

附件 7

《土壤和沉积物 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法（征求意见稿）》  
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

二〇二三年六月

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

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

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、余若祯

生态环境监测司质管处项目负责人：楚宝临

# 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.....	2
2.1	二噁英类的理化性质及环境危害.....	2
2.2	相关生态环境标准和生态环境管理工作的需要.....	7
2.3	现行环境监测分析方法标准的实施情况和存在问题.....	9
3	国内外相关分析方法研究.....	10
3.1	主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究.....	10
3.2	国内相关分析方法研究.....	14
3.3	文献资料研究.....	14
3.4	说明与本方法标准的关系.....	15
4	标准制修订的基本原则和技术路线.....	15
4.1	标准制修订基本原则.....	15
4.2	标准制修订的技术路线.....	16
5	方法研究报告.....	17
5.1	方法研究的目标.....	17
5.2	方法原理.....	19
5.3	干扰和消除.....	19
5.4	试剂和材料.....	20
5.5	仪器设备.....	23
5.6	样品.....	24
5.7	试样的制备.....	34
5.8	分析步骤.....	44
5.9	结果表示与计算.....	56
5.10	质量保证和质量控制.....	105
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.....	113
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 标准实施建议.....	124
11 参考文献.....	124
附件一 方法验证报告.....	128

# 《土壤和沉积物 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-高分辨质谱法（征求意见稿）》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

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，研究制修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。

## 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<sup>[1]</sup>, 二噁英类化合物名称及相应异构体数目见表 2-1。

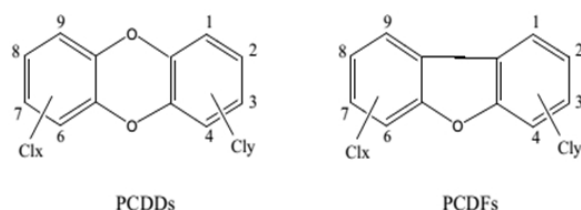


图 2-1 二噁英类的化学结构式

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 <sub>1</sub> CDDs	C <sub>12</sub> H <sub>7</sub> ClO <sub>2</sub>	2
2	二氯代二苯并-对-二噁英	D <sub>2</sub> CDDs	C <sub>12</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	10
3	三氯代二苯并-对-二噁英	T <sub>3</sub> CDDs	C <sub>12</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>3</sub> O <sub>2</sub>	14
4	四氯代二苯并-对-二噁英	T <sub>4</sub> CDDs	C <sub>12</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	22
5	五氯代二苯并-对-二噁英	P <sub>5</sub> CDDs	C <sub>12</sub> H <sub>3</sub> Cl <sub>5</sub> O <sub>2</sub>	14
6	六氯代二苯并-对-二噁英	H <sub>6</sub> CDDs	C <sub>12</sub> H <sub>2</sub> Cl <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	10
7	七氯代二苯并-对-二噁英	H <sub>7</sub> CDDs	C <sub>12</sub> HCl <sub>7</sub> O <sub>2</sub>	2
8	八氯代二苯并-对-二噁英	O <sub>8</sub> CDD	C <sub>12</sub> Cl <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	1
9	多氯代二苯并-对-二噁英	PCDDs	/	75
10	一氯代二苯并呋喃	M <sub>1</sub> CDFs	C <sub>12</sub> H <sub>7</sub> ClO	4
11	二氯代二苯并呋喃	D <sub>2</sub> CDFs	C <sub>12</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>2</sub> O	16
12	三氯代二苯并呋喃	T <sub>3</sub> CDFs	C <sub>12</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>3</sub> O	28
13	四氯代二苯并呋喃	T <sub>4</sub> CDFs	C <sub>12</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>4</sub> O	38
14	五氯代二苯并呋喃	P <sub>5</sub> CDFs	C <sub>12</sub> H <sub>3</sub> Cl <sub>5</sub> O	28
15	六氯代二苯并呋喃	H <sub>6</sub> CDFs	C <sub>12</sub> H <sub>2</sub> Cl <sub>6</sub> O	16
16	七氯代二苯并呋喃	H <sub>7</sub> CDFs	C <sub>12</sub> HCl <sub>7</sub> O	4
17	八氯代二苯并呋喃	O <sub>8</sub> CDF	C <sub>12</sub> Cl <sub>8</sub> 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<sup>[2,3]</sup>。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<sup>[4]</sup>。

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 (°C)	蒸气压 (Pa)	水溶解度 (g/m <sup>3</sup> )	亨利常数 (Pa·m <sup>3</sup> /mol)	正辛醇-水分配系数 (LogK <sub>ow</sub> )	吸附系数 (LogK <sub>oc</sub> )
1	2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	1746-01-6	322	305	2.00×10 <sup>-7</sup>	1.93×10 <sup>-5</sup>	5.07	6.80	6.41
2	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	40321-76-4	356	240	5.90×10 <sup>-8</sup>	1.18×10 <sup>-4</sup>	3.05	6.64	6.25
3	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	39227-28-6	391	273	5.10×10 <sup>-9</sup>	4.42×10 <sup>-6</sup>	2.60	7.80	7.41
4	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	57653-85-7	391	285	4.80×10 <sup>-9</sup>	4.40×10 <sup>-6</sup>	2.60	7.30	6.91
5	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD	19408-74-3	391	243	6.50×10 <sup>-9</sup>	4.40×10 <sup>-6</sup>	2.60	7.30	6.91
6	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	35822-46-9	425	265	7.50×10 <sup>-10</sup>	2.40×10 <sup>-6</sup>	1.77	8.00	7.61
7	O <sub>8</sub> CDD	3268-87-9	460	322	1.10×10 <sup>-10</sup>	7.40×10 <sup>-8</sup>	0.683	8.20	7.81
8	2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	51207-31-9	306	227	2.00×10 <sup>-6</sup>	4.19×10 <sup>-4</sup>	5.42	6.10	5.71
9	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	57117-41-6	340	225	2.30×10 <sup>-7</sup>	2.40×10 <sup>-4</sup>	4.62	6.79	6.40
10	2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	57117-31-4	340	196	3.50×10 <sup>-7</sup>	2.36×10 <sup>-4</sup>	4.62	6.90	6.51
11	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	70648-26-9	375	226	3.20×10 <sup>-8</sup>	8.25×10 <sup>-6</sup>	3.93	7.00	6.61
12	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	57117-44-9	375	232	3.50×10 <sup>-8</sup>	1.77×10 <sup>-5</sup>	3.93	7.00	6.61
13	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	60851-34-5	375	239	2.70×10 <sup>-8</sup>	1.30×10 <sup>-5</sup>	3.93	7.00	6.61
14	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	72918-21-9	375	246	2.40×10 <sup>-8</sup>	1.30×10 <sup>-5</sup>	3.93	7.00	6.61
15	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	67562-39-4	409	236	4.70×10 <sup>-9</sup>	1.35×10 <sup>-6</sup>	3.34	7.40	7.01
16	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	55673-89-7	409	221	6.20×10 <sup>-9</sup>	1.40×10 <sup>-6</sup>	3.34	7.99	7.60
17	O <sub>8</sub> CDF	39001-02-0	444	258	5.00×10 <sup>-10</sup>	1.16×10 <sup>-6</sup>	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 <sub>4</sub> CDD	170	170	550	550	17000	55000
2	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	550	550	550	550	17000	55000
3	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	550	550	1700	1700	55000	55000
4	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	550	550	1700	1700	55000	55000
5	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD	550	550	1700	1700	55000	55000
6	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	550	550	1700	1700	55000	55000
7	O <sub>8</sub> CDD	550	550	5500	5500	55000	55000
8	2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	170	550	550	550	17000	55000
9	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	550	550	550	550	17000	55000
10	2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	550	550	550	550	17000	55000
11	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	550	550	1700	1700	17000	55000
12	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	550	550	1700	1700	17000	55000
13	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	550	550	1700	1700	17000	55000
14	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	550	550	1700	1700	17000	55000
15	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	550	550	1700	1700	17000	55000
16	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	550	550	1700	1700	17000	55000
17	O <sub>8</sub> 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<sup>[5,6]</sup>。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-T<sub>4</sub>CDD)毒性最强。1997 年国际癌症研究中心宣布 2,3,7,8-T<sub>4</sub>CDD 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-T<sub>4</sub>CDD 致肝癌剂量仅需 10 ng/kg (体重)<sup>[7]</sup>。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二噁英类~六氯代二噁英类占总吸收量的 60%~90%<sup>[8,9]</sup>。Jacobson 等<sup>[10]</sup>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) 的亲合性能之比，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 2005 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<sup>[3,11]</sup>。

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)
1	2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	0.1	0.1
2	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	0.05	0.03
3	2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	0.5	0.3
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	0.1	0.1
5	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	0.1	0.1
6	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	0.1	0.1
7	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	0.1	0.1
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	0.01	0.01
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	0.01	0.01
10	O <sub>8</sub> CDF	0.001	0.0003
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	1	1
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	0.5	1
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	0.1	0.1
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	0.1	0.1
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD	0.1	0.1
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	0.01	0.01
17	O <sub>8</sub> CDD	0.001	0.0003

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 <sup>3</sup>
	《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 <sup>3</sup>
	《烧碱、聚氯乙烯工业污染物排放标准》(GB 15581-2016)	0.1 ng TEQ/m <sup>3</sup>
	《危险废物焚烧污染控制标准》(GB 18484-2020)	0.5 ng TEQ/m <sup>3</sup>
	《炼钢工业大气污染物排放标准》(GB 28664-2012)	0.5 ng TEQ/m <sup>3</sup>
	《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 <sup>3</sup>
	《再生铜、铝、铅、锌工业污染物排放标准》(GB 31574-2015)	0.5 ng TEQ/m <sup>3</sup>
	《火葬场大气污染物排放标准》(GB 13801-2015)	遗体火化: 0.5 ng TEQ/m <sup>3</sup> 祭品焚烧: 1.0 ng TEQ/m <sup>3</sup>
	《危险废物焚烧大气污染物排放标准》(DB 11/503-2007)	0.1 ng TEQ/m <sup>3</sup>
	《石油化学工业污染物排放标准》(GB 31571-2015)	0.1 ng TEQ/m <sup>3</sup>
《生活垃圾焚烧大气污染物排放标准》(DB 31/768-2013)	0.1 ng TEQ/m <sup>3</sup>	
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 892-2013)	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
土壤	《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准(试行)》 (GB 36600-2018)	筛选值: 第一类用地 1×10 <sup>-5</sup> mg TEQ/kg; 第二类 用地 4×10 <sup>-5</sup> mg TEQ/kg
		管制值: 第一类用地 1×10 <sup>-4</sup> mg TEQ/kg; 第二类 用地 4×10 <sup>-4</sup> 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<sup>[12]</sup>。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<sup>[13]</sup>。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/m<sup>3</sup>; 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<sup>[14]</sup>。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<sup>[15]</sup>。

## 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，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。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<sup>[16-32]</sup>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/ $\mu$ l~5.0 pg/ $\mu$ l。
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~八氯代的二噁英和呋喃	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 <sup>3</sup> ~450 m <sup>3</sup> 时, 方法检出限为 0.2 pg/m <sup>3</sup> 。
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~八氯代的二噁英和呋喃	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 $\mu$ g/kg~5.0 $\mu$ g/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~八氯代的二噁英和呋喃	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 <sub>4</sub> 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 <sup>3</sup> 时，2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD 的方法检出限为 0.6 pg/m <sup>3</sup> 。
JIS K 0311	排ガス中のダイオキシン類の測定方法	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 <sup>3</sup> 时，2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD 的方法检出限为 0.6 pg/m <sup>3</sup> 。
JIS K 0312	工業用水・工場排水中のダイオキシン類の測定方法	工业废水、污水	2,3,7,8-氯代二噁英类和共平面多氯联苯	样品富集、萃取后，经过硫酸处理，多层硅胶柱或者氧化铝柱、活性炭柱净化分离，采用 HRGC/HRMS 分析。	采样体积为 10 L 时，对 2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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 <sup>3</sup> 时，方法检出限为 0.2 pg/m <sup>3</sup> 。



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	アリル炭化水素受容体結合レポーター遺伝子アッセイ通則—ダイオキシン類の A h R アッセイ	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/LRMS 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, 以加速溶剂萃取法取代耗时较长的索氏提取<sup>[33]</sup>; 在净化流程方面, 任明忠等<sup>[34]</sup>将硫酸磺化和硅胶柱层析两个处理步骤简化为复合硅胶柱一步处理, 将氧化铝柱和弗罗里硅酸镁柱合并为弗罗里硅酸镁-碱性氧化铝柱, 简化后的两步法对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<sup>[35]</sup>在此基本上进一步将以上两步净化流程简化为复合层析柱净化流程, 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<sup>[36]</sup>。

### 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，但不论如何，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。

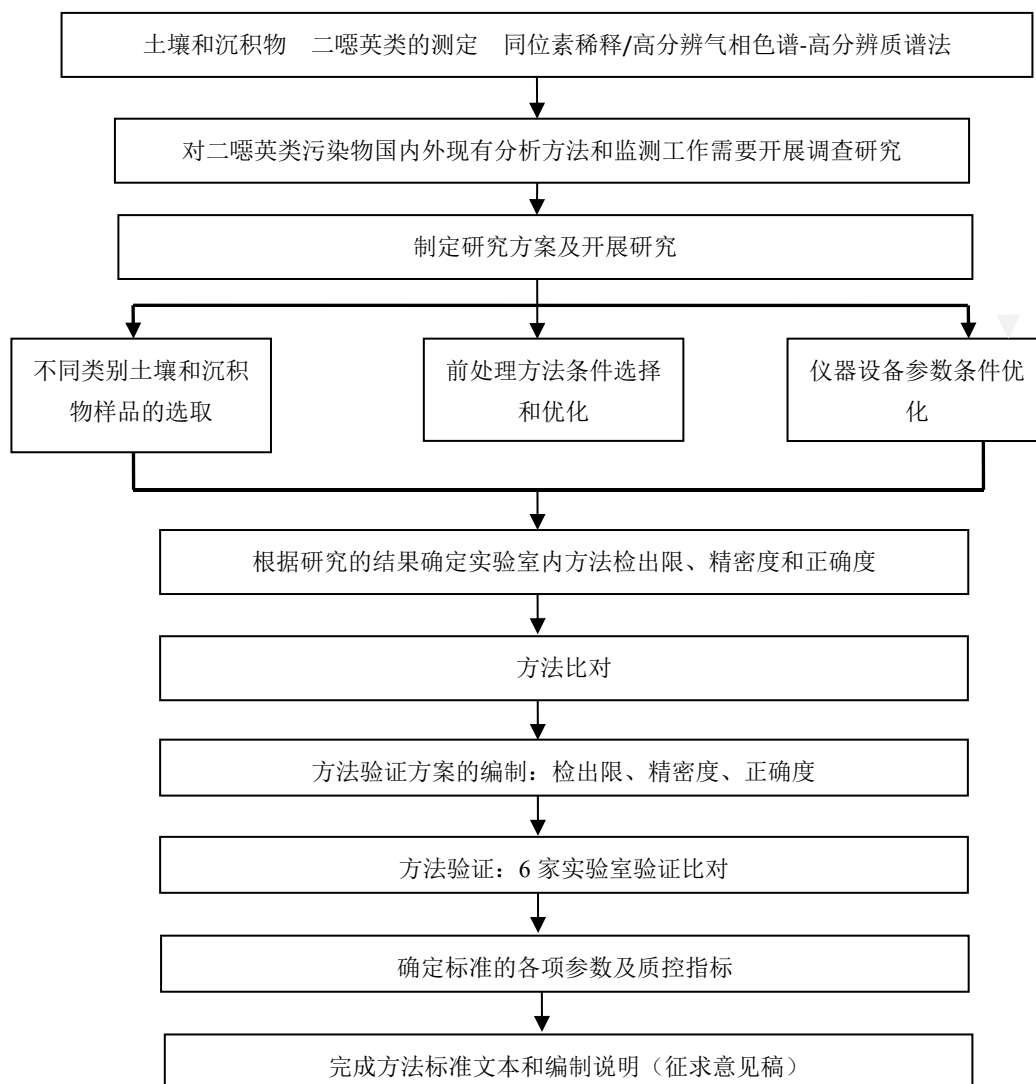


图 4-1 标准制修订的技术路线图

## 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,修改了当实测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。
/	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	13 废物处置 14 注意事项	对废物处置进行明确要求,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  $1 \times 10^{-5}$  mg TEQ/kg（一类用地）和  $4 \times 10^{-5}$  mg TEQ/kg（二类用地），管制值至少应满足等于或低于  $1 \times 10^{-4}$  mg TEQ/kg（一类用地）和  $4 \times 10^{-4}$  mg TEQ/kg（二类用地）。《污染场地风险评估技术导则》（DB 33/T 892-2013）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 10.0 g，定容体积为 30  $\mu$ 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

添加提取内标后，采用索氏提取或加压流体萃取方式对土壤和沉积物中的二噁英类提取，提取液经净化、分离、浓缩等操作后，加入进样内标并定容，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

土壤和沉积物中含有大量干扰二噁英类测定的物质，在样品提取过程中会与二噁英类一并被提取，包括与二噁英类结构和理化性质相似的有机物，如多氯二苯醚、多氯联苯、氯代氧杂蒽、氯代苝基苯醚、混合溴氯代二噁英类、滴滴涕以及甲氧基联苯、羟基二苯醚、多溴二苯醚、多环芳烃、多氯萘等。在二噁英类色谱保留时间  $\pm 3$  s 以内，与其监测离子质量数相近的化合物都可能成为潜在干扰物；在同一质谱采集窗口内，浓度显著高的干扰物会降低二噁英类目标化合物的检测灵敏度。还有一些大分子有机物、单质硫等无机物，会降低色谱柱的分离能力，使色谱峰形变差、基线抬升等。

