

《农产品产地土壤中挥发性有机物的测定 双柱气相色谱法》

编 制 说 明

（征求意见稿）

农产品产地土壤中挥发性有机物的测定 双柱气相色谱法
国家标准编写组

2022 年 9 月

目录

编 制 说 明	3
1 工作概况	3
1.1 标准制定的目的和意义	3
1.2 任务来源	4
2 编制过程	4
2.1 立项阶段	4
2.2 预研阶段	4
2.3 起草阶段主要工作内容	5
2.4 编写标准编制说明和标准文本	5
2.5 征求意见处理情况说明	5
3 土壤中挥发性有机物的测定检测研究与应用现状.....	5
4 标准的编制原则、主要内容及依据	6
4.1 标准编制原则	6
4.2 方法概述	7
4.3 标准主要技术内容及确定依据	7
4.3.1 标准的适用范围	7
4.3.2 原理	7
4.3.3 试剂和材料	7
4.3.4 仪器和设备	8
4.3.5 样品前处理条件的选择	8
4.3.5.1 低含量试样	8
4.3.5.2 高含量试样	9
4.3.6 仪器分析条件的选择	9
4.3.7 方法评价	9
4.3.7.1 方法检出限和测定下限	9
4.3.7.2 精密度	16
4.3.7.3 加标回收率	31
4.3.7.4 工作曲线线性	46
4.3.8 结论	49
4.3.9 同行验证说明	50
5 采用国际标准	51
6 与现行法律法规和强制性标准的关系.....	51
7 重大分歧意见的处理经过和依据	51
8 标准作为强制性或推荐性标准的意见.....	52
9 贯彻标准的要求和措施建议	52
10 废止现行有关标准的建议	52
11 其他应予说明的事项	52

国家标准

《农产品产地土壤中挥发性有机物的测定 双柱气相色谱法》

编制说明

(征求意见稿)

1 工作概况

1.1 标准制定的目的和意义

挥发性有机物 (Volatile Organic Compounds VOCs) 具有较低的沸点, 极易挥发和迁移, 可以通过大气沉降、雨水冲刷和地表流进入土壤或地下水中, 也可以从土壤中解吸进入大气中。土壤是污染物的最终受体, 土壤污染越来越引起人们的关注。VOCs 是一类有机污染物的总称, 不同国家对 VOCs 的关注点不同, 定义不一。挥发性有机物是土壤中一类主要的污染物, 其毒性、刺激性、光化学反应活性和“三致”作用, 引起了人们的高度重视。

VOCs 被土壤和地下水吸附, 会达到气、液、固 三相平衡。VOCs 在土壤中含量很低, 不容易被发现和除去。VOCs 在土壤中发生迁移和转化, 并且与土壤中复杂基体发生吸附、置换、结合等作用或反应, 最终形成难溶物质存在于土壤中, 降解困难, 需要恢复时间长; VOCs 种类很多, 分子之间也会发生复杂的化学反应, 碳原子的数目和结合方式多样, 杂原子的种类不同, 会生成很多中间产物; VOCs 毒性很大, 产生致癌、致畸、致突变以及生理毒性, 并且会引起光化学烟雾和二次有机气溶胶, 危害人的健康、环境、农产品质量与安全。土壤中 VOCs 的污染特性主要有隐蔽性、不可逆性、中间产物复杂和毒害性。经过长期的积累, 土壤会缓慢释放 VOCs, 人体及生物长期接触该类土壤或者食用污染土壤生长的食物, 将会带来健康安全的风险。

我国土壤中 VOCs 分析标准的目标物主要是卤代烃和芳香烃, 对于烷烃、环烷烃、烯烃的分析监测工作未明确。但非甲烷总烃已被列入大气污染物, 挥发性石油烃也已被列入水质的分析范围。随着国家对土壤环境的重视, 土壤中的烷烃、环烷烃、烯烃的监测工作势在必行, 农产品产地土壤中 VOCs 的分析方法标准亟待研究。

该标准的研究制定弥补了农产品产地及农业生态环境高标准、高质量、高效、低耗、快速检测的技术要求, 日益保障人民对美好生活, 美丽环境的要求, 前移食品质量安全的关口, 合理国际贸易中的技术壁垒、是我们饭碗质量安全的重要保证, 国产替代高端进口装备的积极示范。

该方法双柱双检测器检测气相色谱法的确立，是高端制造进口替代积极实践的标准贡献，是加大内循环、促进国内国际双循环发展新格局的有益支撑。该方法操作便捷、高效、低耗、检测限低、重现性好、适用性强。

1.2 任务来源

本标准根据浙江科技学院承担的国家重点研发计划“国家质量基础的共性技术研究与应用（NQI）”专项“农产品产地环境评价分级与保护改良共性标准研究（项目编号：2018YFF0213400）”下设课题“农产品产地环境质量调查和监测共性技术标准研究（课题编号：2018YFF0213401）”的“农产品产地环境中 VOCs 的检测技术研究”工作任务（任务编号：2018YFF0213401.6）的任务要求开展。根据《国家标准化管理委员会关于下达 2022 年第二批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发【2022】22 号），国家标准化管理委员会正式批准《农产品产地土壤中挥发性有机物的测定 双柱气相色谱法》（计划号：20220540-T-326）立项，由浙江科技学院、中国标准化研究院、北京农林科学院、中国地质大学（北京）郑州研究院、吉林省产品质量监督检验院、生态环境部土壤与农业农村生态环境监管技术中心、上海大学、杭州希科检测技术有限公司、杭州北南检测科技有限公司、山东众城标准信息科技有限公司、等参加研究、起草、编制，本标准由中华人民共和国农业农村部提出，全国土壤标准化技术委员会负责归口管理。

本标准依据《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》（GB/T 1.1-2020）和《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》（GB/T 20001.4）进行编制。

2 编制过程

2.1 立项阶段

2019 年 9 月份开始研讨国家标准的立项工作，编制国家标准的草案和撰写立项申请书，建议的标准化技术委员会及归口单位，交流讨论文本修订，同时开展实验室的试验工作，2020 年的 6 月份正式申报，经过标准化技术委员会评审、行业行政主管部门审核、通过上报国家标准评审中心的评审、公示、再次经过相关行政部门的立项征求意见，协商一致后立项。

2.2 预研阶段

2.2.1 成立验证编制小组

根据项目《农产品产地环境中 VOCs 的检测技术研究》研究的基础，2020 年 1 月成立了标准编制小组，成员主要是多年从事农业环境及土壤检测分析的技术人员组成，并邀请了土壤环境分析和标准编制的国内资深专家参加指导。

2.2.2 研究建立标准方法，进行标准方法学的试验和验证

2020 年 7 月，标准编制组按照要求，结合开题论证意见以及其制定标准的相关要求，参考相关标准和资料及文献确定实验方案，并进行验证性试验。选择最佳分离、检测条件。完成了《农产品产地环境中挥发性有机物的测定 双柱气相色谱法》方法验证方案。

2.3 起草阶段主要工作内容

根据前期的标准研究基础全面的开展了方法学的试验验证工作，完成了表 2 HS-FID 方法检出限、测定下限表、表 3 HS-ECD 方法检出限、测定下限表、表 4 HS-FID 土壤加标样品 1（0.100mg/kg）精密度测定结果、表 5 HS-FID 土壤加标样品 2（0.500mg/kg）精密度测定结果、表 6 HS-FID 土壤加标样品 3（0.900mg/kg）精密度测定结果、表 7 HS-ECD 土壤加标样品 1（0.050mg/kg）精密度测定结果、表 8 HS-ECD 土壤加标样品 2（0.250mg/kg）精密度测定结果、表 9 HS-ECD 土壤加标样品 3（0.450mg/kg）精密度测定结果、表 10 HS-FID 土壤加标样品 1（0.100mg/kg）加标回收率测定结果、表 11 HS-FID 土壤加标样品 2（0.500mg/kg）加标回收率测定结果、表 12 HS-FID 土壤加标样品 3（0.900mg/kg）加标回收率测定结果、表 13 HS-ECD 土壤加标样品 1（0.050mg/kg）加标回收率测定结果、表 14 HS-ECD 土壤加标样品 2（0.250mg/kg）加标回收率测定结果、表 15 HS-ECD 土壤加标样品 3（0.450mg/kg）加标回收率测定结果、表 16 HS-FID 各物质保留时间、回归方程、相关系数和线性范围登记表、表 17 HS-ECD 各物质保留时间、回归方程、相关系数和线性范围登记表等 8 平行样的高、中、低三个层次浓度的数据测试，经数据分析汇总确定了检出限、精密度、回收率、线性相关系数的具体数值。

2.4 编写标准编制说明和标准文本

2022 年 4 月，编写了《农产品产地土壤中挥发性有机物的测定 双柱气相色谱法》的标准编制说明和标准文本并开始征求意见和同行验证工作。

2.5 征求意见处理情况说明

通过现代媒体微信发出百分标准征求意见文本，目前收到 69 条意见和建议，我们都认真的逐条的进行了讨论和确定是采纳还或不采纳，同时根据征求意见专家的反馈意见和建议对标准的文本和编制说明进行修订和完善。

3 土壤中挥发性有机物的测定检测研究与应用现状

国外早在 20 世纪 70 年代 已有土壤中 VOCs 的相关研究及政策法规，建立了土壤中 VOCs 的分析标准。我国对 VOCs 的监测对象主要为大气和水质，对土壤中 VOCs 的管控起步较晚。2004 年 12 月国家环境保护总局发布 HJ/T166-2004《土壤环境监测技术规范》，开始涉及土壤中 VOCs 的采样和保存，当时还没有相应的土壤中 VOCs 分析的方法标准出台；2011-2015

年，我国出台了土壤中 VOCs 的检测行业标准，实现了对土壤中 VOCs 的定量检测，国务院印发的《土壤污染防治行动计划》简称“土十条”，坚持预防为主、保护优先、风险管控，突出重点区域、行业和污染物，实施分类别、分用途、分阶段治理，严控新增污染、逐步减少存量，形成政府主导、企业担责、公众参与、社会监督的土壤污染防治体系；但现有的检测方法，设备价格高、国产化率低、操作冗赘，均以污染的环境为检测目标，难以满足农产品产地及生态环境大规模的日常检测和保障我们饭碗质量安全以及国际生态产品贸易的实际需要。在“土十条”的大背景下，国家环保部、财政部、国土资源部、农业部、卫生计生委联合印发《全国土壤污染状况详查总体方案》；目前亟待便捷、高效、低耗、检测限低、重现性好、适用性强、国产进口替代的农产品产地及生态环境土壤中 VOCs 检测广泛适用的方法标准。

VOCs 的种类复杂，不同国家对 VOCs 的关注点不同，因此 VOCs 定义不同。美国主要从环保出发，对可挥发并能参加大气光化学反应的 VOCs 进行严格控制。世界卫生组织(WHO)、德国、欧盟、日本等主要从沸点或初馏点作限定，而不强调 VOCs 大气光化学反应活性。我国已有的 VOCs 定义也不统一，既有从光化学反应活性定义，也有从沸点或初馏点定义，造成了 VOCs 管控的标准和方向不同，难以做到严格统计和检测。常见的 VOCs 可以分为烷烃、烯烃、芳烃类、卤代烃、脂类、酮类、醛类和其他组分。

美国 EPA 在 1970 年代已有对于土壤中 VOCs 的分析方法。EPA 土壤中 VOCs 的分析标准已经成熟。国际上相关的分析标准大都采用或者借鉴 EPA 的分析标准。国内报道大气和水中 VOCs 的分析方法较多，研究土壤中 VOCs 的文献较少。国内主要是在 EPA 的基础上建立了土壤和沉积物中 VOCs 的分析标准，国内标准的分析对象主要为挥发性卤代烃和挥发性芳烃，大多采用气相色谱-质谱法，本标准制定采用双气路双检测器同时检测的气相色谱法，实现了 56 种或以上 VOCs 检测的快速、便捷、高效、低耗。该方法未见相关标准和文献报道。

该标准的研制单位由高校、专业标准研究机构、农业土壤研究中心、食品安全检测机构、环境监测机构及该领域的教授、博士、高级工程师等人员组成，保障了标准制定的科学性、专业性和实用性及可推广性，专业技术和高素质的人才及良好的工作基础是我们完成这一工作的有力保障。

4 标准的编制原则、主要内容及依据

4.1 标准编制原则

标准编制遵循“统一性、协调性、适用性、一致性、规范性”的原则，尽可能与国际通行标准接轨，注重标准的可操作性，本标准严格按照《标准化工作导则第 1 部分：标准的结构

和编写规则》（GB/T 1.1—2020）、《标准编写规则第 4 部分：化学分析方法》（GB/T 20001.4—2001）的规定进行编写和表述。

4.2 方法概述

标准编制组检索了国内外相关标准、资料及文献，先后查阅了国内外相关法律法规和分析方法及工作经验，确定了操作便捷、效率高、检测限低、重现性好、适用性强的，易普及和检测设备可实现国产替代的双柱气相色谱法进行检测，外标法定量的技术路线，首次体现出土壤中 56 个或以上 VOCs 参数采用气相色谱法同时进行检测。

