳。	水系沉积物样品按照 HJ 494 和 HJ 916 的相关要求采集，海洋沉积物样品按照 GB 17378.3 和 HJ 442.4 的相关要求采集。	沉积物样品按照 HJ/T91、HJ 494、HJ 916、GB 17378.3 和 HJ 442.4 的相关要求采集。
29	标准文本 7.2	为便于操作，建议文本中明确样品制备研磨筛分的具体目数，并说明其来源。	中国环境监测总站	原则采纳。标准文本中 7.2 中对于样品的过筛要求参照 HJ/T 166、GB 17378.5、HJ 442.4 相关要求，其中 HJ/T 166 中规定用于农药或有机质、全氮量等项目分析的样品需过 60 目筛；GB 17378.5 中规定供测定油类、有机碳、有机氯农药及多氯联苯的分析样品需过 80 目筛；HJ 442.4 中规定有机物样品的制备需		具体见修订后的编制说明 5.6.2 章节。

				过 80 目金属筛，二噁英类样品过筛目数可参照以上要求进行。编制说明“5.6.2 样品的制备”的小节已详细说明，标准文本中未明确指明筛子的目数，可根据样品类别选择参考的标准方法选择制样目数，若后续引用标准有修订，也不影响本标准的使用。		
30	标准文本 7.4.2.1	盐酸处理采用石英纤维滤筒，实际操作中由于浸泡及不同厂家质量不同等原因，会出现滤筒纤维成片脱落及穿孔现象，在索氏提取中产生大量白色絮状物，在后续旋蒸、定容操作中产生干扰。实际上，在烧杯或其他玻璃器皿中酸化，再进行布氏漏斗过滤更易操作，因此建议在编制说明中将使用滤筒的操作作为推荐方法。	中国环境监测总站	原则采纳。若石英滤筒出现该现象，则不符合二噁英耗材使用要求，建议更换滤筒品牌及批次，使用无胶滤筒，如 Ahlstrom-Munksj。		在编制说明中做了说明，明确为若样品含有碳状物，需用盐酸处理。
31	标准文本 7.4.2.2、7.4.2.3	建议将此两节中的浓缩操作作为单独的小节提出。主要原因为一是索氏提取本身不含有浓缩过程；二是部分加压流体萃取装置含有浓缩的功能，合并在一起会有商业误导倾向；三是便于与 7.4.3.1 衔接。	中国环境监测总站	未采纳。根据 HJ 1290-2023 及 HJ 1243-2022 中提取过程中均包含浓缩步骤，不存在误导倾向，若单独列一小节，过于累赘。		
32	标准文本 7.4.2.3	进行加压流体萃取时，不建议添加无水硫酸钠。无水硫酸钠的结晶，易堵塞管路；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。加压流体萃取时需添加无水硫酸钠或硅藻土充盈萃取池，避免仪器报错漏液，由于土壤样品含有一定水分，无水硫酸钠在一定程度上起到脱水作用，进而提高萃取效率。在编制说明中说明加压流体萃取相关注意事项可参照《土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法》HJ783-2016 中 8 注意事		已经在编制说明的仪器设备中注明。

				项小节。		
33	标准文本 7	建议进一步补充定容和样品分割的相关内容。	中国环境监测总站	采纳。已在标准文本 7.4.1 中补充相关内容。土壤和沉积物样品已按 HJ/T 166 和 GB 17378.3 的要求制备和留样,可进行全量分析,取样量可根据样品类型、干扰程度、污染物含量及萃取方法调整,对于高浓度样品,可适当减少取样量或按一定比例分割提取液,并调整提取内标添加量。		具体见 7.4.1 的注。
34	标准文本 7.4.3	建议进一步完善除硫部分的文字表述,如除硫操作应是对分割后需净化的样品进行,同时若除硫过程对样品体积有要求(如小于 50 ml),需进一步明确。	中国环境监测总站	原则采纳。标准文本 7.4.3.1 中已明确除硫相关要求。但对于土壤中二噁英的测试来说,由于土壤样品量较多且可以多次进行提取分析,不需要类似于废气等样品因不能重现而需要保留提取液,因此,本方法没有将样品的提取液分割作为必选项,只是在 7.4.1 当中对于高浓度样品的处理提到了适当减少样品量或者分割提取液。因此本方法的除硫就是对 7.4.2 提取液进行处理,也就是在浓缩至 1-2ml 后,增加 50ml 左右溶剂。如果实验室必须对样品进行分割,那么也是在分割的溶液中添加 50ml 左右的溶剂,与现有的处理流		