二噁英类是痕量污染物，消除实验器皿、试剂、材料和样品基质中的干扰物非常必要，保证实验器皿不受污染；按照材料和试剂的相关要求，保证试剂纯度，对材料进行严格的预处理；按照样品净化的相关步骤，利用酸处理、柱层析等手段，可减少或消除大部分干扰物；按照仪器分析的相关设定，利用高分离度的毛细管气相色谱仪配合高分辨磁质谱测定，可降低干扰物对二噁英类测定的影响。在 2,3,7,8-氯代二噁英类中，2,3,4,7,8-P<sub>5</sub>CDF 对毒性当量浓度贡献较大，但与 1,2,3,7,8,9-H<sub>6</sub>CDF 类似，易于与其他同类物共流出，分析时可使用双柱进行核对，例如本标准体系中推荐选择 BPX-DXN 和 RH-12MS 两种型号的色谱柱进行校核。

#### 5.4 试剂和材料

除非另有说明,分析时均用符合国家标准和分析纯试剂,有机溶剂浓缩  $1.0 \times 10^4$  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 ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ): 农残级。

5.4.2 丙酮 ( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ): 农残级。

5.4.3 甲苯 ( $\text{C}_7\text{H}_8$ ): 农残级。

5.4.4 二氯甲烷 ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ): 农残级。

5.4.5 正己烷 ( $\text{C}_6\text{H}_{14}$ ): 农残级。

5.4.6 壬烷 ( $\text{C}_9\text{H}_{20}$ ): 优级纯。

5.4.7 盐酸 ( $\text{HCl}$ ):  $\rho=1.19 \text{ g/ml}$ ,  $w \in [36\%, 38\%]$ , 优级纯。

5.4.8 硫酸 ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ):  $\rho=1.84 \text{ g/ml}$ ,  $w \in [95\%, 98\%]$ , 优级纯。

5.4.9 氢氧化钠 ( $\text{NaOH}$ ): 分析纯。

5.4.10 硝酸银 ( $\text{AgNO}_3$ ): 优级纯。

5.4.11 氯化钠 ( $\text{NaCl}$ ): 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 ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ): 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:  $\rho(\text{NaOH})=40 \text{ g/L}$ 。

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:  $\rho(\text{NaCl})=50 \text{ g/L}$ 。

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:  $\rho(\text{AgNO}_3)=400 \text{ g/L}$ 。

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。

指用壬烷(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,参照标准溶液证书要求保存。

5.4.21 二噁英类校准溶液。

指用壬烷(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,参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，参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，参照标准溶液证书要求保存。

5.4.24 全氟煤油（PFK）：纯度 $\geq 98\%$ 。

市售有证标准溶液，参照标准溶液证书要求保存。

5.4.25 全氟三丁胺（PFTBA）： $\rho=1000 \mu\text{g/ml}$ 。

市售有证标准溶液，参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（ $\rho=0.5 \text{ mg/ml}$ ），参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： $150 \mu\text{m} \sim 178 \mu\text{m}$ （100 目 $\sim$ 80 目）。

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

5.4.30 硅胶： $60 \mu\text{m} \sim 230 \mu\text{m}$ （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 °C 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。

5.4.31 氢氧化钠硅胶： $w(\text{NaOH})=33\%$ 。

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。

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 <sub>4</sub> CDF	56.3 $\pm$ 6.4	7.3	11.4	52.8 $\pm$ 5.4	0.5	10.2	52.5 $\pm$ 16
2	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	14.0 $\pm$ 1.6	11	11.3	13.1 $\pm$ 1.6	3.6	12.7	12.6 $\pm$ 5.0
3	2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	16.0 $\pm$ 1.6	-13	9.7	16.7 $\pm$ 1.3	-9.5	7.6	18.5 $\pm$ 6.1
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	58.5 $\pm$ 2.4	-13	4.1	60.5 $\pm$ 3.0	-10	4.9	67.3 $\pm$ 24
5	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	21.6 $\pm$ 3.9	6.6	18.1	22.7 $\pm$ 3.9	12	17.1	20.3 $\pm$ 8.7
6	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	16.2 $\pm$ 1.8	1.3	11.0	15.9 $\pm$ 2.6	-0.4	16.1	16 $\pm$ 8.0

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 (%)	
7	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> CDF	16.2±1.6	7.0	9.9	17.0±1.4	13	8.0	15.1±4.6
10	O <sub>8</sub> CDF	505±15.9	-0.8	3.2	495±24.3	-2.8	4.9	509±157
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	19.4±2.2	9.8	11.1	20.1±1.9	13	9.3	17.7±5.6
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> CDD	294.8±30.2	0.6	10.3	305.9±22.5	4.4	7.4	293±63
17	O <sub>8</sub> 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。

#### 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,避光保存。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。

#### 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 °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，干燥后保存于密闭玻璃容器中。

#### 5.4.39 石英纤维滤筒。

在 400 °C 下灼烧 6 h，置于干燥器中保存。

#### 5.4.40 氮气：纯度≥99.999%。

#### 5.4.41 氦气：纯度≥99.999%。

### 5.5 仪器设备

5.5.1 采样工具：应符合 HJ/T 166、HJ 494、HJ 442.4 及 GB 17378.3 要求的不锈钢采样铲、采土器或木质采样铲等。

5.5.2 样品容器：应符合 HJ/T 166、HJ 494、HJ 442.4 及 GB 17378.3 要求的棕色玻璃、不锈钢等，容器具备密封功能。

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 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

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 °C。也可使用柱上进样或程序升温大体积进样方式；

b) 柱温箱：具有程序升温功能，可在 50 °C~350 °C 温度区间内进行调节；

c) 色谱柱：60 m（柱长）×0.25 mm（内径）×0.25 μm（膜厚），固定相为改性 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；

d) 载气为：氦气。

#### 5.5.3.2 高分辨质谱仪

高分辨质谱仪参考条件：

a) 高分辨质谱仪为磁质谱，具有气质联机接口，使用温度不低于 280 °C；

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  $1.0 \times 10^4$ （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 $1.2 \times 10^4$ ；

e) 高分辨状态下（动态分辨率大于 $1.0 \times 10^4$ ），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 型号加速溶剂萃取仪）或其他性能相当的提取装置。

5.5.6 样品自动净化系统：对样品自动净化柱具有自动选择不同类别溶剂预淋洗、样品淋洗及淋洗液收集的功能。目前市场上有德国 LC-TECH 公司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  $4\text{ }^\circ\text{C}$  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  $-10\text{ }^\circ\text{C}$  以下避光保存 1 a，样品提取液于  $-10\text{ }^\circ\text{C}$  以下避光保存 1 a。EPA 8290 中要求，土壤样品  $4\text{ }^\circ\text{C}$  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。

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  $^{13}\text{C}_{12}$  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  $^{13}\text{C}_{12}$  标记的 2,3,7,8-氯代二噁英类标准溶液（加标浓度为四氯代二噁英类~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  $^{13}\text{C}_{12}$  标记的 2,3,7,8-氯代二噁英类回收率变化进行观察。 $^{13}\text{C}_{12}$  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  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$  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-氯代二噁英类实测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	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	101±3.3	101±2.3	98.8±3.4	99.5±2.7
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	100±3.0	102±3.0	99.4±4.2	100±3.9
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	102±3.1	101±3.0	98.7±3.3	99.3±2.2
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	99.7±2.4	98.9±3.3	98.3±1.9	101±2.6
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	99.0±2.9	102±3.0	100±3.0	100±2.3
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	101±3.2	99.9±3.2	98.7±3.7	99.6±2.8
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	100±3.3	98.1±1.6	97.3±4.2	99.4±2.6
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	101±2.1	98.0±2.2	99.9±3.8	98.8±3.3
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	102±2.8	101±2.2	97.6±4.6	98.1±3.3
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	99.2±3.7	99.1±2.7	97.6±3.6	99.9±2.3
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	98.8±2.8	99.9±2.8	97.7±4.1	99.0±2.4
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	100±2.8	100±3.0	96.8±3.2	97.7±3.6
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	99.3±2.1	102±2.2	96.5±3.8	99.4±2.8
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	100±2.4	101±1.3	98.0±3.4	99.7±2.2
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O <sub>8</sub> CDD	101±3.7	101±1.9	99.2±2.7	99.6±1.4

由表 5-3 可以发现，新鲜土壤样品保存 1 a 后， $^{13}\text{C}_{12}$  标记的二噁英类回收率变化范围为  $97.7\% \pm 3.6\% \sim 101\% \pm 2.6\%$ ，同组样品间标准偏差较小。说明新鲜土壤采集后，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	化合物简称	$-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下避光保存提取液 (n=7)	室温避光保存样品 (n=7)	参考值
---	-------	---	----------------	-----

		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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
5	1,2,3,6,7,8- H <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			

序号	化合物简称	-10 °C 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 (%)	
		14.9			14.2			
7	1,2,3,7,8,9- H <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> CDF	537	497	-2.4	504	489	-3.9	509±157
		472			486			
		536			516			
		466			480			
		489			474			
		476			485			
		501			479			
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> CD D	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			

序号	化合物简称	-10 °C 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 (%)	
		7.5			5.6			
		9.4			6.1			
		8.5			6.9			
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> C DD	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 <sub>6</sub> C DD	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 <sub>6</sub> C DD	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 <sub>7</sub> CDD	333	317	8.2	297	290	-1.0	293±63
		345			281			
		281			276			
		280			327			
		338			280			
		348			287			
		296			283			
17	O <sub>8</sub> 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	/	61.6	1.7	/	62.4	2.9	60.6



序号	化合物简称	-10 °C 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 (%)	
	(ng TEQ/kg)							

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 °C 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 °C 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 <sub>4</sub> 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 <sub>3</sub> 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 <sub>3</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDF	1483	1486	0.1	341	290	-8.1	711	564	-11.5
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> CDF	1.73	1.71	-0.6	29.6	26.2	-6.1	36.6	31.3	-7.8
10	O <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>3</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> CDD	0.47	0.62	13.8	6.87	6.13	-5.7	75.8	81.9	3.9
17	O <sub>8</sub> 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 HJ/T 166、GB 17378.5 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。

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)	配位 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> CDF	115	112	-3.0	-1.73	6.98	0.65
		106	102	-3.5			
		119	109	-9.8			

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)	配位 差值	平均值 (ng/kg)	$S_d$ (ng/kg)	$t$ 值 ( $t_{(6,0.95)}=2.45$ )
		104	103	-1.3			
		103	112	9.3			
		108	114	5.2			
		120	111	-9.0			
3	2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
		487	485	-2.1			
		465	479	13.9			
7	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> CDF	576	562	-14.0	0.91	24.8	0.10

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)	配位 差值	平均值 (ng/kg)	$S_d$ (ng/kg)	$t$ 值 ( $t_{(6,0.95)}=2.45$ )
		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 <sub>7</sub> 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			
10	O <sub>8</sub> 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			
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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			
12	1,2,3,7,8-P <sub>3</sub> 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			
		47.2	51.7	4.5			
		50.3	44.7	-5.6			
		40.6	44.5	3.9			
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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			

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)	配位 差值	平均值 (ng/kg)	$S_d$ (ng/kg)	$t$ 值 ( $t_{(6,0.95)}=2.45$ )
		59.0	45.1	-13.9			
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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应于洁净的棕色广口玻璃瓶中保存，运输过程应避光、密封。运至实验室后，若不能及时分析，可避光、密封保存 1 a。样品制备方式可采用冷冻干燥法或者自然风干法进行，样品经脱水干燥后，磨碎、匀化并筛分，分取后保存于棕色玻璃瓶中。样品提取液可于  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$  以下密封、避光保存 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<sup>[37]</sup>。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，推荐量为四氯代二噁英类~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。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，加入一定量的无水硫酸钠，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<sup>[38]</sup>，使用

萃取条件为：压力 10.3 MPa，温度 120 °C，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，索式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。

表 5-7 样品提取方式试验结果

序号	化合物简称	索式提取 (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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> CDF	16.5±1.63	9.1	9.9	15.6±1.65	3.2	10.6	15.1±4.6
10	O <sub>8</sub> CDF	502±13.69	-1.3	2.7	506±16.4	-0.6	3.3	509±157
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> CDD	305±28.0	4.0	9.2	291±21.1	-0.6	7.2	293±63
17	O <sub>8</sub> 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如含大量的硫，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 50 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 5.00 ml 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）用二氯甲烷定容至 10.0 ml，准确移取 5.00 ml 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，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。



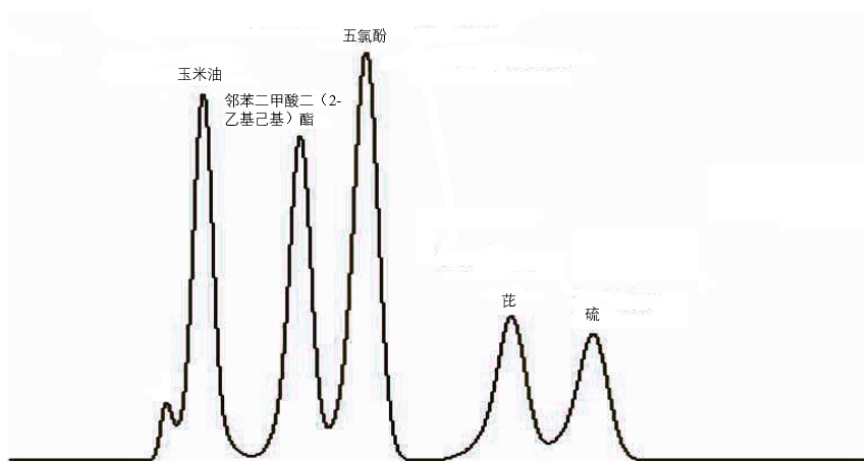


图5-1 凝胶渗透色谱校正标准溶液色谱图

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 <sub>4</sub> CDF	81.7±1.5	80.2~84.3
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P <sub>3</sub> CDF	86.6±2.4	84.1~91.8
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	89.3±2.0	87.1~92.2
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	96.3±2.4	93.5~100
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	94.6±2.0	92.4~98.7
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	93.3±2.3	90.4~97.5
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	93.6±2.6	90.7~97.2
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	87.4±3.6	82.1~94.8
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	95.1±3.6	91.5~102
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	89.6±1.3	88.1~92.2
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	87.7±1.5	86.2~90.8
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	94.7±2.4	92.1~98.7
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	86.4±2.4	83.2~90.1
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	83.1±3.6	78.3~90.2
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O <sub>8</sub> 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%±3.3%~96.3%±2.4%，回收率范围为 70.1%~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、GPC 净化后的提取液 (5.7.2.1 或 5.7.2.2) 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。

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, 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<sup>[39,40]</sup>。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。

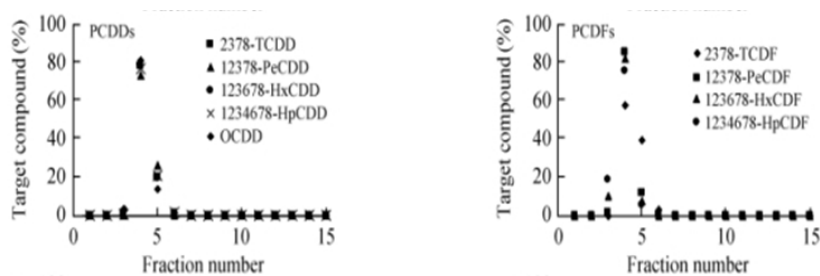


图 5-2 正己烷洗脱多层硅胶柱中二噁英类各流分百分比

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;
- 用 100 ml 正己烷淋洗, 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，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，待浓缩定容并仪器分析。

#### 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。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，待浓缩定容后仪器分析。

##### 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。

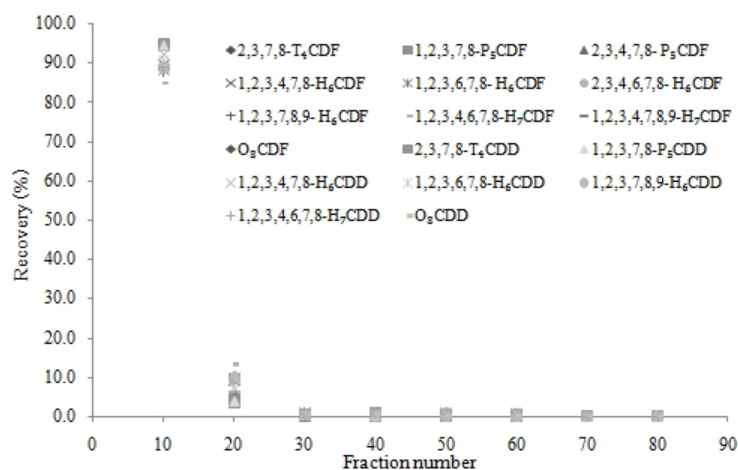


图 5-3 活性炭硅胶柱中二噁英类各流分百分比

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。将经过硫酸处理-硅胶柱净化（5.7.2.3）或硅胶柱净化（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，待浓缩定容后仪器分析。

经过大量试验证实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<sup>[27]</sup>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、GPC 净化后的提取液（5.7.2.1 或 5.7.2.2）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，待浓缩定容后仪器分析。