4.3 标准主要技术内容及确定依据

4.3.1 标准的适用范围

本文件规定了农产品产地土壤中挥发性有机物的气相色谱的检测方法。

本文件适用于农产品产地及相关的土壤中烷烃、环烷烃、烯烃、卤代烃和芳香烃等挥发性有机物含量的定性定量检测。

4.3.2 原理

在一定的温度条件下，顶空瓶内样品中的挥发性有机成分经过挥发，在气、固、液三相达到热力学动态平衡时，用顶空进样器进样，经气相色谱双进样口进样、双柱分离一根柱进入氢火焰、另一根柱进入电子捕获检测器、双检测器检测、同时记录，或其他离子化检测器检测，以保留时间定性，外标或内标定量，计算出目标物的含量。该方法操作便捷、效率高、检测限低、重现性好、适用性强。

4.3.3 试剂和材料

4.3.3.1 实验用水：二次蒸馏水或通过纯水设备制备的水，符合GB/T 6682 二级水要求。

使用前需经过空白试验，确认在目标化合物的保留时间区间内无干扰色谱峰出现或者其中的目标化合物浓度低于方法检出限。

4.3.3.2 载气：高纯氦气，纯度99.999%，高纯氮气，纯度99.999%，分别通过装有分子筛、活性炭、硅胶的净化管净化。

4.3.3.3 挥发性有机混合物标准品：1,1-二氯乙烯；二氯甲烷；反-1,2-二氯乙烯；1,1-二氯乙烷；2,2-二氯丙烷；顺-1,2-二氯乙烯；氯仿；溴氯甲烷；1,1,1-三氯乙烷；四氯化碳；1,2-二氯乙烷；苯；三氯乙烯；1,2-二氯丙烷；溴二氯甲烷；二溴甲烷；顺-1,3-二氯丙烯；甲苯；反-1,3-二氯丙烯；1,1,2-三氯乙烷；1,3-二氯丙烷；四氯乙烯；二溴氯甲烷；1,2-二溴乙烷；氯苯；1,1,2-四氯乙烷；乙苯；间二甲苯；对二甲苯；邻二甲苯；苯乙烯；异丙苯；溴仿；1,1,2,2-四氯乙烷；1,2,3-三氯丙烷；正丙苯；溴苯；1,3,5-三甲苯；2-氯甲苯；4-氯甲苯；叔丁基苯；

1,2,4-三甲苯；仲丁基苯；对异丙基苯；1,3-二氯苯； 1,4- 二氯苯；正丁苯；1,2-二氯苯； 1,2-二溴-3-氯丙烷；1,2,4-三氯苯；六氯丁二烯；萘；1,2,3-三氯苯（不限于这些参数）。配置成各组分浓度为1mg/L的贮备液。

4.3.3.4 甲醇（CH₃OH）：色谱级。

使用前，需通过检验，确认无目标化合物或目标化合物浓度低于方法检出限。

4.3.3.5 石英毛细管柱60m（长）×250μm（内径）×1.4μm（膜厚）固定相为聚乙二醇或其他等效色谱柱。

4.3.3.6 氯化钠（NaCl）：优级纯。

在马弗炉中400℃下烘烤 4 h，置于干燥器中冷却至室温，转移至磨口玻璃瓶中保存。

4.3.3.7 磷酸（H₃PO₄）：优级纯。

4.3.3.8 饱和氯化钠溶液。

量取500 mL实验用水（5.1），滴加几滴磷酸（5.7）调节 pH≤2，加入180g氯化钠（5.6），溶解并混匀。于4℃下保存，可保存6个月。

4.3.3.9 石英砂（SiO₂）：分析纯，20目--50目。

使用前需通过检验，确认无目标化合物或目标化合物浓度低于方法检出限。

4.3.4 仪器和设备

4.3.4.1 气相色谱仪—氢火焰检测器（FID）和电子捕获检测器（ECD）或其他离子化检测器。

4.3.4.2 电子天平：精度0.0001g。

4.3.4.3 采样器：聚四氟乙烯或不锈钢材质铁铲和不锈钢药勺。

4.3.4.4 棕色密实瓶：2mL具聚四氟乙烯衬垫和实心螺旋盖。

4.3.4.5 采样瓶：40mL棕色玻璃瓶，螺旋盖（带聚四氟乙烯涂层密封垫）。

4.3.4.6 顶空进样装置：顶空瓶（22mL）、密封垫（聚四氟乙烯/硅氧烷材料）、瓶盖（螺旋盖或一次性使用的压盖）。

4.3.4.7 气密性注射器。

4.3.4.8 微量注射器：10μL，100μL。

4.3.4.9 马弗炉。

4.3.4.10 便携式冷藏箱。

4.3.5 样品前处理条件的选择

4.3.5.1 低含量试样

称取 2g 样品置于顶空瓶中，迅速向顶空瓶中加入 10.0 mL 饱和氯化钠溶液立即密封，在振荡器上振荡以 150 次/min 的频率振荡 10 min，静置 10min 后使用。

4.3.5.2 高含量试样

对于测定结果大于 1000μg/kg 的试样称取 2g 样品置于顶空瓶中，迅速加入 10 mL 甲醇，密封，在振荡器上振荡以 150 次/min 的频率振荡 10 min。静置沉降后，用一次性巴斯德玻璃吸液管移取约 1 mL 提取液至 2 mL 棕色玻璃瓶中，必要时，提取液可进行离心分离。该提取液可置于冷藏箱内 4℃下保存，保存期为 14 d。在分析之前将提取液恢复到室温后，向空的顶空瓶中加入 2g 石英砂、10mL 饱和氯化钠溶液和 10~100 μL 甲醇提取液,立即密封，在振荡器上振荡以 150 次/min 的频率振荡 10 min，静置 10min 后使用。

4.3.6 仪器分析条件的选择

本试验采用气相色谱法进行分析。色谱参考条件：

4.3.6.1 顶空进样器参考工作条件

加热平衡温度 85℃；加热平衡时间 50min；取样针温度 100℃；传输线温度 110℃；传输线为经过惰性处理；内径为 0.32mm 的石英毛细管柱；压力化平衡时间 1min；进样时间 0.2min；拔针时间为 0.4min。

4.3.6.2 气相色谱仪参考工作条件

升温程序：35℃（保持 5min） 4℃/min 150℃ 2℃/min 175℃ 10℃/min 230℃。进样口温度：220 ℃。检测器温度：250 ℃。载气：氮气；载气流量：1 mL/min；氢气流量：30 mL/min；空气流量：400 mL/min。进样方式为分流进样，分流比为 10:1。可以参考已给的色谱图或必要时可通过顶空气相色谱质谱仪初步确定升温程序并标记 56 种挥发性有机物的出峰位置。

4.3.7 方法评价

4.3.7.1 方法检出限和测定下限

参照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的要求，以产生仪器信噪比 2~5 倍响应值所对应浓度（含量）的样品进行重复 7 次平行测定，计算测定结果的标准偏差，按照公式（1）计算方法检出限。

$$MDL = t_{(n-1,0.99)} \times S \dots\dots\dots (1)$$

式中：MDL——方法检出限；

n——样品平行测定的次数；

t——自由度为 n-1，置信度为 99%时的 t 分布（单侧）；

S——n 次平行测定的标准偏差。

其中，当自由度为 n-1，置信度为 99%时的 t 值可参考表 1 取值。

表 1 t 值表

平行测定次数 (n)	自由度 (n -1)	t(n-1,0.99)
7	6	3.143
8	7	2.998
9	8	2.896
10	9	2.821
11	10	2.764
16	15	2.602
21	20	2.528

如果样品的浓度（含量）超过计算出的方法检出限 10 倍，或者样品浓度（含量）低于计算出的方法检出限，则都需要调整样品浓度重新进行测定。测定下限为 4 倍的检出限。

当取样量为 2g，定容体积为 10mL 时，本标准 56 种挥发性有机物的检出限和测定下限见表 2 和表 3。本方法氢火焰检测器的检出限平均值 0.0109mg/kg、定量限平均值 0.0438mg/kg；电子捕获检测器的检出限平均值 1.0503μg/kg、定量限平均值 4.212μg/kg。

表 2 HS-FID 方法检出限、测定下限表

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7	8				
氯乙烯	0.0172	0.0115	0.0107	0.0106	0.0128	0.0147	0.0135	0.0134	0.0131	0.0022	0.007	0.028
1,1-二氯乙烯	0.0182	0.0225	0.0184	0.0155	0.0194	0.0165	0.0181	0.0167	0.0182	0.0022	0.007	0.028
二氯甲烷	0.0215	0.0212	0.0219	0.0192	0.0247	0.0196	0.0167	0.0145	0.0199	0.0032	0.01	0.04
反式-1,2-二氯乙烯	0.0214	0.0246	0.0225	0.0213	0.0249	0.0226	0.0209	0.0197	0.0222	0.0018	0.006	0.024
1,1-二氯乙烷	0.1077	0.1036	0.0953	0.1081	0.1143	0.1106	0.1106	0.1126	0.1079	0.0060	0.02	0.08
2-氯-1,3-丁二烯	0.0254	0.0255	0.0225	0.0255	0.0285	0.0192	0.0251	0.0230	0.0243	0.0028	0.009	0.036
顺式-1,2-二氯乙烯/2,2-二氯丙烷	0.0491	0.0434	0.0386	0.0433	0.0427	0.0309	0.0389	0.0388	0.0407	0.0053	0.02	0.08
溴氯甲烷	0.0266	0.0274	0.0293	0.0212	0.0307	0.0242	0.0262	0.0277	0.0267	0.0030	0.009	0.036
三氯甲烷	0.0381	0.0461	0.0433	0.0439	0.0474	0.0335	0.0422	0.0409	0.0419	0.0045	0.02	0.08
1,1,1-三氯乙烷	0.0403	0.0440	0.0386	0.0438	0.0478	0.0426	0.0401	0.0426	0.0425	0.0029	0.009	0.036
1,1-二氯丙烯/四氯化碳	0.0584	0.0560	0.0596	0.0592	0.0550	0.0582	0.0526	0.0625	0.0577	0.0031	0.01	0.04
1,2-二氯乙烷/苯	0.0428	0.0388	0.0391	0.0409	0.0404	0.0347	0.0354	0.0386	0.0388	0.0027	0.009	0.036
三氯乙烯	0.0312	0.0271	0.0329	0.0298	0.0319	0.0303	0.0255	0.0282	0.0296	0.0025	0.008	0.032
1,2-二氯丙烷	0.0286	0.0303	0.0296	0.0268	0.0286	0.0275	0.0247	0.0267	0.0279	0.0018	0.006	0.024
二溴甲烷	0.0796	0.0711	0.0793	0.0924	0.0852	0.0799	0.0724	0.0839	0.0805	0.0069	0.03	0.12
一溴二氯甲烷	0.0980	0.0879	0.1129	0.0925	0.0881	0.0820	0.0886	0.0893	0.0924	0.0094	0.03	0.12

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7	8				
顺式-1,3-二氯丙烯	0.0132	0.0156	0.0144	0.0166	0.0116	0.0176	0.0151	0.0167	0.0151	0.0020	0.006	0.024
甲苯	0.0210	0.0217	0.0202	0.0195	0.0221	0.0190	0.0211	0.0206	0.0207	0.0011	0.004	0.016
反式-1,3-二氯丙烯	0.0972	0.0691	0.0781	0.0838	0.0737	0.0758	0.0862	0.0759	0.08	0.0088	0.03	0.12
1,1,2-三氯乙烷	0.0793	0.0740	0.0710	0.0862	0.0826	0.0836	0.0780	0.0843	0.0799	0.0053	0.02	0.08
四氯乙烯	0.0355	0.0356	0.0301	0.0354	0.0341	0.0357	0.0338	0.0361	0.0345	0.0020	0.006	0.024
1,3-二氯丙烷	0.0467	0.0387	0.0404	0.0443	0.0443	0.0394	0.0437	0.0411	0.0423	0.0028	0.009	0.036
二溴一氯甲烷	0.1077	0.0826	0.0978	0.1064	0.1084	0.0919	0.1084	0.0906	0.0992	0.0100	0.03	0.12
1,2-二溴乙烷	0.0431	0.0486	0.0387	0.0433	0.0421	0.0572	0.0488	0.0472	0.0461	0.0057	0.02	0.08
氯苯	0.0150	0.0152	0.0150	0.0143	0.0145	0.0130	0.0123	0.0141	0.0142	0.0010	0.004	0.016
1,1,1,2-四氯乙烷	0.0083	0.0136	0.0148	0.0118	0.0123	0.0119	0.0132	0.0164	0.0128	0.0024	0.008	0.032
乙苯	0.0180	0.0181	0.0165	0.0177	0.0173	0.0139	0.0144	0.0175	0.0167	0.0016	0.005	0.02
对/间-二甲苯	0.0663	0.0668	0.0662	0.0646	0.0688	0.0637	0.0622	0.0611	0.065	0.0026	0.008	0.032
邻-二甲苯/苯乙烯	0.0321	0.0276	0.0260	0.0273	0.0270	0.0216	0.0232	0.0258	0.0263	0.0031	0.01	0.04
三溴甲烷	0.0394	0.0579	0.0432	0.0573	0.0602	0.0570	0.0461	0.0477	0.0511	0.0079	0.03	0.12
异丙苯	0.0197	0.0191	0.0176	0.0191	0.0182	0.0148	0.0134	0.0176	0.0174	0.0022	0.007	0.028
1,1,2,2-四氯乙烷	0.0738	0.0785	0.0739	0.0879	0.0710	0.0821	0.0784	0.0723	0.0772	0.0057	0.02	0.08