				程没有矛盾。		
35	标准文本 7.4.3.2	GPC 净化除采用仪器净化外，也可采用手工柱净化，可实现与 GPC 设备同样的净化效果，因此建议在“注”中补充，可采用其他等效方法相关的字样。	中国环境监测总站	原则采纳。已在 7.4.3.8 其他净化分离方法中规定。可以使用其他方法或装置等进行样品的净化分离处理。使用前应用有证标准物质或标准溶液进行净化和分离效果试验，并确认满足本方法质量保证和质量控制的要求。		
36	标准文本 7.4.3.3~7.4.3.6	各填充柱净化的步骤中，建议均增加“在满足本方法质量控制要求的情况下，可使用其他填充方法”或其他等效说明。实际上，各实验室根据不同样品，在进行二噁英净化过程中使用填充柱的尺寸、类型、填料的种类、填充量等各不相同，但只要能满足质控要求，均应允许使用。	中国环境监测总站	原则采纳。已在 7.4.3.8 其他净化分离方法中规定。可以使用其他方法或装置等进行样品的净化分离处理。使用前应用有证标准物质或标准溶液进行净化和分离效果试验，并确认满足本方法质量保证和质量控制的要求。		
37	标准文本 7.4.4	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容的方法不作唯一的规定。	中国环境监测总站	采纳。将“浓缩定容”修改为“上机样品制备内容”，并在编制说明中进行补充其他定容方法。		
38	标准文本 8.2.2	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。实际上 8.2.2 的内容在后续的定量部分也未使用，因此该部分内容建议删除。	中国环境监测总站	未采纳。平均相对响应因子需要至少 5 个非零质量浓度梯度的校准溶液作为标准曲线拟合相对响应因子。同位素稀释法在待测样品中加入已知浓度的同位素内标物，然后测量目标分析物和内标物的质谱峰面积比值。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。		
39	标准文本 9.1.2	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。	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，故与原标准要求一致。		
40	标准文本 9.3.1	在 DB-5 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 5.8.1 章节表 5-12 中已列出了不同批号色谱柱性能差异。		
41	标准文本 9	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。若未检出时检出限按照 1/2 计算毒性当量与目前国内现行监测技术规范之间存在不一致的情况，且会导致计算结果偏高。 《土壤环境监测技术规范》(HJ/T 166-2004)“11.3 结果表示”小节中规定低于分析方法检出限的测定结果以“未检出”报出，参加统计时按二分之一最低检出限计算。但《污水监测技术规范》(HJ 91.1-2019)“9.7 监测数据的处理”小节中明确规定，	若质量分数低于方法检出限，则以 0 计算毒性当量质量分数。	若质量分数低于方法检出限，则以 0 计算毒性当量质量分数，有特别指明，可以 1/2 方法检出限计算毒性当量质量分数。

				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。根据目前监测技术规范制修订情况，同时考虑二噁英类四个标准一致性，将标准修订为“若质量分数低于方法检出限，则以 0 计算毒性当量质量分数，有特别指明，可以 1/2 计算毒性当量质量分数。”		
42	标准文本 11.4	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。详细结果可见编制说明 5.10.4 小节。		

43	标准文本附录 D	不同品牌的商品柱和净化设备净化过程不同，同时为避免商业宣传，建议删除附录 D 附件内容，只在文本中保留可采用商品柱净化的章节即可。	中国环境监测总站	原则采纳。附录 D 为编制组给定的自动净化设备的参考方法，不注明商品柱内容，但为更好的操作，使用资料性附录补充，且目前市场上相关产品较多，作为一种劳动力替代应建议使用。		
44	编制说明 5.5.3.1	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。在编制说明 5.5.3.1 中增加以下描述：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 、 HJ 1224-2021，名称均为高分辨气相色谱-高分辨质谱法；参考 EPA Method 1613、EPA Method 1668、EPA Method 1614 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。		
45	编制说明 5.10.4	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。		
46	编制说明 5.10.7	编制组提取的内标回收率并未采用验证单位的结果，也未采用原标准的结果，建议进一步补充内标回收率范围确定的依据，若内标回收率范围进行了放宽，请进一步提供放宽的依据；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。提取内标回收率的范围确定严格按照 HJ168-2020 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。修订后提取内标回收率范围与 HJ 77.4-2008、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，设置范围基本合理。		
47	编制说明 2.1.2	建议进一步完善编制说明中文字表达，如将“2.1.2 二噁英类的环境危害及来源”中“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”修改为“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”。	中国环境监测总站	采纳。	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	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
三、生态环境部有关归口业务司局的意见						

48	标准文本 5	建议在“5 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，无需进行配制与稀释，可根据样品实际情况自行选择浓度或自行配制。引语中已说明“除非另有说明，分析时均用符合国家标准分析纯试剂”，氢氧化钠为分析纯。		
49	标准文本 11.4	在“11.4 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，只需对平均相对响应因子的相对标准偏差进行要求，已在 11.4 中规定平均相对响应因子相对标准偏差不大于 20%。		
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						
无						
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	否		
3	生态环境部土壤生态环境司		是	否		
4	生态环境部海洋生态环境司		是	是		
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		
8	自然资源部办公厅		否	否		

9	自然资源部科技发展司	是	是	
10	水利部办公厅	否	否	
11	水利部国际合作与科技司	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	否	
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	
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局	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	
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	否	否	

	境监测与科学研究中心			
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	
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	
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	
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	
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	
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	
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	个人意见（赵开）	是	否	
217	个人意见（高松）	是	否	
218	个人意见（李军）	是	否	

219	个人意见（宋小卫）	是	否	
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：9 家；征求意见数目：49 条；采纳及原则采纳 41 条，占 84%；未采纳 8 条，占 16%。				