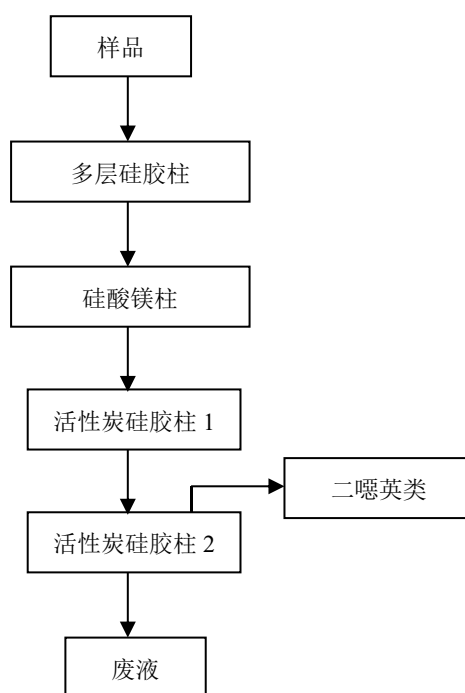


图 5-4 样品自动净化系统洗脱过程和净化分离程序

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) (n=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 <sub>4</sub> CDF	54.6±4.50	52.5±16	3.9	8.3
2	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	12.7±1.25	12.6±5.0	0.5	9.9
3	2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	17.9±0.77	18.5±6.1	-3.3	4.3
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	61.5±3.07	67.3±24	-8.6	5.0
5	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	20.3±2.05	20.3±8.7	0.0	10.1
6	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	15.6±1.57	16±8.0	-2.2	10.0
7	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	2.67±0.15	2.68±4.0	-0.3	5.6
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	302±8.15	299±73	1.0	2.7
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	15.4±0.90	15.1±4.6	1.7	5.8
10	O <sub>8</sub> CDF	504±15.7	509±157	-1.0	3.1
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	19.3±1.65	17.7±5.6	9.1	8.5
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	8.42±1.00	7.96±2.8	5.7	11.9
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	8.53±0.74	8.66±2.7	-1.5	8.7
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	20.0±2.20	20.8±4.8	-3.7	11.0
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD	18.1±1.56	17.3±8.0	4.6	8.6
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	315±28.7	293±63	7.5	9.1
17	O <sub>8</sub> 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:

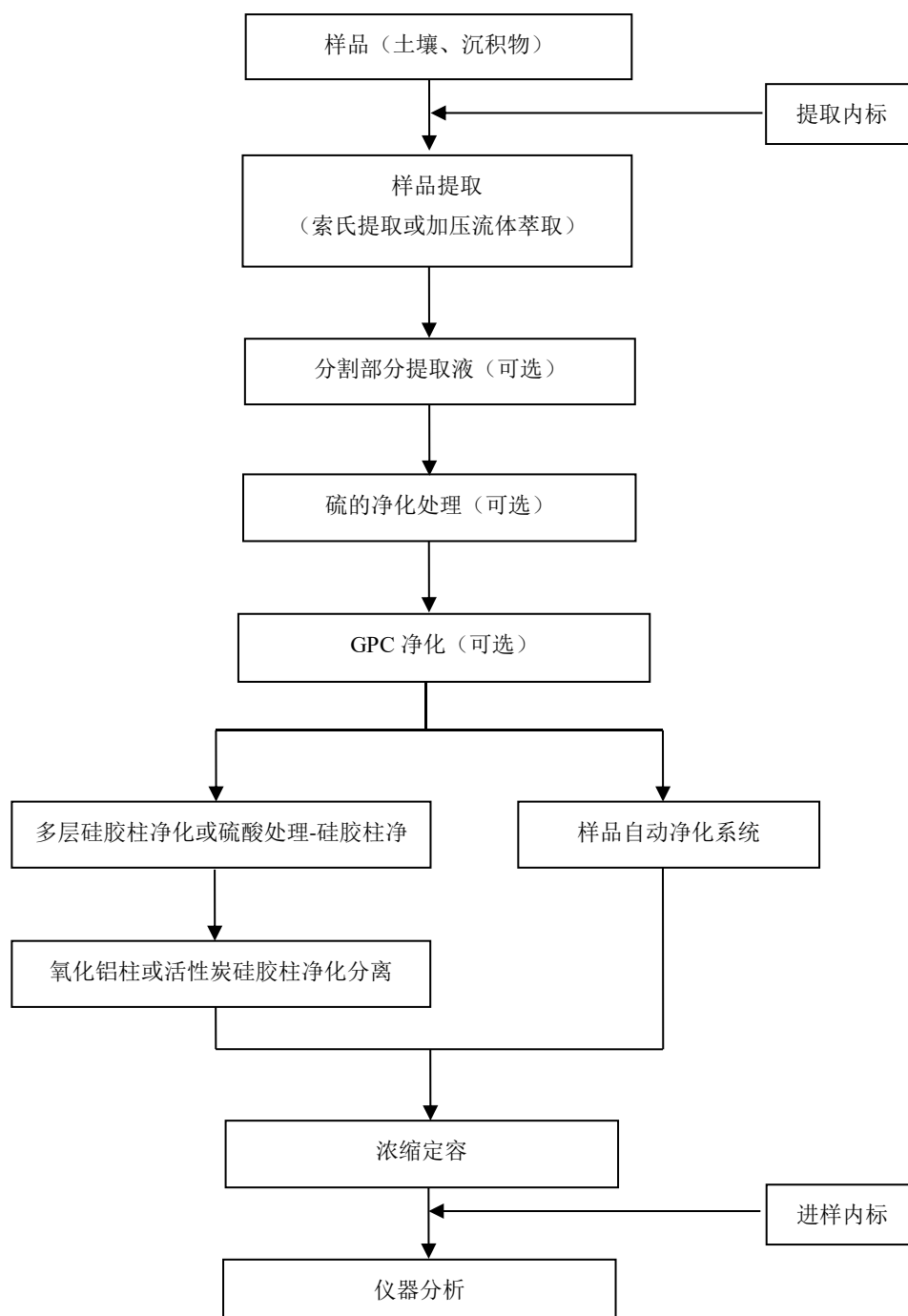


图 5-5 样品提取、净化、分离及仪器分析流程图

#### 5.7.2.8 浓缩定容

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，再加入壬烷或甲苯，定容至20  $\mu\text{l}$ ~50  $\mu\text{l}$ ，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，将定容后的样品混匀后，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  $\mu\text{l}$ ；进样口温度，280  $^{\circ}\text{C}$ ；载气流量，1.2 ml/min。色谱柱（BPX-DXN）：固定相为改性 5%苯基-95%甲基聚硅氧烷，柱长 60 m，内径 0.25 mm，膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ 。程序升温：初始温度 130  $^{\circ}\text{C}$ ，保持 1 min 后以 15  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速度升温至 210  $^{\circ}\text{C}$ ，以 3  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速度升温至 310  $^{\circ}\text{C}$ ，以 5  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升温至 320  $^{\circ}\text{C}$ ，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  $^{\circ}\text{C}$ ；传输线温度，280  $^{\circ}\text{C}$ ；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  $^{\circ}\text{C}$ 。

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 <sub>4</sub> CDDs	319.8965	321.8936	/
2	P <sub>5</sub> CDDs	/	355.8546	357.8517 <sup>a</sup>
3	H <sub>6</sub> CDDs	/	389.8157	391.8127 <sup>a</sup>
4	H <sub>7</sub> CDDs	/	423.7767	425.7737
5	O <sub>8</sub> CDD	/	457.7377	459.7348
6	T <sub>4</sub> CDFs	303.9016	305.8987	/
7	P <sub>5</sub> CDFs	/	339.8597	341.8568
8	H <sub>6</sub> CDFs	/	373.8207	375.8178
9	H <sub>7</sub> CDFs	/	407.7818	409.7788
10	O <sub>8</sub> CDF	/	441.7428	443.7398
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -T <sub>4</sub> CDDs	331.9368	333.9339	/
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -P <sub>5</sub> CDDs	/	367.8949	369.8919
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -H <sub>6</sub> CDDs	/	401.8559	403.8530
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -H <sub>7</sub> CDDs	/	435.8169	437.8140
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O <sub>8</sub> CDD	/	469.7780	471.7750
16	$^{13}\text{C}_{12}$ -T <sub>4</sub> CDFs	315.9419	317.9389	/
17	$^{13}\text{C}_{12}$ -P <sub>5</sub> CDFs	/	351.9000	353.8970
18	$^{13}\text{C}_{12}$ -H <sub>6</sub> CDFs	383.8639	385.8610	/
19	$^{13}\text{C}_{12}$ -H <sub>7</sub> CDFs	417.8253	419.8220	/
20	$^{13}\text{C}_{12}$ -O <sub>8</sub> 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）		
		442.9729（八氯代二噁英类定量用）		
22	PFTBA	313.9834（四氯代二噁英类定量用）		
		351.9802（五氯代二噁英类定量用）		



序号	化合物简称	$M^+$	$(M+2)^+$	$(M+4)^+$
		375.9802 (六氯代二噁英类定量用)		
		413.9770 (七氯代二噁英类定量用)		
		425.9770 (八氯代二噁英类定量用)		
注: /表示无此项内容。				
<sup>a</sup> 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 <sub>4</sub> CDDs, P <sub>5</sub> CDDs, H <sub>6</sub> CDDs, H <sub>7</sub> CDDs, O <sub>8</sub> CDD, T <sub>4</sub> CDFs, P <sub>5</sub> CDFs, H <sub>6</sub> CDFs, H <sub>7</sub> CDFs, O <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> CDDs, P <sub>5</sub> CDDs, H <sub>6</sub> CDDs, T <sub>4</sub> CDFs, P <sub>5</sub> CDFs, H <sub>6</sub> 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 <sub>4</sub> CDDs, P <sub>5</sub> CDDs, H <sub>6</sub> CDDs, T <sub>4</sub> CDFs, P <sub>5</sub> CDFs, H <sub>6</sub> 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 <sub>4</sub> CDDs, P <sub>5</sub> CDDs, H <sub>6</sub> CDDs, T <sub>4</sub> CDFs, P <sub>5</sub> CDFs, H <sub>6</sub> 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 <sub>4</sub> CDDs, P <sub>5</sub> CDDs, H <sub>6</sub> CDDs, T <sub>4</sub> CDFs, P <sub>5</sub> CDFs, H <sub>6</sub> 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 °C ( 0 min ) → ( 20 °C /min ) →160 °C → ( 2 °C /min ) →240 °C	T <sub>4</sub> CDDs,P <sub>5</sub> CDDs,H <sub>6</sub> CDDs, T <sub>4</sub> CDFs,P <sub>5</sub> CDFs,H <sub>6</sub> CDFs
7	DB-5MS (J&W)	30	0.32	0.25	120 °C ( 1 min ) → ( 50 °C /min ) →180 °C → ( 3 °C /min ) →280 °C	T <sub>4</sub> CDDs,P <sub>5</sub> CDDs,H <sub>6</sub> CDDs, T <sub>4</sub> CDFs,P <sub>5</sub> CDFs,H <sub>6</sub> CDFs
8	OV-17 (Quadrex)	50	0.32	0.25	120 °C ( 1min ) → ( 20 °C /min ) →160 °C → ( 3 °C /min ) →280 °C	T <sub>4</sub> CDDs,P <sub>5</sub> CDDs,H <sub>6</sub> CDDs, T <sub>4</sub> CDFs,P <sub>5</sub> CDFs,H <sub>6</sub> CDFs
9	RH-12MS (Inventx)	60	0.25	/	130 °C ( 1 min ) → ( 15 °C /min ) →210 °C → ( 3 °C /min ) →310 °C → ( 5 °C/min ) →320 °C	T <sub>4</sub> CDDs,P <sub>5</sub> CDDs,H <sub>6</sub> CDDs, H <sub>7</sub> CDDs,O <sub>8</sub> CDD,T <sub>4</sub> CDFs,P <sub>5</sub> CDFs,H <sub>6</sub> CDFs,H <sub>7</sub> CDFs,O <sub>8</sub> CDF,TeCBs,PeCBs,HxCBs ,HpCBs
10	SP-2331 (Supelco)	60	0.25	0.20	120 °C ( 1 min ) → ( 50 °C /min ) →200 °C → ( 2 °C /min ) →260 °C	T <sub>4</sub> CDDs,P <sub>5</sub> CDDs,H <sub>6</sub> CDDs, T <sub>4</sub> CDFs,P <sub>5</sub> CDFs,H <sub>6</sub> CDFs

根据文献报道，如果单纯用一根 BPX-DXN 色谱柱对于 2,3,4,7,8-P<sub>5</sub>CDF 和 1,2,3,7,8,9-H<sub>6</sub>CDF 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（固定相为改性 5%苯基 95%甲基聚硅氧烷固定液）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-P<sub>5</sub>CDF 和 1,2,3,7,8,9-H<sub>6</sub>CDF 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 <sub>4</sub> CDF	○	○	×	×	×	×
2	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	○	○	×	×	×	×
3	2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	○	×	×	○	○	○
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	○	○	×	×	○	×
5	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	×	○	○	○	×	○
6	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	○	×	○	○	○	○
7	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	×	×	○	○	×	○
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	○	○	○	×	×	×
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	○	○	○	×	×	×

序号	化合物简称	RH-12MS	BPX-DXN	DB-5MS	SP-2331	DB-225	CP-Sil 88
10	O <sub>8</sub> CDF	○	○	×	×	×	×
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	×	○	×	○	×	×
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	×	○	○	○	×	○
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	×	○	○	○	○	○
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	○	○	○	○	○	○
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD	○	○	○	○	○	○
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	○	○	○	×	×	×
17	O <sub>8</sub> CDD	○	○	×	×	×	×

注 1: ○可单独定量;  
注 2: ×不可单独定量。

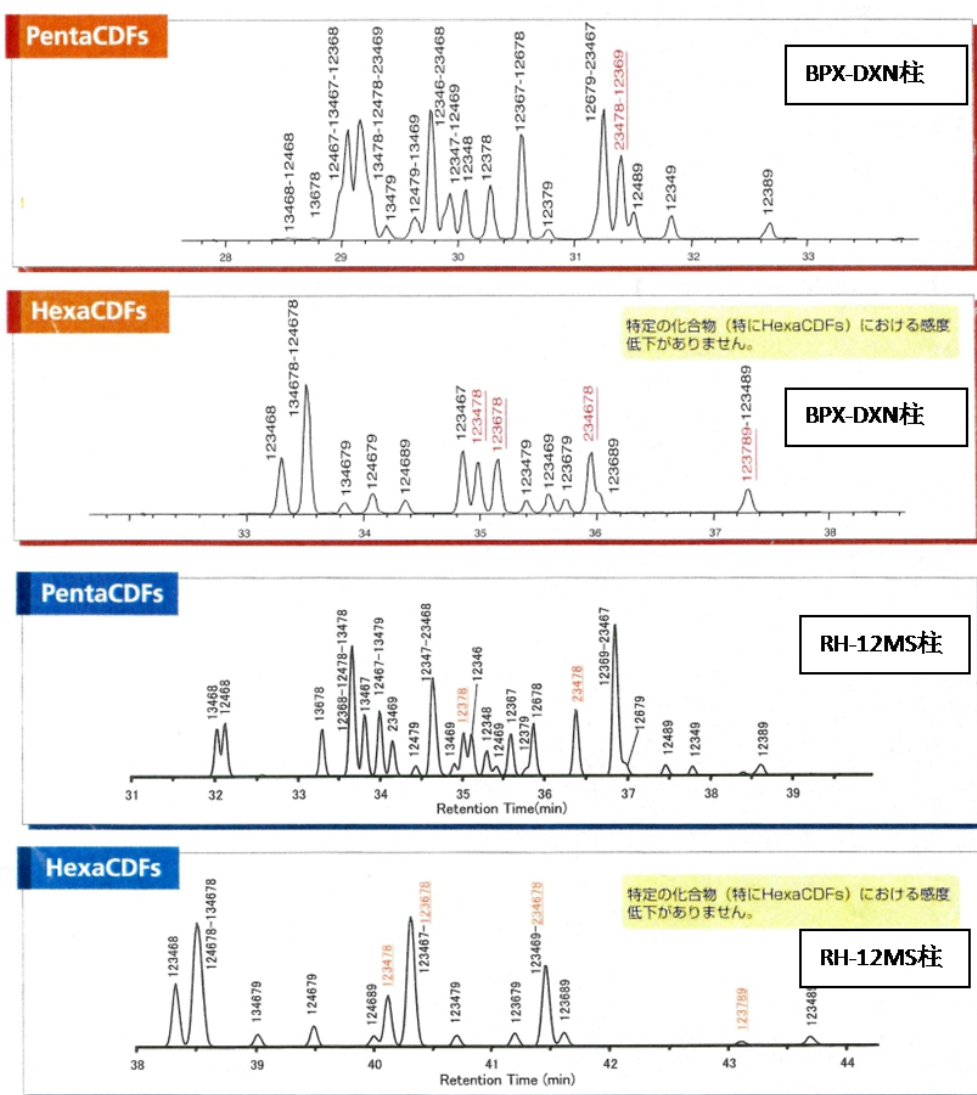


图 5-6 双柱分离效果对比色谱图

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-P<sub>5</sub>CDF 和 1,2,3,7,8,9-H<sub>6</sub>CDF 在双柱核对后，2,3,4,7,8-P<sub>5</sub>CDF 和 1,2,3,7,8,9-H<sub>6</sub>CDF 在不同色谱上出峰情况见图 5-7，实际测定结果见表 5-13。