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7	8				
溴苯/1,2,3-三氯丙烷	0.0478	0.0438	0.0500	0.0460	0.0476	0.0430	0.0446	0.0412	0.0455	0.0029	0.009	0.036
正丙苯	0.0379	0.0359	0.0411	0.0351	0.0378	0.0335	0.0332	0.0340	0.0361	0.0027	0.009	0.036
2-氯甲苯	0.0179	0.0188	0.0174	0.0174	0.0177	0.0152	0.0147	0.0177	0.0171	0.0014	0.005	0.020
1,3,5-三甲基苯	0.0172	0.0170	0.0181	0.0175	0.0167	0.0158	0.0146	0.0173	0.0168	0.0011	0.004	0.016
4-氯甲苯	0.0098	0.0096	0.0129	0.0121	0.0101	0.0101	0.0087	0.0116	0.0106	0.0014	0.005	0.020
叔丁基苯	0.0432	0.0431	0.0447	0.0422	0.0437	0.0408	0.0394	0.0408	0.0422	0.0018	0.006	0.024
1,2,4-三甲基苯	0.0148	0.0163	0.0169	0.0158	0.0158	0.0155	0.0170	0.0159	0.016	0.0007	0.003	0.012
仲丁基苯	0.0461	0.0470	0.0451	0.0459	0.0490	0.0443	0.0414	0.0425	0.0452	0.0024	0.008	0.032
1,3-二氯苯	0.0152	0.0140	0.0155	0.0144	0.0162	0.0136	0.0129	0.0127	0.0143	0.0013	0.004	0.016
4-异丙基甲苯	0.0106	0.0151	0.0112	0.0112	0.0104	0.0069	0.0083	0.0101	0.0105	0.0024	0.008	0.032
1,4-二氯苯	0.0150	0.0130	0.0124	0.0150	0.0147	0.0137	0.0118	0.0124	0.0135	0.0013	0.004	0.016
正丁基苯	0.0252	0.0229	0.0221	0.0241	0.0207	0.0169	0.0223	0.0232	0.0222	0.0025	0.008	0.032
1,2-二氯苯	0.0118	0.0123	0.0128	0.0116	0.0138	0.0111	0.0113	0.0114	0.012	0.0009	0.003	0.012
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.0702	0.0761	0.0805	0.0818	0.0717	0.0767	0.0768	0.0744	0.076	0.0040	0.02	0.08
1,2,4-三氯苯	0.0236	0.0233	0.0214	0.0209	0.0210	0.0223	0.0217	0.0222	0.0221	0.0010	0.004	0.016
六氯丁二烯	0.0444	0.0416	0.0405	0.0402	0.0484	0.0418	0.0396	0.0408	0.0422	0.0029	0.009	0.036
萘	0.0119	0.0124	0.0087	0.0090	0.0092	0.0101	0.0093	0.0091	0.01	0.0014	0.005	0.02
1,2,3-三氯苯	0.0108	0.0159	0.0156	0.0141	0.0145	0.0165	0.0158	0.0154	0.0148	0.0018	0.006	0.024

表 3 HS-ECD 方法检出限、测定下限表

目标化合物名称	测定结果 (µg/kg)								平均值 x (µg/kg)	标准偏差 S (µg/kg)	检出限 (µg/kg)	测定下限 (µg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7	8				
1,1-二氯乙烯	1.1334	0.8581	0.7021	0.7696	0.9626	0.8220	0.7375	0.7930	0.8473	0.1404	0.5	2.0
二氯甲烷	25.75	26.50	26.55	25.45	25.95	26.20	27.40	27.95	26.47	0.84	3	12
反式-1,2-二氯乙烯	30.65	31.35	26.95	31.55	30.25	30.30	31.50	30.55	30.39	1.49	5	20
1,1-二氯乙烷	23.85	25.00	22.30	24.10	22.50	24.25	22.75	21.25	23.25	1.25	4	16
2-氯-1,3-丁二烯	0.7841	0.7117	0.7269	0.7223	0.7312	0.8583	0.8431	0.7978	0.7719	0.0575	0.2	0.8
顺式-1,2-二氯乙烯/2,2-二氯丙烷	1.5233	1.3325	1.8473	1.4359	1.4511	1.4098	1.1414	1.3619	1.4379	0.2002	0.7	2.8
溴氯甲烷	0.6600	0.6878	0.6400	0.6436	0.5945	0.6703	0.6819	0.6666	0.6556	0.0298	0.09	0.36
三氯甲烷	2.2429	2.3640	2.3826	2.1197	2.3974	2.3539	2.1215	2.2414	2.2779	0.1137	0.4	1.6
1,1,1-三氯乙烷	0.2129	0.2259	0.2110	0.1981	0.2144	0.2201	0.2154	0.2181	0.2145	0.0081	0.03	0.12
1,1-二氯丙烯/四氯化碳	0.1181	0.1281	0.1208	0.1141	0.1231	0.1241	0.1215	0.1243	0.1218	0.0043	0.02	0.08
1,2-二氯乙烷	24.80	24.80	26.00	26.50	26.45	23.80	25.25	24.65	25.28	0.96	3	12.0
三氯乙烯	0.1929	0.1987	0.1961	0.1658	0.1790	0.1789	0.1880	0.2023	0.1877	0.0123	0.04	0.16
1,2-二氯丙烷	31.45	29.75	30.40	31.35	29.60	29.20	31.90	31.50	30.64	1.03	4	16
二溴甲烷	0.1707	0.1785	0.1694	0.1768	0.1753	0.1652	0.1749	0.1759	0.1733	0.0045	0.02	0.08
一溴二氯甲烷	0.8826	0.9039	0.8102	0.7821	0.8151	0.8163	0.8739	0.8860	0.8463	0.0452	0.2	0.8
顺式-1,3-二氯丙烯	0.6204	0.5249	0.6055	0.5673	0.5784	0.5147	0.5080	0.6208	0.5675	0.0468	0.2	0.8
反式-1,3-二氯丙烯	0.6465	0.5923	0.6223	0.6204	0.7312	0.6990	0.4517	0.4258	0.5987	0.1085	0.4	1.6

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (µg/kg)	标准偏差 S (µg/kg)	检出限 (µg/kg)	测定下限 (µg/kg)
	1	2	3	4	5	6	7	8				
1,1,2-三氯乙烷	0.4992	0.4716	0.3861	0.3733	0.3229	0.5178	0.4450	0.4667	0.4353	0.0678	0.3	1.2
四氯乙烯/1,3-二氯丙烷	0.0381	0.0483	0.0538	0.0401	0.0428	0.0398	0.0411	0.0321	0.0420	0.0066	0.02	0.08
二溴一氯甲烷	0.3160	0.3240	0.2793	0.2703	0.2732	0.2818	0.2881	0.3237	0.2946	0.0229	0.07	0.28
1,2-二溴乙烷	0.5613	0.5327	0.4986	0.5152	0.5288	0.4813	0.5150	0.5309	0.5205	0.0241	0.08	0.32
1,1,1,2-四氯乙烷	0.1918	0.1972	0.1946	0.1855	0.1943	0.1960	0.1911	0.1943	0.1931	0.0037	0.02	0.08
三溴甲烷	0.6274	0.5916	0.4858	0.4516	0.4529	0.4025	0.4371	0.4705	0.4899	0.0783	0.3	1.2
1,1,2,2-四氯乙烷	0.6110	0.6297	0.6405	0.5385	0.6519	0.6514	0.6332	0.6335	0.6237	0.0368	0.2	0.8
溴苯/1,2,3-三氯丙烷	1.4962	0.9118	1.2568	1.0826	0.8382	1.2952	1.2361	1.3551	1.1840	0.2240	0.7	2.8
2-氯甲苯	24.95	25.95	22.45	25.15	23.25	23.25	23.30	24.15	24.06	1.20	4	16
4-氯甲苯	38.50	39.05	38.95	39.30	38.65	38.25	35.85	33.85	37.80	1.93	6	24
1,3-二氯苯	0.2921	0.2410	0.2552	0.3614	0.2308	0.2358	0.3636	0.3086	0.2861	0.0545	0.2	0.8
1,4-二氯苯	1.3104	1.4148	0.9594	1.1309	0.9544	0.7790	1.0130	1.0874	1.0812	0.2047	0.7	2.8
1,2-二氯苯	0.6926	0.6341	0.7427	0.6740	0.9185	0.6786	0.7045	0.6056	0.7063	0.0954	0.3	1.2
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.2487	0.3990	0.4354	0.2511	0.2974	0.3399	0.3276	0.3316	0.3288	0.0653	0.2	0.8
1,2,4-三氯苯	0.7837	0.7424	0.7521	0.5702	0.5237	0.5946	0.4232	0.4217	0.6015	0.1449	0.5	2.0
六氯丁二烯	0.0381	0.0317	0.0260	0.0291	0.0279	0.0275	0.0252	0.0256	0.0289	0.0043	0.02	0.08
1,2,3-三氯苯	0.5774	0.6428	0.6383	0.6258	0.6736	0.5499	0.4725	0.4550	0.5794	0.0813	0.3	1.2

4.3.7.2 精密度

对含目标化合物浓度分别为线性范围最高点 0.1 倍、0.5 倍和 0.9 倍的土壤加标样品 1、2、3，进行了 8 次重复测定，HS-FID 相对标准偏差范围为 2.0%-12.0%，HS-ECD 相对标准偏差范围为 1.5%-15.5%，说明该方法的精密度较高，满足标准要求，结果见表 4-9。

表 4 HS-FID 土壤加标样品 1 (0.100mg/kg) 测定结果

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
氯乙烯	0.104	0.099	0.098	0.095	0.117	0.115	0.113	0.108	0.106	0.00839	7.9
1,1-二氯乙烯	0.101	0.107	0.102	0.107	0.110	0.106	0.106	0.105	0.106	0.00288	2.7
二氯甲烷	0.105	0.109	0.100	0.084	0.095	0.094	0.080	0.099	0.096	0.00985	10.3
反式-1,2-二氯乙烯	0.100	0.093	0.088	0.090	0.105	0.091	0.110	0.106	0.098	0.00844	8.6
1,1-二氯乙烷	0.108	0.104	0.095	0.108	0.114	0.111	0.111	0.113	0.108	0.00614	5.7
2-氯-1,3-丁二烯	0.105	0.108	0.112	0.119	0.117	0.108	0.115	0.109	0.112	0.00496	4.4
顺式-1,2-二氯乙烯/2,2-二氯丙烷	0.228	0.214	0.238	0.222	0.228	0.218	0.218	0.214	0.223	0.00833	3.7
溴氯甲烷	0.091	0.073	0.072	0.079	0.083	0.086	0.089	0.086	0.082	0.00709	8.6
三氯甲烷	0.102	0.096	0.101	0.096	0.091	0.114	0.117	0.112	0.104	0.00958	9.2
1,1,1-三氯乙烷	0.109	0.113	0.113	0.116	0.117	0.116	0.118	0.110	0.114	0.00330	2.9
1,1-二氯丙烯/四氯化碳	0.236	0.218	0.234	0.236	0.240	0.236	0.224	0.240	0.233	0.00786	3.4
1,2-二氯乙烷/苯	0.234	0.200	0.218	0.222	0.216	0.208	0.212	0.220	0.216	0.01011	4.7
三氯乙烯	0.101	0.097	0.110	0.107	0.118	0.103	0.121	0.109	0.108	0.00819	7.6