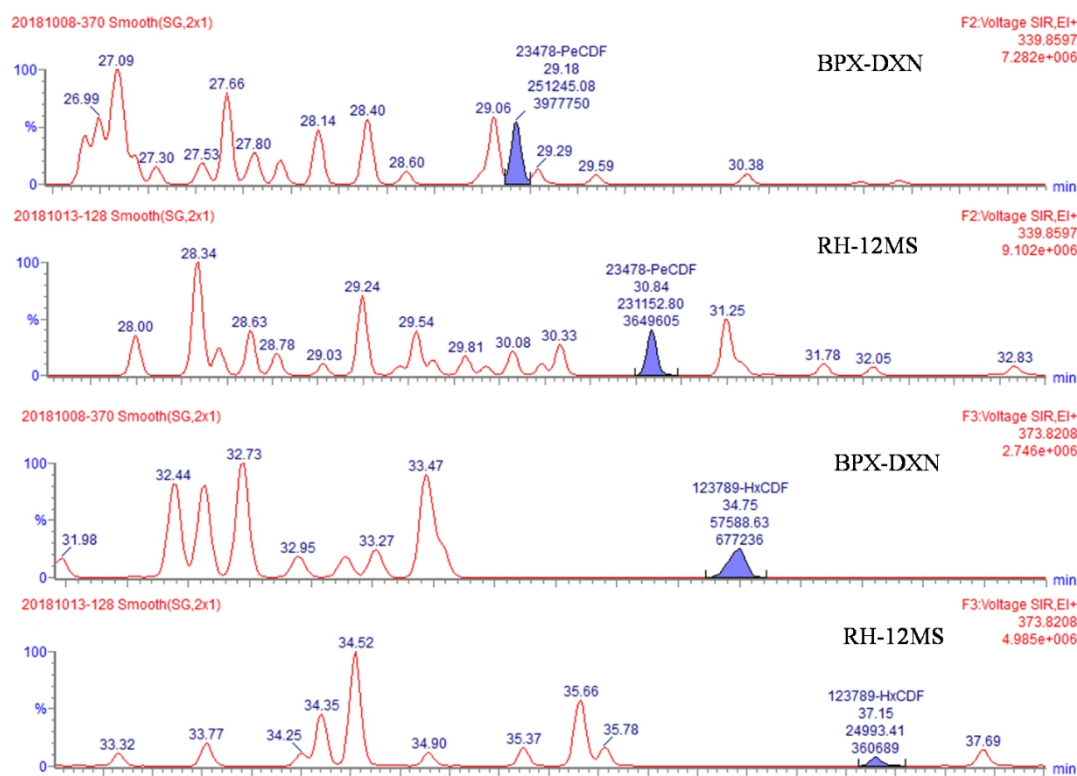


图 5-7 2, 3, 4, 7, 8-P<sub>5</sub>CDF 和 1, 2, 3, 7, 8, 9-H<sub>6</sub>CDF 在不同色谱柱上出峰情况

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 <sub>5</sub> CDF	59.6±7.88	46.8±3.98
2	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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

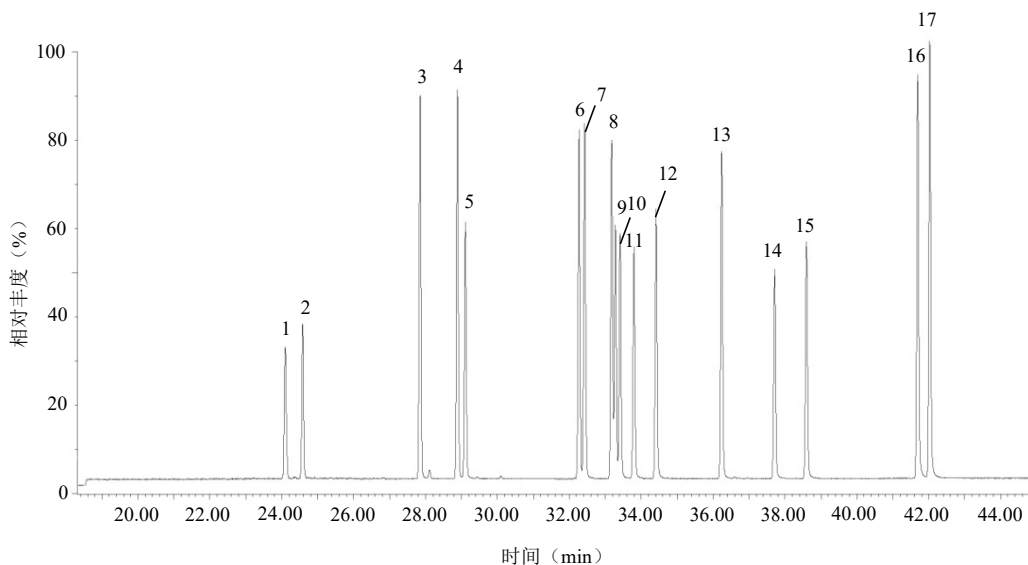
### 5.8.2.1 仪器性能检查

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  $1.0 \times 10^4$ ，且峰形呈正态分布。当使用的内标包含  $^{13}\text{C}_{12}\text{-O}_8\text{CDF}$  时，动态分辨率应大于  $1.2 \times 10^4$ 。

### 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 74.4-2008 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“平均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-T<sub>4</sub>CDF/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-2,3,7,8-T<sub>4</sub>CDF/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-1,2,3,4-T<sub>4</sub>CDD； 2——2,3,7,8-T<sub>4</sub>CDD/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-2,3,7,8-T<sub>4</sub>CDD；  
 3——1,2,3,7,8-P<sub>5</sub>CDF/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-1,2,3,7,8-P<sub>5</sub>CDF； 4——2,3,4,7,8-P<sub>5</sub>CDF/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-2,3,4,7,8-P<sub>5</sub>CDF；  
 5——1,2,3,7,8-P<sub>5</sub>CDD/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-1,2,3,7,8-P<sub>5</sub>CDD； 6——1,2,3,4,7,8-H<sub>6</sub>CDF/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-1,2,3,4,7,8-H<sub>6</sub>CDF；  
 7——1,2,3,6,7,8-H<sub>6</sub>CDF/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-1,2,3,6,7,8-H<sub>6</sub>CDF； 8——2,3,4,6,7,8-H<sub>6</sub>CDF/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-2,3,4,6,7,8-H<sub>6</sub>CDF；  
 9——1,2,3,4,7,8-H<sub>6</sub>CDD/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-1,2,3,4,7,8-H<sub>6</sub>CDD； 10——1,2,3,6,7,8-H<sub>6</sub>CDD/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-1,2,3,6,7,8-H<sub>6</sub>CDD；  
 11——1,2,3,7,8,9-H<sub>6</sub>CDD/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-1,2,3,7,8,9-H<sub>6</sub>CDD； 12——1,2,3,7,8,9-H<sub>6</sub>CDF/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-1,2,3,7,8,9-H<sub>6</sub>CDF；  
 13——1,2,3,4,6,7,8-H<sub>7</sub>CDF/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-1,2,3,4,6,7,8-H<sub>7</sub>CDF； 14——1,2,3,4,6,7,8-H<sub>7</sub>CDD/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-1,2,3,4,6,7,8-H<sub>7</sub>CDD；

15——1,2,3,4,7,8,9-H<sub>7</sub>CDF/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-1,2,3,4,7,8,9-H<sub>7</sub>CDF; 16——O<sub>8</sub>CDD/<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-O<sub>8</sub>CDD; 17——O<sub>8</sub>CDF。

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: 固定相为改性 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 <sub>4</sub> CDD	0.100	0.500	2.00	10.0	40.0
2	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	0.500	2.50	10.0	50.0	200
3	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	0.500	2.50	10.0	50.0	200
4	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	0.500	2.50	10.0	50.0	200
5	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD	0.500	2.50	10.0	50.0	200
6	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	0.500	2.50	10.0	50.0	200
7	O <sub>8</sub> CDD	1.00	5.00	20.0	100	400
8	2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	0.100	0.500	2.00	10.0	40.0
9	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	0.500	2.50	10.0	50.0	200
10	2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	0.500	2.50	10.0	50.0	200
11	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	0.500	2.50	10.0	50.0	200
12	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	0.500	2.50	10.0	50.0	200
13	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	0.500	2.50	10.0	50.0	200
14	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	0.500	2.50	10.0	50.0	200
15	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	0.500	2.50	10.0	50.0	200
16	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	0.500	2.50	10.0	50.0	200
17	O <sub>8</sub> CDF	1.00	5.00	20.0	100	400
提取内标						
18	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	100	100	100	100	100
19	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	100	100	100	100	100
20	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	100	100	100	100	100
21	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	100	100	100	100	100
22	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	100	100	100	100	100
23	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -O <sub>8</sub> CDD	200	200	200	200	200
24	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	100	100	100	100	100
25	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	100	100	100	100	100
26	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	100	100	100	100	100
27	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	100	100	100	100	100
28	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	100	100	100	100	100
29	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	100	100	100	100	100
30	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	100	100	100	100	100
31	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	100	100	100	100	100
32	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	100	100	100	100	100
进样内标						

序号	化合物简称	质量浓度 (ng/ml)				
		STD1	STD 2	STD 3	STD 4	STD 5
33	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4-T <sub>4</sub> CDD	100	100	100	100	100
34	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>3</sub> 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 <sub>3</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>3</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>3</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>3</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>3</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> CDF	0.943	0.971	0.962	0.929	0.932	1.3
2	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	0.931	0.924	0.914	0.898	0.907	2.2
3	2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	1.027	1.025	1.012	0.996	1.021	2.5
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	1.121	1.128	1.116	1.126	1.137	1.1
5	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	1.084	1.091	1.091	1.120	1.095	1.2
6	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	1.131	1.140	1.145	1.155	1.138	1.1
7	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	1.050	1.056	1.047	1.070	1.062	0.9
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	1.259	1.236	1.227	1.216	1.244	1.5
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	1.214	1.204	1.238	1.234	1.242	1.5
10	O <sub>8</sub> CDF	1.038	1.057	1.034	1.071	1.079	3.2
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	1.047	0.997	1.080	1.024	1.033	1.9
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	0.946	0.941	0.928	0.954	0.949	1.3
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	0.972	0.957	0.969	0.978	0.956	1.5
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	0.955	0.962	0.982	0.977	0.973	1.2
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD	0.969	0.947	0.974	0.968	0.972	1.6
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	1.007	0.999	0.968	0.996	1.007	1.3
17	O <sub>8</sub> CDD	0.951	0.940	0.948	0.955	0.954	1.1
18	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	1.445	1.444	1.438	1.470	1.454	1.2
19	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	1.123	1.133	1.096	1.157	1.138	4.1
20	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	1.057	1.102	1.052	1.114	1.088	4.7
21	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	1.069	1.098	1.081	1.086	1.097	1.4
22	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	1.125	1.143	1.135	1.130	1.140	2.2
23	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	1.066	1.073	1.061	1.052	1.067	1.5
24	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	0.989	1.003	0.986	0.994	1.003	1.5
25	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	0.960	0.985	0.970	1.034	1.002	3.2
26	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	0.824	0.852	0.822	0.867	0.848	3.6
27	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	1.107	1.102	1.061	1.104	1.068	3.0
28	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	0.816	0.818	0.780	0.823	0.797	4.5
29	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	0.937	0.949	0.935	0.942	0.948	1.8
30	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	0.947	0.957	0.934	0.948	0.931	1.3
31	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	0.862	0.886	0.865	0.903	0.883	2.5
32	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -O <sub>8</sub> 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 个监测离子丰度比应与理论离子丰度比（见表 5-17）大体一致，变化范围应在 ±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	M	M+2	M+4	M+6	M+8	M+10	M+12	M+14
1	T <sub>4</sub> CDDs	77.43	100.00	48.74	10.72	0.94	0.01	/	/
2	P <sub>5</sub> CDDs	62.06	100.00	64.69	21.08	3.50	0.25	/	/
3	H <sub>6</sub> CDDs	51.79	100.00	80.66	34.85	8.54	1.14	0.07	/
4	H <sub>7</sub> CDDs	44.43	100.00	96.64	52.03	16.89	3.32	0.37	0.02
5	O <sub>8</sub> CDD	34.54	88.80	100.00	64.48	26.07	6.78	1.11	0.11
6	T <sub>4</sub> CDFs	77.55	100.00	48.61	10.64	0.92	/	/	/
7	P <sub>5</sub> CDFs	62.14	100.00	64.57	20.98	3.46	0.24	/	/
8	H <sub>6</sub> CDFs	51.84	100.00	80.54	34.72	8.48	1.12	0.07	/
9	H <sub>7</sub> CDFs	44.47	100.00	96.52	51.88	16.80	3.29	0.37	0.02
10	O <sub>8</sub> CDF	34.61	88.89	100.00	64.39	25.98	6.74	1.10	0.11

注 1: M 表示质量数最低的同位素;  
 注 2: 以最大离子丰度作为 100%;  
 注 3: /表示无此项内容。

### 5.8.2.3 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 <sub>4</sub> CDD	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4-T <sub>4</sub> CDD
2	T <sub>4</sub> CDDs		
3	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4-T <sub>4</sub> CDD
4	P <sub>5</sub> CDDs		
5	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD
6	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD
7	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD <sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD
8	H <sub>6</sub> CDDs	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD
9	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD
10	H <sub>7</sub> CDDs		
11	O <sub>8</sub> CDD	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -OCDD	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD
12	2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4-T <sub>4</sub> CDD
13	T <sub>4</sub> CDF		
14	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4-T <sub>4</sub> CDD
15	2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4-T <sub>4</sub> CDD
16	P <sub>5</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4-T <sub>4</sub> CDD
17	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD

序号	化合物简称	提取内标	进样内标
18	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD
19	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD
20	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD
21	H <sub>6</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD
22	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD
23	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD
24	H <sub>7</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD
25	O <sub>8</sub> CDF	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -OCDD	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD
注：计算 1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD 结果时，其相对响应因子由 1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD 和 1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD 的相对响应因子的平均值代替计算。			

### 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

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，且其丰度比应与理论离子丰度比一致（表 5-15），变化范围应在±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一致（±3 s 以内），同时内标物质与校准溶液的相对保留时间亦一致（±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。

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

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。

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

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。

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

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；

$\overline{RRF}_{rs}$ ——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 $\overline{RRF}_{es}$ 计算（见表5-16）。

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

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；

$\overline{RRF}_{es}$ ——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。

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

式中： $w_{1,j}$ ——土壤样品中目标化合物 $j$ 的实测质量分数，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。

$$w_{2,j} = \frac{m_j}{m_2 \times (1 - w_{H_2O})} \times D \quad (9)$$

式中： $w_{2,j}$ ——沉积物样品中目标化合物 $j$ 的实测质量分数，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；

$w_{H_2O}$ ——沉积物样品的含水率，%；

$D$ ——稀释倍数。

### 5.9.2.2 结果表示

#### (1) 实测质量分数

2,3,7,8-氯代二噁英类实测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”。四氯代二噁英类~八氯代二噁英类的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-氯代二噁英类的实测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实测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。

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。

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

式中： $w$ ——样品中二噁英类毒性当量质量分数，ng TEQ/kg；

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

$TEF_j$ ——目标化合物 $j$ 的毒性当量因子。

#### (3) 质量分数单位

实测质量分数单位以ng/kg表示，毒性当量质量分数单位以ng TEQ/kg表示。

#### (4) 数值修约与表达

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。

### 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。

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

式中：IDL——仪器检出限，pg；

$n$ ——校准溶液的平行测定次数；

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

$S$ —— $n$  次平行测定的标准偏差， $\text{pg}$ 。



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)	t 值	检出限 (pg)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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, 五氯代二噁英类~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 (四氯代二噁英类~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  $\mu$ 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> CDF	1.24	1.28	1.25	1.31	1.28	1.10	1.31	0.3	1.2
10	O <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> CDD	1.12	1.35	1.21	1.15	1.19	1.25	1.23	0.3	1.2
17	O <sub>8</sub> 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, 五氯代二噁英类~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, 五氯代二噁英类~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, 五氯代二噁英类~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（四氯代二噁英类~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  $\mu$ 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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
			1.06															25.9				239
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	1.25	1.07	1.18	0.16	13.4	25	25.7	25.2	1.20	4.8	250	258	250	10.7	4.3						
			1.05															24.7				262
			1.43															24.8				238
			1.17															23.3				258
			1.32															26.7				244
			2.03															50.2				473
17	O <sub>8</sub> CDD	2.5	2.75	2.25	0.42	18.6	50	49.0	49.0	2.83	5.8	500	469	501	24.4	4.9						
			1.81															46.5				501
			2.50															45.5				525
			2.61															53.5				520
			1.81															49.3				517
			2.03															50.2				473
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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 (%)
			1.07					25.7					243			
			1.39					25.7					236			
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	1.25	1.09	1.29	0.13	10.3	25	22.5	24.5	1.5	6.0	250	263	251	9.5	3.8
			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			
			1.39					24.9					254			
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	1.25	1.30	1.21	0.11	9.3	25	24.2	24.9	0.6	2.6	250	259	254	7.1	2.8
			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			
10	O <sub>8</sub> CDF	2.5	2.00	2.30	0.38	16.5	50	54.2	51.8	2.8	5.4	500	517	498	25.0	5.0
			2.47					52.3					535			
			2.66					54.8					490			
			2.36					51.6					504			
			2.63					50.8					475			
			47.0					47.0					470			
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			1.39					26.0					251			
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	1.25	1.11	1.28	0.14	10.9	25	24.5	25.2	0.6	2.6	250	256	252	6.3	2.5
			1.45					25.3					246			
			1.35					25.9					243			
			1.18					25.2					255			
			1.17					24.5					260			
			2.63					53.1					467			
17	O <sub>8</sub> CDD	2.5	2.13	2.10	0.33	15.5	50	51.2	51.1	2.7	5.3	500	514	504	27.3	5.4
			2.18					50.5					500			
			1.79					46.4					478			
			2.13					51.2					531			
			1.72					54.2					534			
			2.5					48					48.8			

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 (%)
	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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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-H7CDF	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		1.21	96.8			23.8	95.1			262	105	
		ND		1.20	96.0			23.1	92.4			256	102	
9	1,2,3,4,7,8,9-H7CDF	ND	1.25	1.42	114	104	25	26.5	106	101	250	244	97.4	101
		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		2.68	107			54.0	108			512	102	
		ND		2.20	88.0			53.4	107			467	93.5	
10	O <sub>8</sub> CDF	ND	2.5	2.52	101	90.5	50	45.2	90.3	98.2	500	471	94.2	98.9
		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		0.23	92.0			4.8	95.4			49	98.8	
		ND		0.25	93.3			5.0	99.8			50	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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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		2.5	100			50	50			99.4	99.1		501	495	98.8	99.5
		18		二噁英类毒性当量	ND			2.5	2.5			100	101		50	50	99.4	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		2.5	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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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	
10	O <sub>8</sub> 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	
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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 <sub>3</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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	
17	O <sub>8</sub> 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	
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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
5	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	ND	1.25	1.28	102	95.7	25	24.8	99.2	97.8	250	255	102	99.1
		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	
		ND		1.39	111			24.3	97.3			255	102	
6	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	ND	1.25	1.14	91.2	98.8	25	23.7	95.0	97.3	250	238	95.2	99.0
		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	
7	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	ND	1.25	1.22	97.6	102	25	23.9	95.6	96.4	250	243	97.0	96.9
		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	

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-H7CDF	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-H7CDF	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	
10	O <sub>8</sub> 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	
11	2,3,7,8-T4CDD	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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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	
17	O <sub>8</sub> 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	
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 (四氯代二噁英类~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  $\mu$ 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 <sub>4</sub> CDF	61.2	51.2	52.5±16	-2.4
		49.6			
		55.8			
		40.8			
		57.2			
		42.9			
2	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	9.6	12.5	12.6±5.0	-0.9
		14.2			
		15.3			
		9.8			
		13.8			
		12.2			
3	2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	19.5	18.0	18.5±6.1	-2.5
		18.3			
		16.7			
		17.8			
		18.3			
		17.6			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	61.5	59.8	67.3±24	-11
		61.3			
		61.6			
		66.7			
		50.4			
		57.5			
5	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	18.8	18.1	20.3±8.7	-11
		19.2			
		16.8			
		16.3			
		16.2			
		21.4			
6	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	15.2	15.4	16±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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> CDF	15.2	14.5	15.1±4.6	-3.8
		15.4			
		13.6			
		16.6			
		12.6			
		13.8			
10	O <sub>8</sub> CDF	525.3	467	509±157	-8.3
		376.5			
		419.6			
		376.0			
		578.5			
		524.8			
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> CDD	326.6	310	293±63	5.8
		336.4			
		267.7			
		311.6			
		321.4			
		296.2			
17	O <sub>8</sub> 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（四氯代二噁英类~七氯代二噁英类为 500 pg，八氯代二噁英类为 1000 pg），样品经酸泡过滤、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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> CDF	108	118	109	114	117	116	114	4.3	3.7
3	2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	377	360	332	360	351	332	352	17.6	5.0
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	223	246	232	232	241	232	234	8.2	3.5
5	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	236	243	252	238	245	244	243	5.6	2.3
6	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	450	489	497	459	484	495	479	19.7	4.1
7	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	179	218	204	174	215	190	197	18.5	9.4
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	594	562	578	595	563	582	579	14.2	2.5
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	110	96.4	92.5	112	104	106	104	7.7	7.5
10	O <sub>8</sub> CDF	147	141	137	140	149	140	142	4.7	3.3
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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 <sub>3</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> CDD	295	302	293	309	303	294	299	6.4	2.1
17	O <sub>8</sub> 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二噁英类~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 仪器性能确认

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

### 5.10.3 仪器检出限确认

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<sub>7</sub>CDF、O<sub>8</sub>CDF、<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-O<sub>8</sub>CDD 等平均相对响应因子变化较大，会影响结果的准确性和重现性。以本实验室 2021 年 1 月 4 日建立的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<sub>7</sub>CDF 及 <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-O<sub>8</sub>CDD 的质量浓度相对误差不大于 ±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 <sub>4</sub> CDF	-0.3	-1.6	5.7	4.8	4.2	4.7
2	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	0.2	-1.6	5.3	4.9	4.0	4.5
3	2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	-2.2	-1.7	9.1	8.1	7.5	8.1
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	-1.2	-1.7	4.5	5.8	3.5	5.2
5	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	-0.8	-2.3	6.3	7.8	5.6	6.3
6	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	0.0	-1.3	3.5	4.4	4.8	3.5
7	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	-1.6	-1.4	11	10	10	9.6
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	0.5	-0.3	-2.7	-2.0	-3.0	-3.9
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	-1.9	-2.3	-0.3	0.5	-1.4	-0.8
10	O <sub>8</sub> CDF	-2.5	9.3	24	30	29	11
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	-2.5	-0.1	3.3	2.8	1.3	6.1
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	-0.8	1.1	0.5	0.3	0.1	1.9
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	-0.7	-2.0	2.4	2.8	3.8	4.2
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	-1.3	-1.3	9.4	9.9	9.7	10
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD	-0.6	3.1	11	6.5	8.6	10
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	1.0	-1.1	2.8	4.2	3.8	3.2
17	O <sub>8</sub> CDD	-0.8	-2.7	1.9	2.9	2.2	2.8
18	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	-0.3	6.9	6.3	3.2	5.4	8.5
19	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	-1.6	5.9	0.9	6.5	6.9	10
20	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	-1.4	8.0	9.3	15	17	21
21	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	2.9	-0.1	-6.5	-2.2	-2.9	-7.1
22	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	2.8	0.3	-9.6	-5.7	-4.6	-9.2
23	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	2.6	3.5	-4.0	-0.9	-1.4	-3.6
24	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	0.8	16	-1.9	-1.5	-0.7	-0.6
25	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	1.8	6.4	1.3	4.3	7.6	2.7
26	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	0.0	27	20	14	23	19
27	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	0.3	5.0	7.9	6.1	7.7	9.7
28	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	-1.5	4.6	1.6	5.4	8.6	15
29	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	2.3	0.5	-11	-6.6	-7.4	-8.6
30	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	2.2	-0.3	-13	-17	-11	-12
31	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	-0.6	10	-2.4	-3.6	1.1	5.2
32	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -O <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> CDF	-16	-8.7	5.9	5.3	8.0	4.9
2	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	-16	-5.4	6.4	5.4	7.3	5.0
3	2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	-13	-1.3	9.3	9.8	12	9.7
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	-14	-3.8	7.0	6.6	7.3	6.3
5	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	-13	-2.4	7.1	7.5	8.1	7.4
6	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	-14	-3.8	5.6	6.6	6.3	6.1
7	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	-9.5	1.6	11	12	12	13
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	-21	-11	-2.4	-1.1	0.0	-1.1
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	-29	-36	38	1.9	4.4	0.4
10	O <sub>8</sub> CDF	-12	9.0	11	28	41	20
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	-4.7	-0.7	7.2	5.0	8.7	6.0
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	-8.0	-3.2	2.8	3.7	5.0	3.3
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	-9.0	-1.8	6.6	5.2	7.7	4.7
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	-1.8	4.2	12	10	13	13
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD	-3.7	4.2	3.3	5.1	16	9.2
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	-11	-3.6	4.0	4.2	7.7	3.6
17	O <sub>8</sub> CDD	-9.2	-2.4	4.3	4.2	4.8	4.9
18	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	-6.2	1.7	-3.9	-5.2	14	5.0
19	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	-18	14	-8.2	-0.4	8.3	-4.6
20	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	-14	26	-2.7	6.3	14	-0.1
21	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	-19	-16	7.1	2.5	-0.2	0.9
22	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	-22	-17	4.5	0.9	-1.5	1.0
23	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	-20	-11	3.3	2.7	1.2	2.1
24	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	-23	-11	-17	-8.4	6.2	-5.1
25	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	-28	-13	1.4	8.5	7.0	-12
26	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	-25	2.6	-15	10	39	-15
27	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	8.5	13	-2.8	-3.0	12	7.1
28	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	-6.3	25	-12	-3.9	2.1	-8.4
29	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	-6.9	-9.0	-2.3	-3.3	-12	-7.4
30	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	-11	-12	-4.8	-6.1	-13	-9.3
31	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	-16	-7.2	-14	-2.4	-1.9	-24
32	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -O <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> CDF	3.8	9.1	6.8	6.6	1.5	7.8	7.8
2	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	4.7	2.7	5.7	6.4	2.4	7.6	7.8
3	2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	8.9	5.4	8.7	9.0	4.6	12	12
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	5.2	3.6	6.5	6.8	3.7	6.6	7.6
5	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	5.6	4.2	8.0	8.2	3.0	7.4	8.3
6	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	4.0	3.8	5.1	7.1	1.3	5.1	6.4
7	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	9.9	9.2	12	14	8.3	10	13
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	-2.7	-3.8	-1.6	-0.7	-5.4	-1.6	-1.3
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	0.1	-1.0	2.2	2.2	-2.0	2.3	-0.8
10	O <sub>8</sub> CDF	38	26	40	39	23	26	35
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	4.6	1.3	8.9	11	3.7	8.2	6.7
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	2.5	0.6	5.2	3.0	0.4	4.9	4.8
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	4.9	2.5	4.7	5.3	0.4	5.0	5.7
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	10	8.1	13	11	11	12	13
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD	9.1	11	13	6.4	-6.8	-4.3	-3.9
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	3.6	1.0	4.8	4.2	1.5	4.8	7.4
17	O <sub>8</sub> CDD	5.4	1.9	6.4	7.2	1.7	6.6	4.4
18	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	6.4	7.1	13	9.5	-4.0	-0.6	0.8
19	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	-7.4	7.5	8.1	6.0	-15	-0.7	-14
20	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	-1.5	15	20	17	-11	2.9	-6.8
21	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	-2.1	-12	-1.1	-1.4	15	23	22
22	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	-3.0	-13	-3.6	-0.1	15	22	21
23	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	2.2	-8.5	2.2	0.6	9.8	16	16
24	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	-5.5	-5.0	3.1	-4.3	-18	-16	-16
25	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	-10	-7.5	11	3.2	-1.6	3.5	7.3
26	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	-5.2	14	35	8.7	-21	-23	-16
27	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	5.1	14	9.6	6.7	-3.5	-9.7	-5.0
28	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	-11	10	1.6	1.5	-20	-10	-20
29	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	-9.0	-12	-7.8	-6.9	4.9	5.9	4.9
30	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	-11	-13	-12	-7.0	2.0	5.8	3.1
31	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	-20	-5.3	1.2	-11	-22	-25	-22
32	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -O <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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，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 或每批样品测定至少 1 次）测定，测定结果峰面积应不低于初始标准曲线在该点峰面积的 70%，质量浓度变化应在±35%以内，否则应查找原因，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 进样内标确认

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	29.6~148
2	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	26.7~156
3	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	23.6~150
4	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	39.0~131
5	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	41.0~129
6	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	33.4~134
7	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	33.9~131
8	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	28.7~142
9	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	27.7~136
10	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	39.5~147
11	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	25.8~158
12	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	37.1~138
13	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	39.1~129
14	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	31.5~139
15	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	25~155
2	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	25~160
3	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	20~155

序号	提取内标	回收率范围 (%)
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8- $\text{H}_6\text{CDF}$	35~135
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8- $\text{H}_6\text{CDF}$	35~135
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8- $\text{H}_6\text{CDF}$	30~140
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9- $\text{H}_6\text{CDF}$	30~135
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8- $\text{H}_7\text{CDF}$	25~145
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9- $\text{H}_7\text{CDF}$	25~145
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8- $\text{T}_4\text{CDD}$	35~150
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8- $\text{P}_5\text{CDD}$	25~165
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8- $\text{H}_6\text{CDD}$	35~145
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8- $\text{H}_6\text{CDD}$	35~135
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8- $\text{H}_7\text{CDD}$	25~145
15	$^{13}\text{C}_{12}$ - $\text{O}_8\text{CDD}$	20~155

### 5.10.8 平行样的测定

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) 应至少测定 1 个平行样, 当 2,3,7,8-氯代二噁英类的测定结果大于方法测定下限时, 平行样之间的相对偏差绝对值不大于 40%。

### 5.10.9 正确度测定

每批次应至少进行 1 个基体加标样品或者有证标准物质测定。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值应在其证书提供的参考值范围内。

## 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 with 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
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,五氯代二噁英类~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,五氯代二噁英类~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,五氯代二噁英类~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,五氯代二噁英类~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(四氯代二噁英类~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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> CDF	0.4	1.6
10	八氯代二苯并呋喃	O <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> CDD	0.5	2.0
17	八氯代二苯并-对-二噁英	O <sub>8</sub> CDD	0.7	2.8

本标准为多组分的分析方法,53%的目标化合物(2,3,4,7,8-P<sub>5</sub>CDF、1,2,3,4,7,8-H<sub>6</sub>CDF、

1,2,3,7,8,9-H<sub>6</sub>CDF、1,2,3,4,7,8,9-H<sub>7</sub>CDF、O<sub>8</sub>CDF、2,3,7,8-T<sub>4</sub>CDD、1,2,3,4,7,8-H<sub>6</sub>CDD、1,2,3,7,8,9-H<sub>6</sub>CDD和O<sub>8</sub>CDD)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10.0 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,五氯代二噁英类~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,五氯代二噁英类~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,五氯代二噁英类~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。

#### 7.4.2 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，五氯代二噁英类~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，五氯代二噁英类~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，五氯代二噁英类~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 标准实施建议

无。

## 11 参考文献

- [1] Alcock R E, Jones K C. Dioxins in the environment: a review of trend data [J]. Environ Sci Technol, 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 polychlorinated dibenzofurans. France: Lyon Press, 1997.
- [8] Abraham Brouwer, Ulf G. Ahlborg, F.X. Rolaf van Leeuwen, M. Mark Feeley. Report of the 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] NATO/CCMS. Scientific bases for the development of international toxicity equivalency factor (I-TEF) method of risk assessment for the complex mixtures of dioxins and related compounds. Washington D.C.: North Atlantic Treaty Organization/Committee on Challenges of Modern Society, 1988.
- [12] Canadian Environmental Quality Guidelines[J]. Government of Canada Public Works & Government Services Canada, 2002.
- [13] UNEP Chemicals. Dioxin and furan inventories: National and regional emissions of PCDD/PCDF. Geneva: UNEP Chemicals, 1999, 22-23.
- [14] 日本環境省 ダイオキシン類対策特別措置法[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, Polybrominated and 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	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	
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+活性炭硅胶净化	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
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	/
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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> CDF	1.36	0.93	1.11	1.24	1.29	1.15	1.12	1.17	0.14	3.143	0.44	1.8
5	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> CDD	0.29	0.19	0.24	0.25	0.27	0.24	0.24	0.25	0.03	3.143	0.094	0.38
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	1.43	0.94	1.13	1.28	1.30	1.15	1.14	1.20	0.16	3.143	0.49	2.0
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	1.36	0.98	1.11	1.26	1.34	1.18	1.14	1.20	0.13	3.143	0.42	1.7
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> CDD	2.74	2.11	2.18	2.25	2.52	2.14	2.14	2.30	0.24	3.143	0.76	3.1

表 1-7 实验室 4 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)							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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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

### 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，五氯代二噁英类~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，五氯代二噁英类~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，五氯代二噁英类~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（四氯代二噁英类~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  $\mu$ 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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
			1.37					27.7					263			
			0.90					27.1					233			

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 <sub>6</sub> 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			
			1.21					27.4					229			
5	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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			
			1.21					27.4					229			
6	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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			
			1.21					27.4					229			
7	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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			

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					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-H7CDF	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-H7CDF	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 <sub>8</sub> 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			
			2.54					54.7					476			
			3.25					45.9					487			



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					52.3					556									
			2.93					45.4					491									
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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
			0.76															20.1				261
			0.75															29.9				269

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 (%)
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	1.25	1.16	1.32	0.27	20.6	25	25.4	26.6	2.64	9.9	250	270	243	14.7	6.1
			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 <sub>7</sub> 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			
17	O <sub>8</sub> 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			

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 (%)
			2.13				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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
			1.31					32.2					272			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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

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 (%)
			1.51					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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			1.52					26.8					250			
			1.49					25.1					298			

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 (%)										
			1.74					32.2					293													
			1.18					31.2					283													
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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			
			1.34															30.2					299			
			1.42															30.9					271			
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	1.25	1.69	1.55	0.21	13.7	25	25.3	28.6	2.82	9.9	250	296	283	15.2	5.4										
			1.84															28.7					261			
			1.33															25.1					292			
			1.65															31.5					277			
			3.05															49.0					477			
			2.78															57.0					510			
10	O <sub>8</sub> CDF	2.5	3.18	3.06	0.39	12.8	50	57.0	53.8	3.41	6.3	500	523	497	22.4	4.5										
			2.58															55.0					473			
			3.05															50.3					517			
			3.73															54.8					481			
			3.05															49.0					477			
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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										