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
1,2-二氯丙烷	0.103	0.082	0.089	0.097	0.096	0.084	0.085	0.095	0.091	0.00746	8.2
二溴甲烷	0.080	0.071	0.079	0.092	0.085	0.080	0.072	0.084	0.080	0.00686	8.6
一溴二氯甲烷	0.098	0.088	0.113	0.093	0.088	0.082	0.089	0.089	0.093	0.00946	10.2
顺式-1,3-二氯丙烯	0.098	0.078	0.085	0.089	0.083	0.083	0.079	0.089	0.086	0.00646	7.5
甲苯	0.114	0.102	0.116	0.114	0.124	0.119	0.121	0.122	0.117	0.00693	5.9
反式-1,3-二氯丙烯	0.097	0.069	0.078	0.084	0.074	0.076	0.086	0.076	0.080	0.00873	10.9
1,1,2-三氯乙烷	0.079	0.074	0.071	0.086	0.083	0.084	0.078	0.084	0.080	0.00533	6.7
四氯乙烯	0.075	0.087	0.092	0.090	0.103	0.106	0.089	0.095	0.092	0.00966	10.5
1,3-二氯丙烷	0.090	0.099	0.112	0.104	0.107	0.099	0.106	0.102	0.102	0.00661	6.5
二溴一氯甲烷	0.108	0.083	0.098	0.106	0.108	0.092	0.108	0.091	0.099	0.00972	9.8
1,2-二溴乙烷	0.072	0.075	0.088	0.080	0.079	0.073	0.091	0.087	0.081	0.00727	9.0
氯苯	0.115	0.104	0.109	0.101	0.106	0.112	0.115	0.105	0.108	0.00524	4.9
1,1,1,2-四氯乙烷	0.101	0.073	0.096	0.085	0.092	0.080	0.086	0.081	0.087	0.00916	10.5
乙苯	0.115	0.109	0.110	0.111	0.108	0.102	0.102	0.107	0.108	0.00441	4.1
对/间-二甲苯	0.228	0.226	0.236	0.236	0.230	0.208	0.220	0.234	0.227	0.00950	4.2
邻-二甲苯/苯乙烯	0.222	0.194	0.212	0.220	0.244	0.204	0.210	0.218	0.216	0.01473	6.8
三溴甲烷	0.072	0.099	0.088	0.108	0.089	0.094	0.089	0.082	0.090	0.01079	12.0
异丙苯	0.114	0.114	0.116	0.120	0.118	0.112	0.112	0.107	0.114	0.00402	3.5
1,1,2,2-四氯乙烷	0.074	0.079	0.074	0.088	0.071	0.082	0.078	0.072	0.077	0.00573	7.4

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
溴苯/1,2,3-三氯丙烷	0.200	0.150	0.170	0.176	0.174	0.152	0.166	0.176	0.171	0.01570	9.2
正丙苯	0.118	0.107	0.115	0.114	0.111	0.111	0.108	0.113	0.112	0.00364	3.3
2-氯甲苯	0.112	0.107	0.108	0.108	0.121	0.113	0.113	0.115	0.112	0.00461	4.1
1,3,5-三甲基苯	0.117	0.114	0.119	0.106	0.106	0.102	0.103	0.106	0.109	0.00656	6.0
4-氯甲苯	0.098	0.092	0.094	0.091	0.115	0.101	0.101	0.113	0.101	0.00909	9.0
叔丁基苯	0.119	0.113	0.118	0.114	0.113	0.111	0.106	0.114	0.114	0.00404	3.5
1,2,4-三甲基苯	0.103	0.099	0.111	0.110	0.104	0.102	0.112	0.107	0.106	0.00472	4.5
仲丁基苯	0.117	0.108	0.118	0.117	0.112	0.114	0.116	0.114	0.115	0.00330	2.9
1,3-二氯苯	0.100	0.086	0.103	0.081	0.097	0.096	0.096	0.099	0.095	0.00744	7.8
4-异丙基甲苯	0.125	0.103	0.102	0.113	0.115	0.112	0.113	0.112	0.112	0.00718	6.4
1,4-二氯苯	0.073	0.080	0.097	0.077	0.087	0.080	0.087	0.088	0.084	0.00760	9.0
正丁基苯	0.116	0.110	0.118	0.112	0.115	0.114	0.113	0.111	0.114	0.00267	2.3
1,2-二氯苯	0.105	0.093	0.107	0.113	0.105	0.085	0.088	0.100	0.100	0.00989	9.9
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.070	0.076	0.080	0.082	0.072	0.077	0.077	0.074	0.076	0.00396	5.2
1,2,4-三氯苯	0.095	0.095	0.094	0.098	0.105	0.088	0.079	0.090	0.093	0.00763	8.2
六氯丁二烯	0.105	0.106	0.114	0.112	0.104	0.098	0.100	0.103	0.105	0.00547	5.2
萘	0.084	0.074	0.082	0.084	0.074	0.071	0.075	0.080	0.078	0.00510	6.5
1,2,3-三氯苯	0.098	0.078	0.095	0.096	0.096	0.079	0.090	0.088	0.090	0.00784	8.7

表 5 HS-FID 土壤加标样品 2 (0.500mg/kg) 测定结果

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
氯乙烯	0.518	0.510	0.565	0.523	0.540	0.504	0.519	0.533	0.527	0.01937	3.7
1,1-二氯乙烯	0.542	0.520	0.581	0.560	0.585	0.547	0.561	0.579	0.559	0.02242	4.0
二氯甲烷	0.481	0.421	0.516	0.425	0.501	0.428	0.460	0.460	0.462	0.03588	7.8
反式-1,2-二氯乙烯	0.505	0.504	0.549	0.527	0.558	0.525	0.554	0.541	0.533	0.02108	4.0
1,1-二氯乙烷	0.502	0.481	0.559	0.541	0.571	0.514	0.552	0.541	0.533	0.03078	5.8
2-氯-1,3-丁二烯	0.518	0.492	0.571	0.549	0.570	0.522	0.545	0.559	0.541	0.02787	5.2
顺式-1,2-二氯乙烯/2,2-二氯丙烷	0.922	0.880	1.030	0.978	1.042	0.900	1.000	0.980	0.967	0.05983	6.2
溴氯甲烷	0.420	0.419	0.468	0.462	0.492	0.434	0.474	0.444	0.452	0.02656	5.9
三氯甲烷	0.473	0.471	0.524	0.478	0.537	0.494	0.517	0.533	0.503	0.02757	5.5
1,1,1-三氯乙烷	0.529	0.493	0.570	0.569	0.593	0.532	0.580	0.592	0.557	0.03559	6.4
1,1-二氯丙烯/四氯化碳	1.076	1.010	1.160	1.138	1.184	1.080	1.126	1.160	1.117	0.05758	5.2
1,2-二氯乙烷/苯	0.982	0.950	1.094	1.056	1.124	1.008	1.072	1.064	1.044	0.05880	5.6
三氯乙烯	0.512	0.486	0.577	0.533	0.592	0.515	0.560	0.558	0.542	0.03615	6.7
1,2-二氯丙烷	0.455	0.431	0.520	0.493	0.541	0.467	0.504	0.493	0.488	0.03569	7.3
二溴甲烷	0.344	0.347	0.407	0.364	0.432	0.335	0.410	0.377	0.377	0.03573	9.5
一溴二氯甲烷	0.454	0.475	0.541	0.528	0.556	0.485	0.530	0.515	0.511	0.03548	6.9
顺式-1,3-二氯丙烯	0.420	0.424	0.490	0.469	0.511	0.432	0.466	0.449	0.458	0.03246	7.1
甲苯	0.509	0.486	0.572	0.545	0.581	0.523	0.557	0.561	0.542	0.03295	6.1

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
反式-1,3-二氯丙烯	0.396	0.395	0.457	0.422	0.482	0.393	0.433	0.413	0.424	0.03217	7.6
1,1,2-三氯乙烷	0.420	0.404	0.470	0.446	0.509	0.409	0.463	0.465	0.448	0.03578	8.0
四氯乙烯	0.392	0.394	0.458	0.453	0.507	0.416	0.460	0.450	0.441	0.03867	8.8
1,3-二氯丙烷	0.536	0.522	0.602	0.608	0.596	0.568	0.606	0.613	0.581	0.03529	6.1
二溴一氯甲烷	0.400	0.399	0.447	0.473	0.499	0.440	0.469	0.452	0.447	0.03474	7.8
1,2-二溴乙烷	0.404	0.386	0.446	0.441	0.514	0.393	0.438	0.407	0.429	0.04139	9.6
氯苯	0.478	0.453	0.531	0.524	0.540	0.512	0.526	0.515	0.510	0.02951	5.8
1,1,1,2-四氯乙烷	0.464	0.425	0.556	0.484	0.535	0.491	0.506	0.495	0.495	0.04042	8.2
乙苯	0.498	0.473	0.562	0.548	0.571	0.516	0.544	0.555	0.533	0.03428	6.4
对/间-二甲苯	1.006	0.962	1.134	1.086	1.140	1.024	1.098	1.102	1.069	0.06429	6.0
邻-二甲苯/苯乙烯	0.958	0.916	1.080	1.024	1.090	0.984	1.052	1.058	1.020	0.06204	6.1
三溴甲烷	0.343	0.305	0.395	0.402	0.381	0.382	0.399	0.414	0.378	0.03621	9.6
异丙苯	0.514	0.486	0.561	0.559	0.564	0.513	0.547	0.557	0.538	0.02926	5.4
1,1,2,2-四氯乙烷	0.312	0.317	0.387	0.358	0.371	0.339	0.391	0.357	0.354	0.02959	8.4
溴苯/1,2,3-三氯丙烷	0.822	0.822	0.970	0.914	1.004	0.866	0.946	0.920	0.908	0.06680	7.4
正丙苯	0.494	0.470	0.549	0.526	0.555	0.499	0.536	0.549	0.522	0.03111	6.0
2-氯甲苯	0.471	0.454	0.534	0.519	0.549	0.486	0.520	0.523	0.507	0.03297	6.5
1,3,5-三甲基苯	0.479	0.462	0.534	0.517	0.531	0.480	0.521	0.527	0.506	0.02812	5.6

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
4-氯甲苯	0.468	0.462	0.531	0.511	0.527	0.475	0.513	0.517	0.501	0.02767	5.5
叔丁基苯	0.507	0.465	0.551	0.530	0.560	0.499	0.538	0.559	0.526	0.03347	6.4
1,2,4-三甲基苯	0.491	0.457	0.548	0.510	0.540	0.484	0.518	0.530	0.510	0.03083	6.0
仲丁基苯	0.496	0.462	0.552	0.536	0.547	0.501	0.536	0.551	0.523	0.03267	6.2
1,3-二氯苯	0.448	0.442	0.543	0.497	0.544	0.483	0.516	0.500	0.497	0.03839	7.7
4-异丙基甲苯	0.480	0.451	0.541	0.522	0.537	0.492	0.517	0.531	0.509	0.03167	6.2
1,4-二氯苯	0.437	0.424	0.499	0.470	0.501	0.458	0.479	0.483	0.469	0.02775	5.9
正丁基苯	0.453	0.445	0.517	0.514	0.520	0.504	0.528	0.527	0.501	0.03304	6.6
1,2-二氯苯	0.494	0.504	0.453	0.487	0.492	0.415	0.422	0.487	0.469	0.03466	7.4
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.338	0.343	0.401	0.332	0.356	0.348	0.347	0.364	0.354	0.02157	6.1
1,2,4-三氯苯	0.401	0.399	0.488	0.450	0.462	0.417	0.446	0.443	0.438	0.03080	7.0
六氯丁二烯	0.369	0.349	0.422	0.412	0.394	0.373	0.396	0.413	0.391	0.02533	6.5
萘	0.371	0.388	0.458	0.436	0.484	0.411	0.450	0.426	0.428	0.03728	8.7
1,2,3-三氯苯	0.409	0.408	0.470	0.459	0.485	0.428	0.460	0.461	0.448	0.02880	6.4

表 1 HS-FID 土壤加标样品 3 (0.900mg/kg) 测定结果

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
氯乙烯	0.792	0.827	0.786	0.779	0.787	0.762	0.786	0.843	0.795	0.02648	3.3
1,1-二氯乙烯	0.847	0.911	0.867	0.882	0.836	0.845	0.875	0.919	0.873	0.03049	3.5
二氯甲烷	0.738	0.701	0.688	0.696	0.673	0.638	0.662	0.673	0.684	0.02978	4.4
反式-1,2-二氯乙烯	0.846	0.844	0.826	0.840	0.815	0.811	0.837	0.873	0.837	0.01969	2.4
1,1-二氯乙烷	0.823	0.846	0.836	0.844	0.831	0.803	0.830	0.860	0.834	0.01703	2.0
2-氯-1,3-丁二烯	0.842	0.889	0.860	0.868	0.840	0.831	0.867	0.901	0.862	0.02438	2.8
顺式-1,2-二氯乙烯/2,2-二氯丙烷	1.440	1.526	1.444	1.490	1.448	1.384	1.434	1.524	1.461	0.04868	3.3
溴氯甲烷	0.726	0.652	0.679	0.704	0.691	0.636	0.647	0.655	0.674	0.03148	4.7
三氯甲烷	0.803	0.768	0.798	0.786	0.774	0.752	0.766	0.785	0.779	0.01718	2.2
1,1,1-三氯乙烷	0.868	0.907	0.877	0.898	0.863	0.851	0.892	0.903	0.882	0.02058	2.3
1,1-二氯丙烯/四氯化碳	1.718	1.808	1.748	1.774	1.704	1.702	1.776	1.852	1.760	0.05295	3.0
1,2-二氯乙烷/苯	1.634	1.632	1.648	1.646	1.630	1.556	1.630	1.680	1.632	0.03494	2.1
三氯乙烯	0.846	0.880	0.847	0.866	0.838	0.818	0.853	0.899	0.856	0.02531	3.0
1,2-二氯丙烷	0.784	0.739	0.764	0.765	0.773	0.719	0.751	0.765	0.758	0.02058	2.7
二溴甲烷	0.616	0.557	0.578	0.646	0.589	0.503	0.520	0.535	0.568	0.04880	8.6
一溴二氯甲烷	0.824	0.761	0.766	0.839	0.807	0.764	0.773	0.763	0.787	0.03138	4.0
顺式-1,3-二氯丙烯	0.706	0.660	0.685	0.687	0.680	0.626	0.641	0.653	0.667	0.02677	4.0
甲苯	0.842	0.867	0.848	0.858	0.833	0.815	0.851	0.885	0.850	0.02125	2.5

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
反式-1,3-二氯丙烯	0.664	0.585	0.614	0.614	0.625	0.571	0.586	0.577	0.605	0.03103	5.1
1,1,2-三氯乙烷	0.746	0.627	0.666	0.688	0.706	0.618	0.615	0.628	0.662	0.04812	7.3
四氯乙烯	0.696	0.653	0.681	0.679	0.685	0.614	0.635	0.645	0.661	0.02861	4.3
1,3-二氯丙烷	0.884	0.940	0.896	0.915	0.895	0.851	0.884	0.956	0.903	0.03351	3.7
二溴一氯甲烷	0.729	0.645	0.677	0.688	0.692	0.607	0.651	0.646	0.667	0.03740	5.6
1,2-二溴乙烷	0.696	0.578	0.609	0.678	0.618	0.570	0.593	0.579	0.615	0.04743	7.7
氯苯	0.794	0.778	0.780	0.818	0.771	0.753	0.774	0.800	0.784	0.01997	2.5
1,1,1,2-四氯乙烷	0.748	0.729	0.750	0.798	0.762	0.703	0.757	0.792	0.755	0.03100	4.1
乙苯	0.824	0.857	0.829	0.855	0.824	0.801	0.847	0.880	0.840	0.02483	3.0
对/间-二甲苯	1.638	1.694	1.632	1.686	1.614	1.600	1.668	1.758	1.661	0.05137	3.1
邻-二甲苯/苯乙烯	1.586	1.598	1.572	1.606	1.558	1.518	1.576	1.646	1.583	0.03732	2.4
三溴甲烷	0.660	0.530	0.615	0.660	0.590	0.673	0.552	0.607	0.611	0.05232	8.6
异丙苯	0.817	0.870	0.837	0.851	0.794	0.791	0.848	0.866	0.834	0.03059	3.7
1,1,2,2-四氯乙烷	0.623	0.500	0.563	0.587	0.568	0.485	0.509	0.508	0.543	0.04922	9.1
溴苯/1,2,3-三氯丙烷	1.458	1.350	1.380	1.428	1.408	1.292	1.350	1.364	1.379	0.05204	3.8
正丙苯	0.785	0.822	0.774	0.820	0.769	0.761	0.800	0.846	0.797	0.03004	3.8
2-氯甲苯	0.786	0.792	0.775	0.794	0.768	0.752	0.786	0.812	0.783	0.01817	2.3
1,3,5-三甲基苯	0.763	0.807	0.737	0.783	0.747	0.738	0.772	0.806	0.769	0.02809	3.7

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
4-氯甲苯	0.793	0.795	0.758	0.785	0.773	0.721	0.785	0.802	0.777	0.02631	3.4
叔丁基苯	0.784	0.821	0.761	0.822	0.762	0.759	0.781	0.842	0.792	0.03246	4.1
1,2,4-三甲基苯	0.771	0.788	0.763	0.791	0.744	0.736	0.773	0.810	0.772	0.02456	3.2
仲丁基苯	0.746	0.798	0.723	0.789	0.717	0.725	0.753	0.803	0.757	0.03533	4.7
1,3-二氯苯	0.768	0.774	0.736	0.765	0.755	0.737	0.756	0.798	0.761	0.02023	2.7
4-异丙基甲苯	0.732	0.759	0.682	0.757	0.683	0.698	0.717	0.781	0.726	0.03734	5.1
1,4-二氯苯	0.731	0.716	0.703	0.724	0.694	0.671	0.709	0.733	0.710	0.02080	2.9
正丁基苯	0.675	0.712	0.647	0.701	0.622	0.645	0.679	0.720	0.675	0.03501	5.2
1,2-二氯苯	0.762	0.736	0.710	0.769	0.783	0.662	0.682	0.725	0.729	0.04264	5.8
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.587	0.560	0.585	0.618	0.621	0.529	0.513	0.499	0.564	0.04660	8.3
1,2,4-三氯苯	0.661	0.627	0.608	0.658	0.596	0.586	0.636	0.659	0.629	0.02975	4.7
六氯丁二烯	0.468	0.534	0.450	0.503	0.455	0.461	0.459	0.499	0.479	0.02991	6.2
萘	0.679	0.592	0.619	0.660	0.641	0.574	0.612	0.594	0.621	0.03615	5.8
1,2,3-三氯苯	0.671	0.635	0.623	0.673	0.633	0.606	0.632	0.647	0.640	0.02293	3.6

表 7 HS-ECD 土壤加标样品 1 (0.050mg/kg) 测定结果

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
1,1-二氯乙烯	0.0574	0.0545	0.0580	0.0626	0.0583	0.0604	0.0549	0.0597	0.0582	0.00272	4.7
二氯甲烷	0.0589	0.0570	0.0551	0.0628	0.0542	0.0575	0.0516	0.0545	0.0565	0.00342	6.1
反式-1,2-二氯乙烯	0.0586	0.0544	0.0571	0.0659	0.0569	0.0606	0.0525	0.0593	0.0582	0.00407	7.0
1,1-二氯乙烷	0.0565	0.0604	0.0573	0.0629	0.0568	0.0611	0.0494	0.0582	0.0578	0.00409	7.1
2-氯-1,3-丁二烯	0.0616	0.0581	0.0614	0.0622	0.0622	0.0646	0.0575	0.0640	0.0615	0.00252	4.1
顺式-1,2-二氯乙烯/2,2-二氯丙烷	0.1258	0.1156	0.1156	0.1175	0.1174	0.1153	0.1020	0.1147	0.1155	0.00651	5.6
溴氯甲烷	0.0615	0.0589	0.0605	0.0634	0.0582	0.0615	0.0574	0.0626	0.0605	0.00215	3.5
三氯甲烷	0.0606	0.0578	0.0590	0.0660	0.0581	0.0613	0.0552	0.0608	0.0599	0.00318	5.3
1,1,1-三氯乙烷	0.0530	0.0506	0.0527	0.0589	0.0532	0.0550	0.0492	0.0549	0.0534	0.00296	5.5
1,1-二氯丙烯/四氯化碳	0.0752	0.0728	0.0767	0.0818	0.0772	0.0798	0.0736	0.0801	0.0772	0.00323	4.2
1,2-二氯乙烷	1.0690	1.0173	1.3956	1.1890	1.2202	1.0467	1.0658	0.8134	1.1021	0.171	15.5
三氯乙烯	0.0687	0.0687	0.0731	0.0757	0.0742	0.0765	0.0702	0.0797	0.0734	0.00396	5.4
1,2-二氯丙烷	0.0541	0.0524	0.0531	0.0583	0.0526	0.0540	0.0494	0.0559	0.0537	0.00262	4.9
二溴甲烷	0.0606	0.0580	0.0593	0.0612	0.0569	0.0595	0.0564	0.0619	0.0592	0.00200	3.4
一溴二氯甲烷	0.0556	0.0534	0.0543	0.0592	0.0529	0.0559	0.0509	0.0568	0.0549	0.00257	4.7
顺式-1,3-二氯丙烯	0.0641	0.0614	0.0620	0.0678	0.0599	0.0625	0.0572	0.0637	0.0623	0.00312	5.0

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
反式-1,3-二氯丙烯	0.0658	0.0633	0.0634	0.0678	0.0610	0.0635	0.0590	0.0655	0.0637	0.00278	4.4
1,1,2-三氯乙烷	0.0695	0.0670	0.0688	0.0713	0.0669	0.0701	0.0657	0.0729	0.0690	0.00243	3.5
四氯乙烯/1,3-二氯丙烷	0.1108	0.1065	0.1179	0.1237	0.1153	0.1173	0.1078	0.1152	0.1143	0.00570	5.0
二溴一氯甲烷	0.0573	0.0551	0.0561	0.0591	0.0543	0.0569	0.0527	0.0590	0.0563	0.00223	4.0
1,2-二溴乙烷	0.0640	0.0613	0.0626	0.0645	0.0602	0.0623	0.0594	0.0657	0.0625	0.00217	3.5
1,1,1,2-四氯乙烷	0.0566	0.0543	0.0550	0.0620	0.0543	0.0569	0.0509	0.0576	0.0560	0.00322	5.8
三溴甲烷	0.0644	0.0618	0.0628	0.0649	0.0608	0.0625	0.0596	0.0663	0.0629	0.00222	3.5
1,1,2,2-四氯乙烷	0.0290	0.0260	0.0210	0.0255	0.0203	0.0206	0.0193	0.0226	0.0230	0.00343	14.9
溴苯/1,2,3-三氯丙烷	0.1265	0.1257	0.1302	0.1358	0.1273	0.1301	0.1243	0.1395	0.1299	0.00527	4.1
2-氯甲苯	0.0443	0.0438	0.0410	0.0495	0.0434	0.0439	0.0386	0.0460	0.0438	0.00322	7.4
4-氯甲苯	0.0230	0.0236	0.0236	0.0242	0.0232	0.0233	0.0245	0.0236	0.0236	0.00050	2.1
1,3-二氯苯	0.0628	0.0606	0.0611	0.0702	0.0612	0.0631	0.0559	0.0642	0.0624	0.00402	6.5
1,4-二氯苯	0.0667	0.0646	0.0655	0.0659	0.0657	0.0684	0.0601	0.0692	0.0658	0.00276	4.2
1,2-二氯苯	0.0645	0.0629	0.0630	0.0691	0.0633	0.0656	0.0583	0.0677	0.0643	0.00332	5.2
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.0645	0.0616	0.0625	0.0636	0.0607	0.0614	0.0599	0.0668	0.0626	0.00225	3.6
1,2,4-三氯苯	0.0612	0.0597	0.0604	0.0681	0.0619	0.0620	0.0553	0.0650	0.0617	0.00376	6.1
六氯丁二烯	0.0513	0.0504	0.0509	0.0568	0.0535	0.0512	0.0467	0.0558	0.0521	0.00322	6.2
1,2,3-三氯苯	0.0613	0.0600	0.0608	0.0664	0.0617	0.0627	0.0563	0.0652	0.0618	0.00312	5.1

表 8 HS-ECD 土壤加标样品 2 (0.250mg/kg) 测定结果

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
1,1-二氯乙烯	0.2400	0.2284	0.2497	0.2597	0.2369	0.2431	0.2356	0.2419	0.2419	0.00948	3.9
二氯甲烷	0.1983	0.1776	0.1862	0.2006	0.1814	0.1941	0.1809	0.1906	0.1887	0.00854	4.5
反式-1,2-二氯乙烯	0.2633	0.2473	0.2487	0.2776	0.2517	0.2632	0.2454	0.2610	0.2573	0.0110	4.3
1,1-二氯乙烷	0.2617	0.2446	0.2458	0.2804	0.2491	0.2737	0.2501	0.2634	0.2586	0.0134	5.2
2-氯-1,3-丁二烯	0.2547	0.2430	0.2559	0.2717	0.2496	0.2578	0.2461	0.2551	0.2542	0.00875	3.4
顺式-1,2-二氯乙烯/2,2-二氯丙烷	0.5229	0.4882	0.4296	0.5107	0.4759	0.4733	0.4594	0.4441	0.4755	0.0316	6.7
溴氯甲烷	0.2537	0.2417	0.2483	0.2685	0.2455	0.2578	0.2457	0.2593	0.2526	0.00895	3.5
三氯甲烷	0.2624	0.2471	0.2471	0.2809	0.2486	0.2698	0.2470	0.2661	0.2586	0.0131	5.0
1,1,1-三氯乙烷	0.2404	0.2281	0.2393	0.2606	0.2350	0.2455	0.2315	0.2401	0.2401	0.00996	4.1
1,1-二氯丙烯/四氯化碳	0.3146	0.2986	0.3436	0.3525	0.3138	0.3267	0.3103	0.3186	0.3223	0.0179	5.5
1,2-二氯乙烷	1.2325	1.4321	1.2682	1.2626	1.3595	1.4878	1.1665	1.2740	1.3104	0.107	8.2
三氯乙烯	0.3615	0.3497	0.3796	0.4154	0.3652	0.4021	0.3689	0.3943	0.3796	0.0225	5.9
1,2-二氯丙烷	0.2413	0.2281	0.2282	0.2552	0.2303	0.2481	0.2291	0.2425	0.2379	0.0104	4.4
二溴甲烷	0.2532	0.2416	0.2489	0.2648	0.2459	0.2549	0.2457	0.2565	0.2514	0.00743	3.0
一溴二氯甲烷	0.2484	0.2337	0.2383	0.2659	0.2363	0.2566	0.2358	0.2542	0.2462	0.0119	4.8
顺式-1,3-二氯丙烯	0.2577	0.2418	0.2422	0.2670	0.2405	0.2541	0.2367	0.2509	0.2489	0.0104	4.2
反式-1,3-二氯丙烯	0.2553	0.2408	0.2443	0.2626	0.2399	0.2496	0.2362	0.2475	0.2470	0.00872	3.5