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 (%)
			0.32					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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			1.59					26.5					243			
			1.77					32.4					299			

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 (%)
			1.46					25.2					266			
			1.80					27.5					286			
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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			
			2.30					57.2					491			
18	二噁英类毒性当量	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



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)		2.9				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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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			

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 (%)
			1.58				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 <sub>6</sub> CDF	1.25	1.14	1.26	0.22	17.6	25	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 <sub>6</sub> CDF	1.25	1.27	1.43	0.15	10.4	25	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 <sub>6</sub> CDF	1.25	1.27	1.23	0.16	13.1	25	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				
			1.11					19.3				213				
			1.03					23.8				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 (%)
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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			
			0.20					4.7					48			
			0.16					5.2					49			

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 (%)							
			0.19				4.6					44											
			0.20				4.7					45											
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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
			1.61															23.8					205
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	1.25	1.12	1.28	0.20	15.5	25	21.7	23.2	1.14	4.9	250	191	207	15.1	7.3							
			1.38															21.8					195
			1.05															23.9					233
			1.25															24.0					205
			1.29															24.0					213
			1.13															19.1					201
			1.05															22.8					251
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	1.25	1.29	1.22	0.18	15.1	25	21.2	20.5	1.45	7.1	250	198	226	24.8	11.0							
			1.19															19.8					258
			1.56															19.0					226
			1.11															21.0					222
			1.50															20.8					208
			1.54															25.5					228
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD	1.25	1.50					1.34					0.15				11.3	25	20.8	21.4	2.89	13.5	250
			1.54				25.5							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 (%)
			1.16				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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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			
			2.6					43					479			
			2.5					45					436			

表 1-13 实验室 4 空白石英砂精密度测试数据

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
			1.03					23.7					197			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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

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 (%)
			0.84					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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			1.22					25.6					236			
			1.22					24.4					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 (%)
			0.92					22.4					191			
			1.28					21.3					220			
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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			
			2.05					40.8					421			
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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

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 (%)
			0.21					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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			0.80					24.8					199			
			0.93					21.6					205			

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 (%)											
			0.94					24.3					216														
			1.00					19.1					224														
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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				
			0.81															25.6					194				
			0.99															25.5					233				
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	1.25	0.99	1.09	0.20	18.3	25	19.7	24.3	2.45	10.1	250	205	212	15.3	7.2											
			1.28															23.5					198				
			1.34															25.1					220				
			1.13															26.4					223				
			1.83															52.4					466				
			2.09															49.0					436				
17	O <sub>8</sub> CDD	2.5	2.07	2.10	0.28	13.3	50	46.7	47.5	3.59	7.6	500	471	439	26.1	5.9											
			2.55															49.8					426				
			1.80															43.2					433				
			2.24															43.8					402				
18	二噁英类毒性当量	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

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)		2.1					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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
			0.98					26.3					271			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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

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 (%)
			1.15					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 <sub>6</sub> CDF	1.25	1.28	1.28	0.16	12.5	25	22.2	24.4	1.49	6.1	250	255	249	16.06	6.4
			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 <sub>6</sub> CDF	1.25	1.24	1.20	0.14	11.4	25	27.7	25.7	1.81	7.0	250	235	252	14.22	5.6
			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 <sub>6</sub> CDF	1.25	1.16	1.32	0.12	9.3	25	27.1	25.2	2.02	8.0	250	266	254	14.67	5.8
			1.45					23.9					264			
			1.38					26.8					242			
			1.24					27.1					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 (%)
			1.44					22.7					231			
			1.23					23.6					268			
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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			
			2.28					41.0					500			
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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

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 (%)
			0.30					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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			1.48					24.3					229			
			1.07					28.9					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 (%)							
			1.50					28.6					234										
			1.08					26.3					251										
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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										
			1.01					22.2					228										
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	1.25	1.12	1.09	0.10	9.1	25	27.7	24.4	3.00	12.3	250	261	242	14.48	6.0							
			1.19					22.1					239										
			1.20					22.6					229										
			1.08					23.1					259										
			0.95					28.7					236										
			2.19					44.6					529										
			2.57					51.9					481										
17	O <sub>8</sub> CDD	2.5	3.40	2.58	0.61	23.5	50	46.8	48.2	2.72	5.6	500	572	515	38.67	7.5							
			3.24					47.1					495										
			2.03					50.8					473										
			2.06					48.0					542										
			2.5					50					50.9				1.16	2.3	501	501	498	15.50	3.1
			18					二噁英类毒性当量					2.5				2.5	2.5	0.16	6.4	50	50	50.9

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 (%)
	质量分数 (ng TEQ/kg)		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>3</sub> 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 <sub>3</sub> 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			
			1.39					28.1					254			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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

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 (%)
			1.53					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 <sub>6</sub> CDF	1.25	1.65	1.51	0.20	13.1	25	25.5	25.5	1.04	4.1	250	253	265	10.7	4.0
			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 <sub>6</sub> CDF	1.25	1.41	1.40	0.07	5.2	25	30.0	27.7	2.57	9.3	250	256	263	12.6	4.8
			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 <sub>6</sub> CDF	1.25	1.47	1.39	0.14	10.4	25	30.1	29.7	3.44	11.6	250	262	264	4.2	1.6
			1.45					25.3					270			
			1.39					32.8					265			
			1.56					25.7					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 (%)														
			1.34					32.3					264																	
			1.14					32.3					267																	
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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																	
			3.17					54.8					531																	
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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														

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					5.0					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 <sub>5</sub> CDD	1.25	1.31	1.39	0.18	12.7	25	32.6	29.1	2.98	10.2	250	275	269	6.8	2.5
			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 <sub>6</sub> CDD	1.25	1.33	1.43	0.22	15.3	25	31.9	29.5	1.62	5.5	250	277	272	7.1	2.6
			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 <sub>6</sub> CDD	1.25	1.32	1.49	0.23	15.7	25	25.3	27.8	2.38	8.6	250	273	265	14.8	5.6
			1.37					27.5					273			
			1.55					30.5					241			
			1.18					30.3					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 (%)
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD	1.25	1.75	1.59	0.14	8.9	25	24.9	29.4	1.66	5.7	250	254	261	12.9	4.9
			1.74					28.2					280			
			1.62					29.6					278			
			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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> CDD					2.5			
2.37	58.4	486														
3.02	50.1	511														
2.32	51.4	511														
2.98	55.6	515														
2.90	55.4	500														
18	二噁英类毒性当量	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

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)		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
			1.35					20.6					265			
			1.69					29.2					229			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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

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 (%)
			1.14					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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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
			1.10					23.1					244			
			1.08					23.4					248			
			1.27					24.2					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 (%)
			1.63					23.6					269			
			1.05					20.0					236			
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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			
			3.26					53.0					498			
			2.36					53.7					575			
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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

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 (%)
			0.27					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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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
			1.11					25.2					258			
			1.04					25.7					253			
			1.63					20.2					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 (%)
			0.83					27.0					259			
			1.22					23.4					228			
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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			
			1.66					29.1					233			
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	1.25	1.74	1.35	0.36	27.1	25	27.4	25.8	3.29	12.8	250	271	252	14.6	5.8
			1.09					20.5					264			
			1.20					24.7					246			
			1.56					28.8					260			
			0.82					24.1					242			
			3.25					52.4					534			
17	O <sub>8</sub> CDD	2.50	1.58	2.58	0.82	31.8	50	52.4	49.9	2.91	5.8	500	578	524	36.2	6.9
			3.32					49.9					484			
			2.00					45.6					490			
			1.94					51.8					508			
			3.36					47.1					548			
			18					二噁英类毒性当量					2.5			

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)		2.7				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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
			1.83					28.2					289			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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

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					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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			1.16					28.8					261			
			1.11					24.4					251			



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					24.7					251													
			1.82					28.7					291													
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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			
			1.79															29.5					248			
			1.30															30.6					245			
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	1.25	1.75	1.55	0.26	16.5	25	31.1	29.0	2.69	9.3	250	249	258	17.0	6.6										
			1.58															26.4					246			
			1.70															31.5					274			
			1.17															25.0					284			
			3.64															54.7					522			
			2.84															54.7					516			
10	O <sub>8</sub> CDF	2.5	3.42	2.94	0.48	16.5	50	53.4	54.9	2.42	4.4	500	520	522	13.7	2.6										
			2.49															57.3					510			
			2.49															57.9					514			
			2.75															51.4					548			
			3.64															54.7					522			
			2.84															54.7					516			
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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										

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 (%)
			0.31					5.4					55			
			0.37					5.2					51			
			0.33					5.0					55			
			0.37					5.4					51			
			0.37					5.2					50			
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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			
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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			
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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			
			1.27					27.7					299			
			1.59					28.6					269			

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 (%)										
			1.89					31.8					258													
			1.85					26.8					272													
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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			
			1.15															29.3					273			
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	1.25	1.84	1.54	0.36	23.1	25	31.2	28.3	2.32	8.2	250	259	268	20.3	7.6										
			1.39															26.2					244			
			1.94															26.5					300			
			1.15															30.6					253			
			1.78															26.0					278			
			3.33															55.6					482			
17	O <sub>8</sub> CDD	2.5	3.00	3.19	0.33	10.4	50	56.5	54.7	1.38	2.5	500	480	512	29.9	5.8										
			3.35															55.1					530			
			3.69															52.8					537			
			2.75															54.5					548			
			3.03															53.4					493			
18	二噁英类毒性当量	2.5	3.0					3.0					0.17				5.7	50	55	57.0	2.25	3.9	501	542	536	13.2

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 (%)
	质量分数 (ng TEQ/kg)		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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			

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 (%)
			1.02					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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDF					1.25			
1.09	25.9	223														
1.48	24.0	193														
1.22	21.9	199														
1.56	19.1	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 (%)
			1.33					20.3					219			
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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			
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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			

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 0.17 0.17 0.21					5.1 4.6 4.5 4.4					42 47 49 43			
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	1.25	1.25 1.33 1.42 1.51 1.00 1.09	1.27	0.19	15.4	25	24.4 18.1 18.0 20.1 20.4 25.3	21.1	3.11	14.8	250	218 225 197 210 212 241	217	14.8	6.8
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	1.25	1.31 1.57 1.27 1.64 1.61 1.03	1.41	0.24	17.2	25	20.7 24.5 21.1 23.7 21.7 18.5	21.7	2.16	10.0	250	209 243 204 213 251 223	224	19.0	8.5
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	1.25	1.22 1.19 1.52 1.25 1.13	1.31	0.17	13.3	25	18.7 18.9 20.4 21.4 25.6	20.8	2.56	12.3	250	256 256 197 233 208	225	27.4	12.2



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 (%)														
			1.53					19.7					199																	
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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																	
			1.53					25.8					223																	
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	1.25	1.00	1.25	0.24	18.9	25	24.3	22.6	2.86	12.7	250	230	207	16.3	7.9														
			1.38					25.1					204																	
			1.11					19.9					192																	
			1.47					18.9					194																	
			1.02					21.7					195																	
			2.56					48.6					473																	
			2.62					43.7					453																	
17	O <sub>8</sub> CDD	2.5	2.56	2.41	0.20	8.2	50	46.5	44.8	2.82	6.3	500	478	468	25.4	5.4														
			2.14					40.7					504																	
			2.28					43.3					470																	
			2.29					46.2					428																	
			2.6					45					451																	
			18					二噁英类毒性当量 质量分数					2.5				2.6	2.5	0.19	7.5	50	45	44.5	1.71	3.8	501	445	449	7.4	1.7
																	2.6					45					445			

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 (%)
	(ng TEQ/kg)		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
			1.26					22.8					239			
			1.06					23.7					197			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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

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 (%)
			1.02					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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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
			1.33					21.8					229			
			0.89					24.2					221			
			1.17					19.7					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 (%)
			0.98					19.4					218			
			1.31					19.5					217			
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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			
			1.98					42.5					428			
			2.55					50.9					463			
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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

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 (%)
			0.21					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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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
			1.30					23.6					227			
			0.80					19.3					191			
			0.87					21.2					209			

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 (%)
			1.06					25.1					211			
			1.09					21.9					234			
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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			
			0.89					21.4					202			
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	1.25	0.80	0.94	0.11	12.0	25	23.9	24.1	1.86	7.7	250	217	209	15.9	7.6
			1.03					26.3					190			
			0.96					26.0					193			
			1.09					22.8					226			
			0.84					24.2					225			
			2.37					48.3					439			
17	O <sub>8</sub> CDD	2.5	2.58	2.43	0.12	5.1	50	51.5	48.9	2.58	5.3	500	486	471	17.8	3.8
			2.44					48.9					466			
			2.51					52.1					480			
			2.43					47.7					466			
			2.22					45.2					486			
			2.3					46					431			
18	二噁英类毒性当量	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

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					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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
			1.13					23.0					260			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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

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					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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			1.34					29.0					264			
			1.07					27.4					240			

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 (%)													
			1.21					24.3					237																
			1.36					27.6					236																
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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																
			0.97					23.2					264																
			1.27					27.9					268																
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	1.25	1.10	1.09	0.10	9.2	25	24.8	25.0	2.02	8.1	250	235	253	13.72	5.4													
			1.06					24.3					255																
			1.04					22.8					239																
			1.12					26.8					260																
			2.70					40.4					543																
			2.13					51.9					536																
10	O <sub>8</sub> CDF	2.5	2.11	2.75	0.52	19.0	50	51.5	48.0	4.61	9.6	500	570	538	29.17	5.4													
			3.19					45.5					515																
			3.12					51.7					566																
			3.24					46.9					495																
			2.3,7,8-T <sub>4</sub> 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

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					5.1					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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			0.95					23.1					261			
			1.43					28.9					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 (%)
			1.14					26.9					250			
			1.00					25.8					254			
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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			
			1.40					24.1					272			
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	1.25	1.46	1.25	0.23	18.7	25	24.4	24.7	1.21	4.9	250	235	246	16.61	6.7
			0.98					26.2					246			
			1.49					23.0					242			
			1.19					26.0					257			
			0.98					24.6					226			
			2.33					50.2					501			
			2.24					42.3					532			
17	O <sub>8</sub> CDD	2.5	2.82	2.68	0.37	14.0	50	52.9	50.1	4.80	9.6	500	473	500	22.27	4.5
			2.92					46.8					492			
			3.21					53.8					521			
			2.53					54.8					485			
			2.6					53					510			
			2.5					50.9					506			
18	二噁英类毒性当量	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

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				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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
			1.60					28.6					273			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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

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					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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			1.40					27.4					258			
			1.23					25.2					242			



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					265			
			1.44					32.9					243			
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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			
			3.12					52.9					508			
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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

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 (%)
			0.29					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 <sub>5</sub> CDD	1.25	1.16	1.35	0.17	12.6	25	30.1	30.4	2.38	7.8	250	268	264	10.4	3.9
			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 <sub>6</sub> CDD	1.25	1.75	1.54	0.13	8.5	25	32.2	26.6	2.84	10.7	250	265	255	14.6	5.7
			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 <sub>6</sub> CDD	1.25	1.28	1.44	0.21	14.7	25	31.7	30.2	2.51	8.3	250	255	260	9.8	3.8
			1.42					27.9					260			
			1.67					26.3					243			
			1.67					30.8					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 (%)											
			1.43					31.6					269														
			1.14					32.8					266														
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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				
			1.21															26.4					275				
			1.57															25.5					265				
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	1.25	1.37	1.42	0.19	13.4	25	28.4	26.9	1.70	6.3	250	255	264	11.3	4.3											
			1.71															24.4					247				
			1.25															28.3					265				
			1.42															28.2					276				
			3.19															53.8					497				
			2.37															58.7					483				
17	O <sub>8</sub> CDD	2.5	3.02	2.80	0.36	13.0	50	57.6	55.9	2.08	3.7	500	480	490	9.3	1.9											
			2.32															56.3					495				
			2.98															53.4					502				
			2.90															55.6					482				
18	二噁英类毒性当量	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

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)		2.7				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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
			0.86					26.5					239			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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

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 (%)
			1.14					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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			0.90					29.6					226			
			0.86					26.4					242			

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					28.7					223																
			1.63					23.9					266																
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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																
			1.24					29.1					262																
			0.91					28.3					237																
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	1.25	0.89	1.19	0.24	20.4	25	27.0	26.5	2.4	9.1	250	268	246	18.0	7.3													
			1.51					25.2					255																
			1.28					27.1					233																
			1.30					22.4					222																
			3.32					46.2					486																
			2.39					50.2					534																
10	O <sub>8</sub> CDF	2.50	3.14	2.76	0.55	20.0	50	48.0	49.6	2.2	4.3	500	571	532	35.7	6.7													
			2.67					50.3					575																
			1.88					50.7					506																
			3.13					52.2					517																
			2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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

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					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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			1.05					21.6					261			
			0.84					25.7					254			



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 (%)
			1.41					24.7					271			
			1.63					21.7					243			
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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			
			2.80					48.8					501			
18	二噁英类毒性当量	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

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				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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
			1.54					26.1					257			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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

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 (%)
			1.43					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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			1.79					26.5					271			
			1.39					32.5					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 (%)
			1.11					28.8					284			
			1.67					26.6					266			
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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			
			2.73					57.6					514			
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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