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
1,1,2-三氯乙烷	0.2732	0.2629	0.2726	0.2883	0.2681	0.2815	0.2708	0.2806	0.2748	0.00820	3.0
四氯乙烯/1,3-二氯丙烷	0.4706	0.4477	0.4846	0.5122	0.4555	0.4899	0.4337	0.4706	0.4706	0.0251	5.3
二溴一氯甲烷	0.2470	0.2349	0.2433	0.2619	0.2381	0.2539	0.2386	0.2526	0.2463	0.00931	3.8
1,2-二溴乙烷	0.2553	0.2452	0.2523	0.2646	0.2484	0.2561	0.2481	0.2569	0.2534	0.00621	2.5
1,1,1,2-四氯乙烷	0.2570	0.2415	0.2436	0.2760	0.2420	0.2673	0.2404	0.2619	0.2537	0.0138	5.4
三溴甲烷	0.2557	0.2453	0.2531	0.2654	0.2488	0.2578	0.2487	0.2576	0.2541	0.00646	2.5
1,1,2,2-四氯乙烷	0.0582	0.0510	0.0446	0.0525	0.0484	0.0465	0.0355	0.0455	0.0478	0.00665	13.9
溴苯/1,2,3-三氯丙烷	0.5112	0.4895	0.5038	0.5280	0.4938	0.5144	0.4890	0.5140	0.5055	0.0139	2.8
2-氯甲苯	0.2253	0.2140	0.1900	0.2419	0.2094	0.2251	0.2030	0.2416	0.2188	0.0182	8.3
4-氯甲苯	0.0334	0.0326	0.0324	0.0335	0.0326	0.0337	0.0341	0.0337	0.0333	0.000630	1.9
1,3-二氯苯	0.2442	0.2290	0.2445	0.2761	0.2410	0.2701	0.2299	0.2627	0.2497	0.0179	7.2
1,4-二氯苯	0.2733	0.2553	0.2579	0.2881	0.2517	0.2822	0.2419	0.2762	0.2658	0.0164	6.2
1,2-二氯苯	0.2765	0.2608	0.2640	0.2913	0.2599	0.2853	0.2516	0.2802	0.2712	0.0141	5.2
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.2546	0.2473	0.2538	0.2583	0.2488	0.2509	0.2479	0.2510	0.2516	0.00377	1.5
1,2,4-三氯苯	0.2567	0.2344	0.2384	0.2658	0.2250	0.2636	0.1972	0.2523	0.2417	0.0231	9.5
六氯丁二烯	0.2172	0.1839	0.2108	0.2159	0.1647	0.2220	0.1541	0.2084	0.1971	0.0261	13.2
1,2,3-三氯苯	0.2633	0.2453	0.2421	0.2734	0.2400	0.2702	0.2250	0.2620	0.2527	0.0170	6.7

表 9 HS-ECD 土壤加标样品 3 (0.450mg/kg) 测定结果

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
1,1-二氯乙烯	0.4291	0.3765	0.4235	0.3950	0.3821	0.4064	0.4019	0.3915	0.4008	0.0186	4.6
二氯甲烷	0.3222	0.2676	0.2907	0.2843	0.2801	0.3000	0.2818	0.2750	0.2877	0.0170	5.9
反式-1,2-二氯乙烯	0.4328	0.3708	0.4076	0.3908	0.3831	0.4149	0.3959	0.3846	0.3976	0.0199	5.0
1,1-二氯乙烷	0.4457	0.3766	0.4115	0.3957	0.3937	0.4271	0.4022	0.3906	0.4054	0.0221	5.5
2-氯-1,3-丁二烯	0.4298	0.3781	0.4200	0.3976	0.3882	0.4098	0.4023	0.3923	0.4023	0.0170	4.2
顺式-1,2-二氯乙烯/2,2-二氯丙烷	0.6494	0.5991	0.6438	0.6148	0.5595	0.5713	0.5564	0.5493	0.5930	0.0399	6.7
溴氯甲烷	0.4634	0.3960	0.4289	0.4204	0.4192	0.4474	0.4211	0.4127	0.4261	0.0209	4.9
三氯甲烷	0.4691	0.3879	0.4262	0.4097	0.4124	0.4503	0.4177	0.4033	0.4221	0.0262	6.2
1,1,1-三氯乙烷	0.4391	0.3761	0.4239	0.3992	0.3911	0.4176	0.4065	0.3927	0.4058	0.0203	5.0
1,1-二氯丙烯/四氯化碳	0.9909	0.8814	0.9838	0.9311	0.9076	0.9567	0.9479	0.9112	0.9388	0.0382	4.1
1,2-二氯乙烷	1.2241	1.2397	1.1644	1.1268	1.1835	1.1381	1.0723	1.0883	1.1547	0.0600	5.2
三氯乙烯	0.6592	0.6052	0.6716	0.6573	0.6599	0.6546	0.6878	0.6347	0.6538	0.0247	3.8
1,2-二氯丙烷	0.3983	0.3422	0.3657	0.3566	0.3591	0.3863	0.3612	0.3528	0.3653	0.0183	5.0
二溴甲烷	0.4662	0.4040	0.4343	0.4318	0.4291	0.4511	0.4293	0.4222	0.4335	0.0186	4.3
一溴二氯甲烷	0.4592	0.3803	0.4132	0.4026	0.4073	0.4421	0.4091	0.3960	0.4137	0.0253	6.1
顺式-1,3-二氯丙烯	0.4327	0.3661	0.3976	0.3848	0.3823	0.4027	0.3776	0.3682	0.3890	0.0218	5.6
反式-1,3-二氯丙烯	0.4242	0.3664	0.3976	0.3859	0.3813	0.3953	0.3756	0.3684	0.3868	0.0189	4.9

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	标准偏差 S (mg/kg)	相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
1,1,2-三氯乙烷	0.4793	0.4166	0.4440	0.4440	0.4448	0.4590	0.4441	0.4329	0.4456	0.0182	4.1
四氯乙烯/1,3-二氯丙烷	0.8956	0.7507	0.8350	0.8048	0.7837	0.8238	0.8116	0.7699	0.8094	0.0447	5.5
二溴一氯甲烷	0.4581	0.3890	0.4188	0.4130	0.4163	0.4423	0.4158	0.4059	0.4199	0.0213	5.1
1,2-二溴乙烷	0.4586	0.4026	0.4312	0.4302	0.4274	0.4438	0.4264	0.4205	0.4301	0.0163	3.8
1,1,1,2-四氯乙烷	0.4695	0.3836	0.4171	0.4060	0.4131	0.4489	0.4145	0.3977	0.4188	0.0277	6.6
三溴甲烷	0.4580	0.4019	0.4291	0.4282	0.4287	0.4440	0.4269	0.4221	0.4299	0.0162	3.8
1,1,2,2-四氯乙烷	0.0667	0.0659	0.0753	0.0543	0.0617	0.0853	0.0590	0.0743	0.0678	0.0100	14.8
溴苯/1,2,3-三氯丙烷	0.8834	0.7605	0.8013	0.8068	0.8085	0.8256	0.8055	0.7902	0.8102	0.0350	4.3
2-氯甲苯	0.3580	0.2898	0.3474	0.3050	0.2908	0.2885	0.2787	0.2849	0.3054	0.0303	9.9
4-氯甲苯	0.0454	0.0491	0.0448	0.0486	0.0456	0.0505	0.0487	0.0455	0.0473	0.0022	4.6
1,3-二氯苯	0.4310	0.3594	0.3784	0.3795	0.3838	0.3988	0.3855	0.3672	0.3855	0.0219	5.7
1,4-二氯苯	0.4541	0.3797	0.3969	0.4015	0.4056	0.4201	0.4067	0.3892	0.4067	0.0226	5.6
1,2-二氯苯	0.4588	0.3865	0.4065	0.4080	0.4130	0.4294	0.4127	0.3977	0.4141	0.0219	5.3
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.4456	0.4053	0.4296	0.4329	0.4320	0.4392	0.4322	0.4273	0.4305	0.0117	2.7
1,2,4-三氯苯	0.4230	0.3485	0.3395	0.3677	0.3779	0.3509	0.3744	0.3508	0.3666	0.0265	7.2
六氯丁二烯	0.3419	0.3014	0.2427	0.3288	0.3319	0.2315	0.3254	0.2761	0.2975	0.0427	14.3
1,2,3-三氯苯	0.4435	0.3647	0.3757	0.3898	0.4039	0.3897	0.3933	0.3829	0.3929	0.0236	6.0

4.3.7.3 加标回收率

对含目标化合物浓度分别为线性范围最高点 0.1 倍、0.5 倍和 0.9 倍的土壤加标样品 1、2、3，进行了 8 次重复测定，HS-FID 回收率范围为 53.2%-117%，HS-ECD 回收率范围为 13.3%-152%，结果见表 10-15。

表 10 HS-FID 土壤加标样品 1 (0.100mg/kg) 测定结果

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	加标量 μ (mg/kg)	加标回收率 Pi% (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
氯乙烯	0.104	0.099	0.098	0.095	0.117	0.115	0.113	0.108	0.1061	0.100	106
1,1-二氯乙烯	0.101	0.107	0.102	0.107	0.110	0.106	0.106	0.105	0.1055	0.100	106
二氯甲烷	0.105	0.109	0.100	0.084	0.095	0.094	0.080	0.099	0.0958	0.100	95.8
反式-1,2-二氯乙烯	0.100	0.093	0.088	0.090	0.105	0.091	0.110	0.106	0.0979	0.100	97.9
1,1-二氯乙烷	0.108	0.104	0.095	0.108	0.114	0.111	0.111	0.113	0.1080	0.100	108
2-氯-1,3-丁二烯	0.105	0.108	0.112	0.119	0.117	0.108	0.115	0.109	0.1116	0.100	112
顺式-1,2-二氯乙烯/2,2-二氯丙烷	0.228	0.214	0.238	0.222	0.228	0.218	0.218	0.214	0.2225	0.200	111
溴氯甲烷	0.091	0.073	0.072	0.079	0.083	0.086	0.089	0.086	0.0824	0.100	82.4
三氯甲烷	0.102	0.096	0.101	0.096	0.091	0.114	0.117	0.112	0.1036	0.100	104
1,1,1-三氯乙烷	0.109	0.113	0.113	0.116	0.117	0.116	0.118	0.110	0.1140	0.100	114
1,1-二氯丙烯/四氯化碳	0.236	0.218	0.234	0.236	0.240	0.236	0.224	0.240	0.2330	0.200	117
1,2-二氯乙烷/苯	0.234	0.200	0.218	0.222	0.216	0.208	0.212	0.220	0.2163	0.200	108
三氯乙烯	0.101	0.097	0.110	0.107	0.118	0.103	0.121	0.109	0.1083	0.100	108

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	加标量 μ (mg/kg)	加标回收率 Pi% (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
1,2-二氯丙烷	0.103	0.082	0.089	0.097	0.096	0.084	0.085	0.095	0.0914	0.100	91.4
二溴甲烷	0.080	0.071	0.079	0.092	0.085	0.080	0.072	0.084	0.0804	0.100	80.4
一溴二氯甲烷	0.098	0.088	0.113	0.093	0.088	0.082	0.089	0.089	0.0925	0.100	92.5
顺式-1,3-二氯乙烯	0.098	0.078	0.085	0.089	0.083	0.083	0.079	0.089	0.0855	0.100	85.5
甲苯	0.114	0.102	0.116	0.114	0.124	0.119	0.121	0.122	0.1165	0.100	117
反式-1,3-二氯乙烯	0.097	0.069	0.078	0.084	0.074	0.076	0.086	0.076	0.0800	0.100	80.0
1,1,2-三氯乙烷	0.079	0.074	0.071	0.086	0.083	0.084	0.078	0.084	0.0799	0.100	79.9
四氯乙烯	0.075	0.087	0.092	0.090	0.103	0.106	0.089	0.095	0.0921	0.100	92.1
1,3-二氯丙烷	0.090	0.099	0.112	0.104	0.107	0.099	0.106	0.102	0.1024	0.100	102
二溴一氯甲烷	0.108	0.083	0.098	0.106	0.108	0.092	0.108	0.091	0.0993	0.100	99.3
1,2-二溴乙烷	0.072	0.075	0.088	0.080	0.079	0.073	0.091	0.087	0.0806	0.100	80.6
氯苯	0.115	0.104	0.109	0.101	0.106	0.112	0.115	0.105	0.1084	0.100	108
1,1,1,2-四氯乙烷	0.101	0.073	0.096	0.085	0.092	0.080	0.086	0.081	0.0868	0.100	86.8
乙苯	0.115	0.109	0.110	0.111	0.108	0.102	0.102	0.107	0.1080	0.100	108
对/间-二甲苯	0.228	0.226	0.236	0.236	0.230	0.208	0.220	0.234	0.2273	0.200	114
邻-二甲苯/苯乙烯	0.222	0.194	0.212	0.220	0.244	0.204	0.210	0.218	0.2155	0.200	108
三溴甲烷	0.072	0.099	0.088	0.108	0.089	0.094	0.089	0.082	0.0901	0.100	90.1
异丙苯	0.114	0.114	0.116	0.120	0.118	0.112	0.112	0.107	0.1141	0.100	114
1,1,2,2-四氯乙烷	0.074	0.079	0.074	0.088	0.071	0.082	0.078	0.072	0.0773	0.100	77.3