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 (%)
			0.35					5.3					55			
			0.32					51								
			0.34					53								
			0.30					52								
			0.33					54								
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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					254								
			0.89					269								
			0.98					248								
			1.75					291								
			1.29					252								
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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					280								
			1.79					278								
			1.93					268								
			1.52					266								
			1.29					298								
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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					273								
			1.56					296								
			1.43					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 (%)
			1.52					28.9					281			
			1.79					24.5					269			
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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			
			2.97					52.9					502			
18	二噁英类毒性当量	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

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)		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
			1.60					25.3					193			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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

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					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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			1.00					23.9					207			
			1.27					25.5					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 (%)														
			1.35					22.3					220																	
			1.01					21.8					198																	
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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																	
			2.34					47.6					462																	
			11					2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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

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					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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			1.03					21.7					244			
			1.18					24.8					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 (%)											
			1.03					21.6					191														
			1.26					22.1					220														
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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				
			1.29															19.5					259				
			1.56															18.7					232				
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	1.25	1.02	1.44	0.24	16.5	25	26.0	21.7	3.1	14.3	250	247	243	9.5	3.9											
			1.56															18.9					245				
			1.54															24.4					238				
			1.65															22.8					238				
			2.05															46.8					490				
			2.28															40.9					493				
17	O <sub>8</sub> CDD	2.5	1.93	2.00	0.15	7.7	50	43.7	45.6	4.0	8.8	500	460	474	32.9	6.9											
			1.83															47.7					426				
			1.98															42.8					520				
			1.95															52.0					458				
18	二噁英类毒性当量	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

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)		2.4					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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
			1.10					26.1					217			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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

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 (%)
			1.01					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 <sub>6</sub> CDF	1.25	0.80	1.14	0.17	15.0	25	26.0	24.5	3.1	12.6	250	237	222	18.9	8.5
			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 <sub>6</sub> CDF	1.25	0.98	1.07	0.21	19.4	25	24.5	23.0	2.4	10.3	250	210	217	12.8	5.9
			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 <sub>6</sub> CDF	1.25	0.89	0.99	0.18	18.1	25	19.2	21.1	1.7	8.2	250	193	205	16.8	8.2
			1.10					19.5					195			
			0.85					21.1					234			
			1.29					20.5					214			



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					23.6					190			
			0.82					22.5					203			
8	1,2,3,4,6,7,8-H7CDF	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-H7CDF	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 <sub>8</sub> 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			
			1.83					46.8					410			
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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

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					4.6					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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			0.98					23.1					194			
			1.07					22.3					211			

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					24.6					200														
			1.23					24.3					217														
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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					
			1.08															22.1				213					
			0.86															22.3				193					
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	1.25	1.21	1.01	0.17	16.6	25	26.4	24.6	2.0	8.0	250	205	214	17.8	8.3											
			0.83															24.7				201					
			1.17															25.8				234					
			0.89															26.4				236					
			2.21															50.8				433					
			2.33															51.3				458					
17	O <sub>8</sub> CDD	2.5	1.71	2.07	0.29	14.0	50	41.9	49.0	3.9	8.0	500	421	438	27.7	6.3											
			2.34															49.5				484					
			1.71															47.6				420					
			2.14															53.0				411					
18	二噁英类毒性当量	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

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)		2.1					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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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			

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 (%)
			1.20					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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			1.27					23.0					242			
			1.06					26.7					261			

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 (%)													
			1.36					26.2					233																
8	1,2,3,4,6,7,8-H7CDF	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																
			1.03					25.1					249																
9	1,2,3,4,7,8,9-H7CDF	1.25	1.52	1.32	0.23	17.1	25	22.6	24.2	2.3	9.3	250	239	245	15.5	6.3													
			1.52					28.2					275																
			1.07					22.6					237																
			1.30					24.3					241																
			1.49					22.3					230																
			2.58					40.3					481																
			2.93					51.3					532																
10	O <sub>8</sub> CDF	2.5	3.33	2.92	0.49	17.0	50	42.7	44.9	5.3	11.8	500	497	519	42.4	8.2													
			2.12					40.5					472																
			3.44					52.0					569																
			3.09					43.0					566																
			0.22					5.3					51																
			11					2,3,7,8-T4CDD					0.25				0.23	0.24	0.03	14.4	5.0	4.8	5.0	0.2	4.1	50	50	0.8	1.7
																	0.23					4.8							

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 (%)
			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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			0.98					25.5					226			
			1.20					22.2					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 (%)
			1.20					27.4					228			
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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			
			1.17					24.4					256			
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	1.25	1.55	1.30	0.16	12.3	25	28.6	25.5	2.8	11.1	250	271	257	13.4	5.2
			1.35					28.4					234			
			1.09					22.6					267			
			1.32					26.8					263			
			1.29					22.3					253			
			2.93					43.7					504			
			17					O <sub>8</sub> CDD					2.5			
2.39	50.7	545														
3.11	43.2	498														
2.30	42.1	545														
2.50	49.3	485														
2.2	52	526														
18	二噁英类毒性当量 质量分数	2.5		2.7	2.5	0.18	7.5		50	51	51.0	1.2		2.4	501	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 (%)
	(ng TEQ/kg)		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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			
			1.34					25.6					276			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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

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 (%)
			1.41					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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			1.29					26.8					279			
			1.47					32.3					277			

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					28.6					255			
			1.74					28.6					262			
8	1,2,3,4,6,7,8-H7CDF	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-H7CDF	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 <sub>8</sub> 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			
			3.32					58.2					492			
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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

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 (%)
			0.29					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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
			1.59					29.1					252			
			1.40					29.7					251			

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					28.0					259			
			1.17					28.8					279			
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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			
			2.90					57.1					487			
18	二噁英类毒性当量	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

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)		2.7					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，五氯代二噁英类~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，五氯代二噁英类~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，五氯代二噁英类~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（四氯代二噁英类~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  $\mu$ 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（四氯代二噁英类~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  $\mu$ 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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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	
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	

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		1.66	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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		0.77	61.6			21.7	86.8			264	105.5	
		ND		0.85	68.0			22.8	91.0			236	94.2	

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 (%)
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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	
		ND		0.28	112.0			4.8	96.0			51	101.4	
		ND		0.24	96.0			5.1	102.8			48	95.6	

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		0.29	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 <sub>5</sub> 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	
		ND												
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	

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		1.59	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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> CDF	ND	1.25	1.79	143.2	118.8	25	28.2	112.7	112.0	250	251	100.2	103.1
		ND		1.51	120.8			28.8	115.2			247	99.0	
		ND		1.76	140.8			27.1	108.4			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		1.12	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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		1.18	94.4			31.2	124.9			283	113.2	
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	ND	1.25	1.25	100.0	111.9	25	27.3	109.2	102.7	250	261	104.5	108.7



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		1.17	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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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	
		ND		0.32	128.0			5.5	109.6			55	109.8	
		ND		0.32	128.0			5.4	108.0			54	107.8	

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		0.28	112.0			4.9	98.0			53	106.4	
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	ND	1.25	1.51	120.8	119.7	25	24.9	99.4	110.0	250	259	103.4	103.3
		ND		1.51	120.8			28.0	112.1			241	96.6	
		ND		1.85	148.0			25.5	101.9			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		1.79	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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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	
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	

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		1.58	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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		1.11	88.8			19.3	77.4			213	85.3	
		ND		1.03	82.4			23.8	95.4			259	103.4	

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 (%)
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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	
		ND		0.20	80.0			4.7	94.6			48	96.2	
		ND		0.16	64.0			5.2	104.0			49	98.0	

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		0.19	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 <sub>5</sub> 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	
		ND												
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	

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		1.16	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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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	
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	

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		1.09	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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		0.92	73.6			22.4	89.4			191	76.2	
		ND		1.28	102.4			21.3	85.4			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 (%)
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	ND	1.25	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	
		ND		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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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	
		ND		0.20	80.0			4.4	87.4			46	91.6	
		ND		0.23	92.0			4.5	90.4			47	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 (%)
		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 <sub>5</sub> 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	
		ND												
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	

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		0.96	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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> CDF	ND	1.25	1.03	82.4	93.1	25	28.6	114.4	105.5	250	237	94.9	102.5
		ND		1.15	92.0			27.2	108.7			258	103.2	
		ND		0.99	79.2			24.4	97.4			268	107.2	

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		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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		1.23	98.4			23.6	94.2			268	107.2	
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	ND	1.25	1.09	87.2	97.3	25	23.3	93.2	95.2	250	240	95.8	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		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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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	
		ND		0.21	84.0			5.0	100.6			51	102.4	
		ND		0.29	116.0			5.5	110.0			49	98.0	



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			5.0	100.6			48	96.2	
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	ND	1.25	1.08	86.4	95.9	25	23.6	94.2	101.4	250	228	91.3	101.1
		ND		1.19	95.2			22.5	90.0			271	108.4	
		ND		1.14	91.2			25.9	103.6			257	102.7	

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		1.29	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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> CDF	ND	1.25	1.68	134.4	120.4	25	31.7	126.8	111.2	250	275	110.1	104.5
		ND		1.53	122.4			24.3	97.0			243	97.2	
		ND		1.70	136.0			25.8	103.2			265	105.9	

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		1.54	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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		1.14	91.2			32.3	129.2			267	106.7	
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	ND	1.25	1.35	108.0	115.3	25	29.2	117.0	114.6	250	251	100.4	101.5

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		1.38	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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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	
		ND		0.38	152.0			5.4	108.8			49	97.0	
		ND		0.25	100.0			5.5	110.0			49	97.6	

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		0.26	104.0			5.0	99.8			52	103.0	
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	ND	1.25	1.62	129.6	126.8	25	29.6	118.5	117.5	250	278	111.2	104.6
		ND		1.75	140.0			28.3	113.1			243	97.2	
		ND		1.53	122.4			29.4	117.6			267	106.9	

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		1.71	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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> CDF	ND	1.25	0.96	76.8	84.3	25	29.8	119.3	102.5	250	258	103.2	96.7
		ND		1.14	91.2			24.0	96.1			244	97.6	
		ND		1.53	122.4			26.4	105.7			256	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		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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		1.05	84.0			20.0	80.1			236	94.5	
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	ND	1.25	1.50	120.0	88.1	25	28.7	114.8	101.2	250	221	88.4	98.1

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		1.12	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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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	
		ND		0.24	96.0			5.0	100.6			52	104.0	
		ND		0.27	108.0			4.6	92.4			52	104.2	

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			4.6	92.4			51	102.6	
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	ND	1.25	1.44	115.2	121.3	25	23.3	93.1	94.2	250	254	101.7	102.1
		ND		1.62	129.6			28.1	112.5			259	103.5	
		ND		1.68	134.4			23.6	94.4			253	101.3	

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		1.46	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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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	
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	

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		1.55	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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		1.26	100.8			24.7	98.7			251	100.5	
		ND		1.82	145.6			28.7	115.0			291	116.5	

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 (%)
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	ND	1.25	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	
		ND		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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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	
		ND		0.37	148.0			5.2	104.6			51	102.2	
		ND		0.33	132.0			5.0	99.8			55	109.4	

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		0.37	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 <sub>5</sub> 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	
		ND												
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	



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			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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> CDF	ND	1.25	1.39	111.2	102.7	25	24.1	96.3	89.9	250	199	79.7	88.5
		ND		1.44	115.2			24.3	97.2			228	91.2	
		ND		1.02	81.6			18.3	73.1			229	91.6	

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		1.46	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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		1.33	106.4			20.3	81.2			219	87.6	
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	ND	1.25	1.36	108.8	101.9	25	18.9	75.5	89.6	250	246	98.5	90.5

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		1.10	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 <sub>8</sub> 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-T <sub>4</sub> CDD	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	
		ND		0.17	68.0			4.6	92.8			47	93.2	
		ND		0.17	68.0			4.5	89.6			49	98.0	

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			4.4	87.2			43	85.4	
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	ND	1.25	1.28	102.4	101.6	25	18.1	72.5	87.6	250	228	91.2	87.7
		ND		1.18	94.4			23.3	93.2			201	80.2	
		ND		1.12	89.6			20.4	81.7			190	76.0	

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		1.30	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-H7CDD	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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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	
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	

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		0.83	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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		0.98	78.4			19.4	77.8			218	87.0	
		ND		1.31	104.8			19.5	78.0			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 (%)
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	
10	O <sub>8</sub> 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	
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	
		ND		0.18	72.0			4.1	81.0			45	90.8	
		ND		0.22	88.0			4.8	96.2			48	95.6	

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		0.18	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 <sub>5</sub> 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	
		ND												
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	

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			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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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	
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	

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		1.42	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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		1.21	96.8			24.3	97.2			237	94.8	
		ND		1.36	108.8			27.6	110.4			236	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 (%)
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	
10	O <sub>8</sub> 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	
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	
		ND		0.21	84.0			5.0	99.2			48	95.0	
		ND		0.24	96.0			4.5	90.8			52	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 (%)	平均回收率 (%)
		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 <sub>5</sub> 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	
		ND												
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	

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		1.48	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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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	
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	

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		1.37	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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		1.34	107.2			26.8	107.3			265	106.1	
		ND		1.44	115.2			32.9	131.5			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 (%)
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	
10	O <sub>8</sub> 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	
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	
		ND		0.33	132.0			5.5	110.0			51	101.4	
		ND		0.35	140.0			5.1	101.6			50	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		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 <sub>5</sub> 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	
		ND												
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	

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			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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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	
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	

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		1.59	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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		1.00	80.0			28.7	114.9			223	89.3	
		ND		1.63	130.4			23.9	95.6			266	106.3	

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 (%)
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	
10	O <sub>8</sub> 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	
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	
		ND		0.25	100.0			4.7	94.4			49	97.8	
		ND		0.28	112.0			4.7	93.4			49	97.0	



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		0.30	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 <sub>5</sub> 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	
		ND												
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	

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		0.86	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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> CDF	ND	1.25	1.54	123.2	123.9	25	26.7	106.9	116.6	250	246	98.5	102.8
		ND		1.43	114.4			26.9	107.5			246	98.3	
		ND		1.37	109.6			28.1	112.4			260	104.2	

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		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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		1.67	133.6			26.6	106.5			266	106.4	
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	ND	1.25	1.53	122.4	137.2	25	32.2	128.8	114.9	250	262	104.6	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		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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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	
		ND		0.34	136.0			5.5	109.8			53	105.4	
		ND		0.30	120.0			5.5	109.2			52	104.0	

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		0.33	132.0			5.2	104.2			54	107.4	
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	ND	1.25	1.82	145.6	131.1	25	24.8	99.3	109.9	250	241	96.3	105.0
		ND		1.62	129.6			24.6	98.2			255	102.0	
		ND		1.43	114.4			32.6	130.5			258	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		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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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	
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	



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		1.48	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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		1.35	108.0			22.3	89.1			220	88.1	
		ND		1.01	80.8			21.8	87.2			198	79.4	

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 (%)
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	ND	1.25	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	
		ND		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 <sub>8</sub> 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	
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	ND	0.25	0.22	88.0	75.3	5.0	5.1	101.4	95.0	50	51	101.8	95.5
		ND		0.20	80.0			4.7	94.2			49	97.4	
		ND		0.21	84.0			4.6	91.0			43	86.0	
		ND		0.17	68.0			4.7	93.2			45	90.4	

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		0.15	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 <sub>5</sub> 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	
		ND												
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	

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		1.01	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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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	
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	

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		1.01	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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		0.98	78.4			23.6	94.5			190	76.1	
		ND		0.82	65.6			22.5	89.8			203	81.3	

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 (%)
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	ND	1.25	0.80	64.0	89.2	25	23.3	93.0	91.7	250	220	88.0	86.9
		ND		1.34	107.2			21.4	85.6			231	92.4	
		ND		1.13	90.4			22.7	90.9			217	86.8	
		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	
10	O <sub>8</sub> CDF	ND	2.5	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	
		ND		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	
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	ND	0.25	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		0.21	84.0			4.8	96.6			44	88.0	
		ND		0.19	76.0			4.6	91.6			50	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		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 <sub>5</sub> 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	
		ND												
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	
		ND												
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	



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			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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> CDF	ND	1.25	1.15	92.0	104.0	25	24.5	97.8	100.8	250	264	105.4	103.8
		ND		1.44	115.2			26.6	106.6			253	101.4	
		ND		1.20	96.0			28.9	115.4			254	101.7	

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 $P_i$ (%)	平均回收率 (%)
		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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		1.36	108.8			26.2	104.8			233	93.1	
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	ND	1.25	1.11	88.8	96.3	25	28.0	112.0	103.3	250	252	101.0	100.2

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 $P_i$ (%)	平均回收率 (%)
		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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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	
		ND		0.20	80.0			5.3	105.0			50	100.6	
		ND		0.29	116.0			4.9	97.2			50	99.6	

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		0.26	104.0			5.0	100.0			49	98.8	
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD	ND	1.25	1.47	117.6	109.7	25	28.3	113.3	101.2	250	274	109.4	102.6
		ND		1.43	114.4			24.0	96.0			273	109.4	
		ND		1.35	108.0			26.6	106.5			241	96.5	

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 $P_i$ (%)	平均回收率 (%)
		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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> CDF	ND	1.25	1.67	133.6	122.1	25	29.7	118.8	107.5	250	241	96.6	99.9
		ND		1.41	112.8			28.2	112.9			248	99.1	
		ND		1.61	128.8			24.4	97.5			258	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		1.23	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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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	
		ND		1.74	139.2			28.6	114.6			262	104.8	
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	ND	1.25	1.35	108.0	110.5	25	29.2	116.7	113.7	250	272	108.8	106.3