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	加标量 μ (mg/kg)	加标回收率 Pi% (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
溴苯/1,2,3-三氯丙烷	0.200	0.150	0.170	0.176	0.174	0.152	0.166	0.176	0.1705	0.200	85.3
正丙苯	0.118	0.107	0.115	0.114	0.111	0.111	0.108	0.113	0.1121	0.100	112
2-氯甲苯	0.112	0.107	0.108	0.108	0.121	0.113	0.113	0.115	0.1121	0.100	112
1,3,5-三甲基苯	0.117	0.114	0.119	0.106	0.106	0.102	0.103	0.106	0.1091	0.100	109
4-氯甲苯	0.098	0.092	0.094	0.091	0.115	0.101	0.101	0.113	0.1006	0.100	101
叔丁基苯	0.119	0.113	0.118	0.114	0.113	0.111	0.106	0.114	0.1135	0.100	114
1,2,4-三甲基苯	0.103	0.099	0.111	0.110	0.104	0.102	0.112	0.107	0.1060	0.100	106
仲丁基苯	0.117	0.108	0.118	0.117	0.112	0.114	0.116	0.114	0.1145	0.100	115
1,3-二氯苯	0.100	0.086	0.103	0.081	0.097	0.096	0.096	0.099	0.0948	0.100	94.8
4-异丙基甲苯	0.125	0.103	0.102	0.113	0.115	0.112	0.113	0.112	0.1119	0.100	112
1,4-二氯苯	0.073	0.080	0.097	0.077	0.087	0.080	0.087	0.088	0.0836	0.100	83.6
正丁基苯	0.116	0.110	0.118	0.112	0.115	0.114	0.113	0.111	0.1136	0.100	114
1,2-二氯苯	0.105	0.093	0.107	0.113	0.105	0.085	0.088	0.100	0.0995	0.100	100
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.070	0.076	0.080	0.082	0.072	0.077	0.077	0.074	0.0760	0.100	76.0
1,2,4-三氯苯	0.095	0.095	0.094	0.098	0.105	0.088	0.079	0.090	0.0930	0.100	93.0
六氯丁二烯	0.105	0.106	0.114	0.112	0.104	0.098	0.100	0.103	0.1053	0.100	105
萘	0.084	0.074	0.082	0.084	0.074	0.071	0.075	0.080	0.0780	0.100	78.0
1,2,3-三氯苯	0.098	0.078	0.095	0.096	0.096	0.079	0.090	0.088	0.0900	0.100	90.0

表 2 HS-FID 土壤加标样品 2 (0.500mg/kg) 测定结果

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	加标量 μ (mg/kg)	加标回收率 Pi% (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
氯乙烯	0.518	0.510	0.565	0.523	0.540	0.504	0.519	0.533	0.5265	0.500	105
1,1-二氯乙烯	0.542	0.520	0.581	0.560	0.585	0.547	0.561	0.579	0.5594	0.500	112
二氯甲烷	0.481	0.421	0.516	0.425	0.501	0.428	0.460	0.460	0.4615	0.500	92.3
反式-1,2-二氯乙烯	0.505	0.504	0.549	0.527	0.558	0.525	0.554	0.541	0.5329	0.500	107
1,1-二氯乙烷	0.502	0.481	0.559	0.541	0.571	0.514	0.552	0.541	0.5326	0.500	107
2-氯-1,3-丁二烯	0.518	0.492	0.571	0.549	0.570	0.522	0.545	0.559	0.5408	0.500	108
顺式-1,2-二氯乙烯/2,2-二氯丙烷	0.922	0.880	1.030	0.978	1.042	0.900	1.000	0.980	0.9665	1.00	96.7
溴氯甲烷	0.420	0.419	0.468	0.462	0.492	0.434	0.474	0.444	0.4516	0.500	90.3
三氯甲烷	0.473	0.471	0.524	0.478	0.537	0.494	0.517	0.533	0.5034	0.500	101
1,1,1-三氯乙烷	0.529	0.493	0.570	0.569	0.593	0.532	0.580	0.592	0.5573	0.500	111
1,1-二氯丙烯/四氯化碳	1.076	1.010	1.160	1.138	1.184	1.080	1.126	1.160	1.1168	1.00	112
1,2-二氯乙烷/苯	0.982	0.950	1.094	1.056	1.124	1.008	1.072	1.064	1.0438	1.00	104
三氯乙烯	0.512	0.486	0.577	0.533	0.592	0.515	0.560	0.558	0.5416	0.500	108
1,2-二氯丙烷	0.455	0.431	0.520	0.493	0.541	0.467	0.504	0.493	0.4880	0.500	97.6
二溴甲烷	0.344	0.347	0.407	0.364	0.432	0.335	0.410	0.377	0.3770	0.500	75.4
一溴二氯甲烷	0.454	0.475	0.541	0.528	0.556	0.485	0.530	0.515	0.5105	0.500	102
顺式-1,3-二氯丙烯	0.420	0.424	0.490	0.469	0.511	0.432	0.466	0.449	0.4576	0.500	91.5
甲苯	0.509	0.486	0.572	0.545	0.581	0.523	0.557	0.561	0.5418	0.500	108

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	加标量 μ (mg/kg)	加标回收率 Pi% (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
反式-1,3-二氯丙烯	0.396	0.395	0.457	0.422	0.482	0.393	0.433	0.413	0.4239	0.500	84.8
1,1,2-三氯乙烷	0.420	0.404	0.470	0.446	0.509	0.409	0.463	0.465	0.4483	0.500	89.7
四氯乙烯	0.392	0.394	0.458	0.453	0.507	0.416	0.460	0.450	0.4413	0.500	88.3
1,3-二氯丙烷	0.536	0.522	0.602	0.608	0.596	0.568	0.606	0.613	0.5814	0.500	116
二溴一氯甲烷	0.400	0.399	0.447	0.473	0.499	0.440	0.469	0.452	0.4474	0.500	89.5
1,2-二溴乙烷	0.404	0.386	0.446	0.441	0.514	0.393	0.438	0.407	0.4286	0.500	85.7
氯苯	0.478	0.453	0.531	0.524	0.540	0.512	0.526	0.515	0.5099	0.500	102
1,1,1,2-四氯乙烷	0.464	0.425	0.556	0.484	0.535	0.491	0.506	0.495	0.4945	0.500	98.9
乙苯	0.498	0.473	0.562	0.548	0.571	0.516	0.544	0.555	0.5334	0.500	107
对/间-二甲苯	1.006	0.962	1.134	1.086	1.140	1.024	1.098	1.102	1.0690	1.00	107
邻-二甲苯/苯乙烯	0.958	0.916	1.080	1.024	1.090	0.984	1.052	1.058	1.0203	1.00	102
三溴甲烷	0.343	0.305	0.395	0.402	0.381	0.382	0.399	0.414	0.3776	0.500	75.5
异丙苯	0.514	0.486	0.561	0.559	0.564	0.513	0.547	0.557	0.5376	0.500	108
1,1,2,2-四氯乙烷	0.312	0.317	0.387	0.358	0.371	0.339	0.391	0.357	0.3540	0.500	70.8
溴苯/1,2,3-三氯丙烷	0.822	0.822	0.970	0.914	1.004	0.866	0.946	0.920	0.9080	1.00	90.8
正丙苯	0.494	0.470	0.549	0.526	0.555	0.499	0.536	0.549	0.5223	0.500	104
2-氯甲苯	0.471	0.454	0.534	0.519	0.549	0.486	0.520	0.523	0.5070	0.500	101
1,3,5-三甲基苯	0.479	0.462	0.534	0.517	0.531	0.480	0.521	0.527	0.5064	0.500	101

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	加标量 μ (mg/kg)	加标回收率 Pi% (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
4-氯甲苯	0.468	0.462	0.531	0.511	0.527	0.475	0.513	0.517	0.5005	0.500	100
叔丁基苯	0.507	0.465	0.551	0.530	0.560	0.499	0.538	0.559	0.5261	0.500	105
1,2,4-三甲基苯	0.491	0.457	0.548	0.510	0.540	0.484	0.518	0.530	0.5098	0.500	102
仲丁基苯	0.496	0.462	0.552	0.536	0.547	0.501	0.536	0.551	0.5226	0.500	105
1,3-二氯苯	0.448	0.442	0.543	0.497	0.544	0.483	0.516	0.500	0.4966	0.500	99.3
4-异丙基甲苯	0.480	0.451	0.541	0.522	0.537	0.492	0.517	0.531	0.5089	0.500	102
1,4-二氯苯	0.437	0.424	0.499	0.470	0.501	0.458	0.479	0.483	0.4689	0.500	93.8
正丁基苯	0.453	0.445	0.517	0.514	0.520	0.504	0.528	0.527	0.5010	0.500	100
1,2-二氯苯	0.494	0.504	0.453	0.487	0.492	0.415	0.422	0.487	0.4693	0.500	93.9
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.338	0.343	0.401	0.332	0.356	0.348	0.347	0.364	0.3536	0.500	70.7
1,2,4-三氯苯	0.401	0.399	0.488	0.450	0.462	0.417	0.446	0.443	0.4383	0.500	87.7
六氯丁二烯	0.369	0.349	0.422	0.412	0.394	0.373	0.396	0.413	0.3910	0.500	78.2
萘	0.371	0.388	0.458	0.436	0.484	0.411	0.450	0.426	0.4280	0.500	85.6
1,2,3-三氯苯	0.409	0.408	0.470	0.459	0.485	0.428	0.460	0.461	0.4475	0.500	89.5

表 3 HS-FID 土壤加标样品 3 (0.900mg/kg) 测定结果

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	加标量 μ (mg/kg)	加标回收率 Pi% (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
氯乙烯	0.792	0.827	0.786	0.779	0.787	0.762	0.786	0.843	0.7953	0.900	88.4
1,1-二氯乙烯	0.847	0.911	0.867	0.882	0.836	0.845	0.875	0.919	0.8728	0.900	97.0
二氯甲烷	0.738	0.701	0.688	0.696	0.673	0.638	0.662	0.673	0.6836	0.900	76.0
反式-1,2-二氯乙烯	0.846	0.844	0.826	0.840	0.815	0.811	0.837	0.873	0.8365	0.900	92.9
1,1-二氯乙烷	0.823	0.846	0.836	0.844	0.831	0.803	0.830	0.860	0.8341	0.900	92.7
2-氯-1,3-丁二烯	0.842	0.889	0.860	0.868	0.840	0.831	0.867	0.901	0.8623	0.900	95.8
顺式-1,2-二氯乙烯/2,2-二氯丙烷	1.440	1.526	1.444	1.490	1.448	1.384	1.434	1.524	1.4613	1.80	81.2
溴氯甲烷	0.726	0.652	0.679	0.704	0.691	0.636	0.647	0.655	0.6738	0.900	74.9
三氯甲烷	0.803	0.768	0.798	0.786	0.774	0.752	0.766	0.785	0.7790	0.900	86.6
1,1,1-三氯乙烷	0.868	0.907	0.877	0.898	0.863	0.851	0.892	0.903	0.8824	0.900	98.0
1,1-二氯丙烯/四氯化碳	1.718	1.808	1.748	1.774	1.704	1.702	1.776	1.852	1.7603	1.80	97.8
1,2-二氯乙烷/苯	1.634	1.632	1.648	1.646	1.630	1.556	1.630	1.680	1.6320	1.80	90.7
三氯乙烯	0.846	0.880	0.847	0.866	0.838	0.818	0.853	0.899	0.8559	0.900	95.1
1,2-二氯丙烷	0.784	0.739	0.764	0.765	0.773	0.719	0.751	0.765	0.7575	0.900	84.2
二溴甲烷	0.616	0.557	0.578	0.646	0.589	0.503	0.520	0.535	0.5680	0.900	63.1
一溴二氯甲烷	0.824	0.761	0.766	0.839	0.807	0.764	0.773	0.763	0.7871	0.900	87.5
顺式-1,3-二氯丙烯	0.706	0.660	0.685	0.687	0.680	0.626	0.641	0.653	0.6673	0.900	74.1
甲苯	0.842	0.867	0.848	0.858	0.833	0.815	0.851	0.885	0.8499	0.900	94.4