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		1.73	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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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	
		ND		0.24	96.0			5.5	110.0			49	97.0	
		ND		0.37	148.0			5.4	108.4			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		0.36	144.0			5.5	109.0			48	96.0	
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	ND	1.25	1.45	116.0	116.3	25	24.9	99.5	111.6	250	246	98.6	104.4
		ND		1.35	108.0			26.4	105.6			254	101.8	
		ND		1.72	137.6			29.6	118.4			246	98.4	

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		1.11	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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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	
		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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDF	2.68±4.0	3.7	3.83	43.03
			3.0		
			4.1		

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 (%)
			3.3		
			4.8		
			4.1		
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> CDF	15.1±4.6	13.6	14.72	-2.54
			12.4		
			17.9		
			14.7		
			16.2		
			13.5		
10	O <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>3</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	8.66±2.7	7.5	8.30	-4.16
			7.4		
			9.9		
			9.8		
			7.4		
			7.8		
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	20.8±4.8	23.0	21.13	1.60
			22.9		

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 (%)
			23.3		
			21.0		
			18.1		
			18.5		
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> CDD	293±63	326.4	299.37	2.17
			263.9		
			245.4		
			281.1		
			349.5		
			329.9		
17	O <sub>8</sub> 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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDF	2.68±4.0	3.8	3.57	33.08
			3.4		
			3.1		

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 (%)
			5.4		
			3.4		
			2.3		
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> CDF	15.1±4.6	14.4	15.98	5.85
			18.3		
			17.4		
			14.7		
			17.8		
			13.3		
10	O <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	8.66±2.7	9.6	8.45	-2.42
			8.6		
			9.1		
			6.9		
			6.6		
			9.9		
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	20.8±4.8	22.0	20.40	-1.92
			21.5		



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 (%)
			19.3		
			19.3		
			22.2		
			18.1		
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> CDD	293±63	349.1	300.10	2.42
			262.2		
			261.2		
			343.3		
			254.9		
			329.9		
17	O <sub>8</sub> 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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDF	2.68±4.0	4.3	3.62	34.95
			3.2		
			4.4		

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 (%)
			2.9		
			4.5		
			2.4		
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> CDF	15.1±4.6	17.5	14.73	-2.43
			13.7		
			12.0		
			17.5		
			13.1		
			14.6		
10	O <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>3</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	8.66±2.7	8.7	8.58	-0.89
			8.6		
			7.7		
			9.9		
			9.8		
			6.8		
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	20.8±4.8	19.8	19.10	-8.17
			20.1		

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 (%)
			17.0		
			17.9		
			22.6		
			17.2		
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> CDD	293±63	296.8	298.98	2.04
			343.7		
			332.1		
			284.6		
			248.6		
			288.1		
17	O <sub>8</sub> 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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDF	2.68±4.0	3.4	3.25	21.27
			3.4		
			3.4		

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 (%)
			3.2		
			3.1		
			3.0		
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> CDF	15.1±4.6	13.7	16.38	8.50
			18.3		
			15.1		
			15.7		
			16.9		
			18.6		
10	O <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	8.66±2.7	7.5	8.52	-1.66
			9.7		
			8.3		
			7.2		
			8.7		
			9.7		
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	20.8±4.8	18.2	19.60	-5.77
			22.7		

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 (%)
			19.5		
			17.4		
			17.2		
			22.6		
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> CDD	293±63	321.3	317.52	8.37
			340.7		
			331.4		
			288.2		
			312.3		
			311.2		
17	O <sub>8</sub> 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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDF	2.68±4.0	3.2	4.00	49.25
			2.5		
			5.3		



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 (%)
			5.2		
			4.6		
			3.2		
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> CDF	15.1±4.6	14.5	14.45	-4.30
			12.8		
			16.6		
			14.5		
			12.3		
			16.0		
10	O <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>3</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	8.66±2.7	8.8	8.35	-3.58
			8.6		
			9.6		
			6.5		
			7.2		
			9.4		
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	20.8±4.8	21.5	21.18	1.84
			22.5		

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 (%)
			21.0		
			19.4		
			21.4		
			21.3		
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> CDD	293±63	343.3	303.68	3.65
			280.4		
			281.4		
			264.6		
			306.9		
			345.5		
17	O <sub>8</sub> 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

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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> CDF	2.68±4.0	3.1	3.33	24.38
			2.1		
			3.6		

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 (%)
			3.7		
			3.8		
			3.7		
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> CDF	15.1±4.6	16.4	16.72	10.71
			18.5		
			17.7		
			14.2		
			16.2		
			17.3		
10	O <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	8.66±2.7	9.6	7.70	-11.09
			6.8		
			6.9		
			7.6		
			8.6		
			6.7		
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	20.8±4.8	19.8	19.73	-5.13
			21.6		

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 (%)
			17.4		
			20.8		
			17.7		
			21.1		
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> CDD	293±63	320.5	301.18	2.79
			299.9		
			331.7		
			288.5		
			291.1		
			275.4		
17	O <sub>8</sub> 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

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

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

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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> 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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -O <sub>8</sub> 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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -O <sub>8</sub> 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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -O <sub>8</sub> 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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -O <sub>8</sub> 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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -O <sub>8</sub> 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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -O <sub>8</sub> 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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -O <sub>8</sub> 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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> CDD	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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -O <sub>8</sub> 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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> 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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> 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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> 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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> 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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> CDD	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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> 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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> 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

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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -O <sub>8</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	94.5	95.5	84.3	69.7	110.7	73.5
2	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	93.5	92.6	87.7	52.5	98.3	70.6
3	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	87.8	83.0	80.7	47.7	85.9	68.7
4	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	109.8	105.0	87.2	101.2	123.1	77.3
5	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	103.1	101.2	84.9	96.4	116.5	73.5
6	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	104.0	100.2	90.1	93.5	114.5	77.3
7	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	91.6	92.6	86.2	83.0	95.5	71.6
8	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	124.1	131.7	83.0	94.5	141.9	67.8
9	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	127.0	135.5	88.9	86.9	128.6	74.5
10	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	102.1	103.1	82.9	114.5	112.6	87.8
11	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	86.9	83.0	86.5	65.9	81.1	79.2
12	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	87.8	83.0	84.7	93.5	99.3	76.4
13	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	93.5	87.8	84.0	93.5	98.3	75.4
14	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	115.5	116.5	84.6	94.5	129.8	75.4
15	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	86.9	85.0	79.2	62.0	86.0	89.7
2	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	69.7	71.6	64.0	52.5	76.5	88.8
3	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	52.5	51.5	52.5	46.8	69.2	86.9
4	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	125.0	109.8	121.2	93.5	95.5	91.6
5	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	116.5	107.9	107.9	89.7	92.2	88.8
6	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	97.4	89.7	109.8	81.1	93.5	93.5
7	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	82.1	77.3	88.8	74.5	84.4	78.3
8	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	117.4	105.0	112.6	82.1	77.5	82.1
9	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	104.0	97.4	124.1	80.2	76.1	78.3
10	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	93.5	95.5	101.2	87.8	84.3	106.9
11	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	52.5	57.3	56.3	52.5	72.1	98.3
12	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	86.9	83.0	85.0	79.2	88.6	89.7
13	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	91.6	85.0	85.0	81.1	93.1	97.4
14	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	92.6	89.7	105.0	82.1	73.7	82.1
15	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	86.3	86.3	93.9	95.5	87.6	93.8
2	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	84.0	84.0	99.6	101.2	95.9	100.0
3	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>3</sub> CDF	84.7	84.7	92.2	91.4	88.6	92.1
4	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	103.0	103.0	90.5	91.6	85.7	90.9
5	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	100.2	100.2	93.7	94.4	87.5	90.4
6	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	102.2	102.2	93.8	94.3	89.4	94.0
7	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	86.3	86.3	92.0	93.1	89.1	94.7
8	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	102.3	102.3	82.6	79.8	78.8	80.8
9	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	97.8	97.8	80.3	86.9	82.5	90.9
10	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	96.7	96.7	95.3	96.8	88.3	93.9
11	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>3</sub> CDD	93.8	93.8	96.5	95.6	92.7	96.3
12	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	108.3	108.3	83.7	85.6	80.1	84.3
13	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	104.1	104.1	87.1	89.3	83.0	87.7
14	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	98.2	98.2	79.0	79.5	76.9	82.5
15	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	101.0	120.5	100.7	101.5	131.4	96.0
2	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>3</sub> CDF	104.0	127.2	105.9	105.9	139.4	101.6
3	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>3</sub> CDF	99.6	121.8	103.1	98.9	149.7	96.7
4	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	92.5	114.4	94.9	89.7	122.2	93.2
5	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	97.1	117.4	97.7	95.7	132.0	101.3
6	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	98.8	119.6	101.0	96.5	130.5	99.7
7	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	105.4	127.2	106.5	103.1	135.7	106.0
8	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	105.4	127.8	107.9	102.1	135.3	104.7
9	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	116.3	133.5	117.5	110.8	135.6	112.6
10	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	101.1	124.1	100.3	100.4	146.7	97.7
11	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>3</sub> CDD	107.1	129.7	107.2	108.2	157.7	102.5
12	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	94.1	113.0	95.3	89.0	120.9	92.0
13	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	97.9	117.7	101.0	98.6	127.6	100.1
14	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	108.1	132.2	108.0	108.2	139.2	109.1
15	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	100.0	49.2	101.8	97.8	56.7	105.6
2	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>3</sub> CDF	106.7	52.2	105.6	102.3	61.5	112.6
3	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>3</sub> CDF	99.0	49.4	99.6	94.8	59.0	105.3
4	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	87.9	45.2	96.3	94.1	55.6	95.9
5	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	94.1	49.3	102.0	100.9	60.0	103.2
6	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	94.7	47.7	103.1	100.8	59.5	103.4
7	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	97.4	52.1	109.7	106.1	63.2	108.4
8	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	99.8	50.5	109.9	109.0	63.5	112.9
9	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	106.9	55.5	117.1	119.3	70.9	124.7
10	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	101.3	49.3	100.4	98.3	59.2	106.0
11	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>3</sub> CDD	107.7	52.3	107.1	101.7	61.2	113.3
12	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	87.5	45.4	96.9	93.3	56.0	96.3
13	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	94.7	48.2	104.5	100.3	58.6	104.8
14	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	102.4	51.8	112.6	109.6	65.5	115.2
15	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> 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	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDF	68.7	83.0	88.8	51.5	64.0	147.9
2	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>3</sub> CDF	78.3	81.1	91.6	55.4	63.0	155.5
3	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-P <sub>3</sub> CDF	78.3	80.2	87.8	53.5	60.1	128.0
4	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	86.9	84.0	93.5	64.0	70.6	127.1
5	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	79.2	81.1	81.1	60.1	69.7	126.5
6	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	87.8	87.8	86.9	64.9	71.6	132.8
7	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	71.6	79.2	75.4	62.0	66.8	130.4
8	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	56.3	75.4	58.2	59.2	64.9	113.0
9	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	58.2	86.9	57.3	64.0	70.6	134.0
10	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	84.0	103.1	108.8	68.7	81.1	132.5
11	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-P <sub>3</sub> CDD	89.7	92.6	102.1	65.9	73.5	136.1
12	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	84.0	85.0	79.2	65.9	67.8	125.0
13	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	80.2	86.9	85.0	64.9	68.7	121.1
14	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	59.2	88.8	63.0	66.8	72.5	119.7
15	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - O <sub>8</sub> 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 10.0 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> CDF	0.4	1.6
10	八氯代二苯并呋喃	O <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> CDD	0.5	2.0
17	八氯代二苯并-对-二噁英	O <sub>8</sub> 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, 五氯代二噁英类~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, 五氯代二噁英类~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, 五氯代二噁英类~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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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							
			250	1	255	17.4						6.8	247
		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 <sub>5</sub> 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)	
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF		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						
		1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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)
		25.0	6	1.39	0.14	10.4	25.5	3.0	11.8	7.3	10.7
			1	23.2	2.87	12.4					
			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					
		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 <sub>7</sub> 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)	
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF		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						
		1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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)
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	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					
		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)
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD	1.25	6	265	14.8	5.6	1.32	0.21	16.2	0.5	0.8
			1	1.32	0.27	20.6					
			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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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							
			7										
		18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/kg)	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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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							
			6	27.6	3.12	11.3							
		250	1	243	14.5	6.0	248	16.0	6.5	40.7	58.3		
			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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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)		
		25.0	6	1.31	0.09	7.2	25.0	2.7	10.7	6.9	9.8		
			1	23.5	2.09	8.9							
			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							
		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 <sub>7</sub> 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)
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF		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					
		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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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					
			1	249	14.0	5.6					
		250	2	265	16.0	6.0	242	26.8	11.1	36.4	82.2
			3	217	14.8	6.8					
			4	202	8.6	4.3					
			5	258	12.9	5.0					
			6	264	10.4	3.9					
			1	1.13	0.30	26.9					
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								
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	1.25	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					
		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)
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	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					
		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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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)
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/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					
			7								
		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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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							
			250	1	246	20.5						8.3	240
		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 <sub>5</sub> 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)		
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF		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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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)		
		25.0	6	1.46	0.21	14.4	25.7	3.1	12.1	5.9	10.2		
			1	26.5	2.7	10.1							
			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							
		250	6	29.2	2.4	8.3	240	29.9	12.5	38.9	91.0		
			1	241	17.3	7.2							
			2	274	14.2	5.2							
			3	203	9.4	4.6							
			4	205	16.8	8.2							
			5	249	9.9	4.0							
		8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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)
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF		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					
		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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>6</sub> CDD	1.25	1	1.10	0.21	18.9	1.25	0.22	17.8
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)
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	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					
		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)
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDD	1.25	6	258	12.8	5.0	1.33	0.19	14.6	0.6	0.8
			1	1.22	0.32	25.8					
			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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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)
18	二噁英类毒性当量 质量分数 (ng TEQ/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					
			7	500	31.5	6.0					
		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，五氯代二噁英类~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，五氯代二噁英类~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，五氯代二噁英类~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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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)	$P_i$ (%)						$\bar{P}$ (%)	$S_p$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_p$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	250	97.2	103.3	87.6	84.5	101.1	104.6	96.4	8.4	96.4±16.9
		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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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			
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	250	102.1	107.1	87.7	83.3	97.6	102.9	96.8	9.3	96.8±18.7
		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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>7</sub> 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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>5</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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 <sub>6</sub> 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)	$P_i$ (%)						$\bar{P}$ (%)	$S_P$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_P$ (%)
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	250	96.6	105.0	85.4	84.5	102.6	104.4	96.4	9.4	96.4±18.7
		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 <sub>8</sub> 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 <sub>4</sub> 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 <sub>i</sub> (%)	9.33	6.41	9.77	-1.21	5.68	4.67			
2	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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 <sub>i</sub> (%)	-5.69	-5.42	13.36	-14.68	2.78	1.46			
3	2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> 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 <sub>i</sub> (%)	-5.05	-12.79	-13.78	7.84	-18.02	-17.03			
4	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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 <sub>i</sub> (%)	-11.74	-10.13	-8.92	8.23	-15.55	-9.92			
5	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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 <sub>i</sub> (%)	-11.25	5.83	-3.69	1.40	-9.03	-1.56			
6	2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> 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 <sub>i</sub> (%)	-7.60	-2.19	-4.69	1.25	-9.27	2.29			
7	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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 <sub>i</sub> (%)	43.03	33.08	34.95	21.27	49.25	24.38			
8	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>i</sub> (%)	-1.53	4.40	2.58	11.83	1.38	2.03			
9	1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> 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 <sub>i</sub> (%)	-2.54	5.85	-2.43	8.50	-4.30	10.71			
10	O <sub>8</sub> 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 <sub>i</sub> (%)	7.78	-8.08	-10.97	8.48	15.30	7.84			

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			
11	2,3,7,8-T <sub>4</sub> 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
		RE <sub>i</sub> (%)	-4.14	3.86	-8.00	5.46	0.80	11.52			
12	1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> 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 <sub>i</sub> (%)	-7.04	1.13	-16.25	-8.92	8.25	15.16			
13	1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> 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 <sub>i</sub> (%)	-4.16	-2.42	-0.89	-1.66	-3.58	-11.09			
14	1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> 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 <sub>i</sub> (%)	1.60	-1.92	-8.17	-5.77	1.84	-5.13			
15	1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> 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 <sub>i</sub> (%)	5.97	-14.84	1.35	-9.54	-0.48	3.18			
16	1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> 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 <sub>i</sub> (%)	2.17	2.42	2.04	8.37	3.65	2.79			
17	O <sub>8</sub> 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 <sub>i</sub> (%)	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 <sub>i</sub> (%)	-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 <sub>4</sub> CDF	29.6~148
2	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDF	26.7~156
3	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-P <sub>5</sub> CDF	23.6~150
4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDF	39.0~131
5	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	41.0~129
6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-H <sub>6</sub> CDF	33.4~134
7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H <sub>6</sub> CDF	33.9~131
8	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDF	28.7~142
9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-H <sub>7</sub> CDF	27.7~136
10	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-T <sub>4</sub> CDD	39.5~147
11	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-P <sub>5</sub> CDD	25.8~158
12	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-H <sub>6</sub> CDD	37.1~138
13	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-H <sub>6</sub> CDD	39.1~129
14	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-H <sub>7</sub> CDD	31.5~139
15	$^{13}\text{C}_{12}$ -O <sub>8</sub> 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 10.0 g, 定容体积为 30  $\mu\text{l}$  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, 五氯代二噁英类~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，五氯代二噁英类~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，五氯代二噁英类~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，五氯代二噁英类~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，五氯代二噁英类~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, 五氯代二噁英类~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%。

### 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%。