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	加标量 μ (mg/kg)	加标回收率 Pi% (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
反式-1,3-二氯丙烯	0.664	0.585	0.614	0.614	0.625	0.571	0.586	0.577	0.6045	0.900	67.2
1,1,2-三氯乙烷	0.746	0.627	0.666	0.688	0.706	0.618	0.615	0.628	0.6618	0.900	73.5
四氯乙烯	0.696	0.653	0.681	0.679	0.685	0.614	0.635	0.645	0.6610	0.900	73.4
1,3-二氯丙烷	0.884	0.940	0.896	0.915	0.895	0.851	0.884	0.956	0.9026	0.900	100
二溴一氯甲烷	0.729	0.645	0.677	0.688	0.692	0.607	0.651	0.646	0.6669	0.900	74.1
1,2-二溴乙烷	0.696	0.578	0.609	0.678	0.618	0.570	0.593	0.579	0.6151	0.900	68.3
氯苯	0.794	0.778	0.780	0.818	0.771	0.753	0.774	0.800	0.7835	0.900	87.1
1,1,1,2-四氯乙烷	0.748	0.729	0.750	0.798	0.762	0.703	0.757	0.792	0.7549	0.900	83.9
乙苯	0.824	0.857	0.829	0.855	0.824	0.801	0.847	0.880	0.8396	0.900	93.3
对/间-二甲苯	1.638	1.694	1.632	1.686	1.614	1.600	1.668	1.758	1.6613	1.80	92.3
邻-二甲苯/苯乙烯	1.586	1.598	1.572	1.606	1.558	1.518	1.576	1.646	1.5825	1.80	87.9
三溴甲烷	0.660	0.530	0.615	0.660	0.590	0.673	0.552	0.607	0.6109	0.900	67.9
异丙苯	0.817	0.870	0.837	0.851	0.794	0.791	0.848	0.866	0.8343	0.900	92.7
1,1,2,2-四氯乙烷	0.623	0.500	0.563	0.587	0.568	0.485	0.509	0.508	0.5429	0.900	60.3
溴苯/1,2,3-三氯丙烷	1.458	1.350	1.380	1.428	1.408	1.292	1.350	1.364	1.3788	1.80	76.6
正丙苯	0.785	0.822	0.774	0.820	0.769	0.761	0.800	0.846	0.7971	0.900	88.6
2-氯甲苯	0.786	0.792	0.775	0.794	0.768	0.752	0.786	0.812	0.7831	0.900	87.0
1,3,5-三甲基苯	0.763	0.807	0.737	0.783	0.747	0.738	0.772	0.806	0.7691	0.900	85.5

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	加标量 μ (mg/kg)	加标回收率 Pi% (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
4-氯甲苯	0.793	0.795	0.758	0.785	0.773	0.721	0.785	0.802	0.7765	0.900	86.3
叔丁基苯	0.784	0.821	0.761	0.822	0.762	0.759	0.781	0.842	0.7915	0.900	87.9
1,2,4-三甲基苯	0.771	0.788	0.763	0.791	0.744	0.736	0.773	0.810	0.7720	0.900	85.8
仲丁基苯	0.746	0.798	0.723	0.789	0.717	0.725	0.753	0.803	0.7568	0.900	84.1
1,3-二氯苯	0.768	0.774	0.736	0.765	0.755	0.737	0.756	0.798	0.7611	0.900	84.6
4-异丙基甲苯	0.732	0.759	0.682	0.757	0.683	0.698	0.717	0.781	0.7261	0.900	80.7
1,4-二氯苯	0.731	0.716	0.703	0.724	0.694	0.671	0.709	0.733	0.7101	0.900	78.9
正丁基苯	0.675	0.712	0.647	0.701	0.622	0.645	0.679	0.720	0.6751	0.900	75.0
1,2-二氯苯	0.762	0.736	0.710	0.769	0.783	0.662	0.682	0.725	0.7286	0.900	81.0
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.587	0.560	0.585	0.618	0.621	0.529	0.513	0.499	0.5640	0.900	62.7
1,2,4-三氯苯	0.661	0.627	0.608	0.658	0.596	0.586	0.636	0.659	0.6289	0.900	69.9
六氯丁二烯	0.468	0.534	0.450	0.503	0.455	0.461	0.459	0.499	0.4786	0.900	53.2
萘	0.679	0.592	0.619	0.660	0.641	0.574	0.612	0.594	0.6214	0.900	69.0
1,2,3-三氯苯	0.671	0.635	0.623	0.673	0.633	0.606	0.632	0.647	0.6400	0.900	71.1

表 13 HS-ECD 土壤加标样品 1 (0.050mg/kg) 测定结果

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	加标量 μ (mg/kg)	加标回收率 Pi% (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
1,1-二氯乙烯	0.0574	0.0545	0.0580	0.0626	0.0583	0.0604	0.0549	0.0597	0.0582	0.050	116
二氯甲烷	0.0589	0.0570	0.0551	0.0628	0.0542	0.0575	0.0516	0.0545	0.0565	0.050	113
反式-1,2-二氯乙烯	0.0586	0.0544	0.0571	0.0659	0.0569	0.0606	0.0525	0.0593	0.0582	0.050	116
1,1-二氯乙烷	0.0565	0.0604	0.0573	0.0629	0.0568	0.0611	0.0494	0.0582	0.0578	0.050	116
2-氯-1,3-丁二烯	0.0616	0.0581	0.0614	0.0622	0.0622	0.0646	0.0575	0.0640	0.0615	0.050	123
顺式-1,2-二氯乙烯/2,2-二氯丙烷	0.1258	0.1156	0.1156	0.1175	0.1174	0.1153	0.1020	0.1147	0.1155	0.100	115
溴氯甲烷	0.0615	0.0589	0.0605	0.0634	0.0582	0.0615	0.0574	0.0626	0.0605	0.050	121
三氯甲烷	0.0606	0.0578	0.0590	0.0660	0.0581	0.0613	0.0552	0.0608	0.0599	0.050	120
1,1,1-三氯乙烷	0.0530	0.0506	0.0527	0.0589	0.0532	0.0550	0.0492	0.0549	0.0534	0.050	107
1,1-二氯丙烯/四氯化碳	0.0752	0.0728	0.0767	0.0818	0.0772	0.0798	0.0736	0.0801	0.0772	0.100	77.2
三氯乙烯	0.0687	0.0687	0.0731	0.0757	0.0742	0.0765	0.0702	0.0797	0.0734	0.050	147
1,2-二氯丙烷	0.0541	0.0524	0.0531	0.0583	0.0526	0.0540	0.0494	0.0559	0.0537	0.050	107
二溴甲烷	0.0606	0.0580	0.0593	0.0612	0.0569	0.0595	0.0564	0.0619	0.0592	0.050	118
一溴二氯甲烷	0.0556	0.0534	0.0543	0.0592	0.0529	0.0559	0.0509	0.0568	0.0549	0.050	110
顺式-1,3-二氯丙烯	0.0641	0.0614	0.0620	0.0678	0.0599	0.0625	0.0572	0.0637	0.0623	0.050	125

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	加标量 μ (mg/kg)	加标回收率 Pi% (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
反式-1,3-二氯丙烯	0.0658	0.0633	0.0634	0.0678	0.0610	0.0635	0.0590	0.0655	0.0637	0.050	127
1,1,2-三氯乙烷	0.0695	0.0670	0.0688	0.0713	0.0669	0.0701	0.0657	0.0729	0.0690	0.050	138
四氯乙烯/1,3-二氯丙烷	0.1108	0.1065	0.1179	0.1237	0.1153	0.1173	0.1078	0.1152	0.1143	0.100	114
二溴一氯甲烷	0.0573	0.0551	0.0561	0.0591	0.0543	0.0569	0.0527	0.0590	0.0563	0.050	113
1,2-二溴乙烷	0.0640	0.0613	0.0626	0.0645	0.0602	0.0623	0.0594	0.0657	0.0625	0.050	125
1,1,1,2-四氯乙烷	0.0566	0.0543	0.0550	0.0620	0.0543	0.0569	0.0509	0.0576	0.0560	0.050	112
三溴甲烷	0.0644	0.0618	0.0628	0.0649	0.0608	0.0625	0.0596	0.0663	0.0629	0.050	126
1,1,2,2-四氯乙烷	0.0290	0.0260	0.0210	0.0255	0.0203	0.0206	0.0193	0.0226	0.0230	0.050	46.1
溴苯/1,2,3-三氯丙烷	0.1265	0.1257	0.1302	0.1358	0.1273	0.1301	0.1243	0.1395	0.1299	0.100	130
2-氯甲苯	0.0443	0.0438	0.0410	0.0495	0.0434	0.0439	0.0386	0.0460	0.0438	0.050	87.6
4-氯甲苯	0.0230	0.0236	0.0236	0.0242	0.0232	0.0233	0.0245	0.0236	0.0236	0.050	47.3
1,3-二氯苯	0.0628	0.0606	0.0611	0.0702	0.0612	0.0631	0.0559	0.0642	0.0624	0.050	125
1,4-二氯苯	0.0667	0.0646	0.0655	0.0659	0.0657	0.0684	0.0601	0.0692	0.0658	0.050	132
1,2-二氯苯	0.0645	0.0629	0.0630	0.0691	0.0633	0.0656	0.0583	0.0677	0.0643	0.050	129
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.0645	0.0616	0.0625	0.0636	0.0607	0.0614	0.0599	0.0668	0.0626	0.050	125
1,2,4-三氯苯	0.0612	0.0597	0.0604	0.0681	0.0619	0.0620	0.0553	0.0650	0.0617	0.050	123
六氯丁二烯	0.0513	0.0504	0.0509	0.0568	0.0535	0.0512	0.0467	0.0558	0.0521	0.050	104
1,2,3-三氯苯	0.0613	0.0600	0.0608	0.0664	0.0617	0.0627	0.0563	0.0652	0.0618	0.050	124

表 14 HS-ECD 土壤加标样品 2 (0.250mg/kg) 测定结果

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	加标量 μ (mg/kg)	加标回收率 Pi% (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
1,1-二氯乙烯	0.2400	0.2284	0.2497	0.2597	0.2369	0.2431	0.2356	0.2419	0.2419	0.250	96.8
二氯甲烷	0.1983	0.1776	0.1862	0.2006	0.1814	0.1941	0.1809	0.1906	0.1887	0.250	75.5
反式-1,2-二氯乙烯	0.2633	0.2473	0.2487	0.2776	0.2517	0.2632	0.2454	0.2610	0.2573	0.250	103
1,1-二氯乙烷	0.2617	0.2446	0.2458	0.2804	0.2491	0.2737	0.2501	0.2634	0.2586	0.250	103
2-氯-1,3-丁二烯	0.2547	0.2430	0.2559	0.2717	0.2496	0.2578	0.2461	0.2551	0.2542	0.250	102
顺式-1,2-二氯乙烯/2,2-二氯丙烷	0.5229	0.4882	0.4296	0.5107	0.4759	0.4733	0.4594	0.4441	0.4755	0.500	95.1
溴氯甲烷	0.2537	0.2417	0.2483	0.2685	0.2455	0.2578	0.2457	0.2593	0.2526	0.250	101
三氯甲烷	0.2624	0.2471	0.2471	0.2809	0.2486	0.2698	0.2470	0.2661	0.2586	0.250	103
1,1,1-三氯乙烷	0.2404	0.2281	0.2393	0.2606	0.2350	0.2455	0.2315	0.2401	0.2401	0.250	96.0
1,1-二氯丙烯/四氯化碳	0.3146	0.2986	0.3436	0.3525	0.3138	0.3267	0.3103	0.3186	0.3223	0.500	64.5
三氯乙烯	0.3615	0.3497	0.3796	0.4154	0.3652	0.4021	0.3689	0.3943	0.3796	0.250	152
1,2-二氯丙烷	0.2413	0.2281	0.2282	0.2552	0.2303	0.2481	0.2291	0.2425	0.2379	0.250	95.1
二溴甲烷	0.2532	0.2416	0.2489	0.2648	0.2459	0.2549	0.2457	0.2565	0.2514	0.250	101
一溴二氯甲烷	0.2484	0.2337	0.2383	0.2659	0.2363	0.2566	0.2358	0.2542	0.2462	0.250	98.5
顺式-1,3-二氯丙烯	0.2577	0.2418	0.2422	0.2670	0.2405	0.2541	0.2367	0.2509	0.2489	0.250	99.5
反式-1,3-二氯丙烯	0.2553	0.2408	0.2443	0.2626	0.2399	0.2496	0.2362	0.2475	0.2470	0.250	98.8

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	加标量 μ (mg/kg)	加标回收率 Pi% (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
1,1,2-三氯乙烷	0.2732	0.2629	0.2726	0.2883	0.2681	0.2815	0.2708	0.2806	0.2748	0.250	110
四氯乙烯/1,3-二氯丙烷	0.4706	0.4477	0.4846	0.5122	0.4555	0.4899	0.4337	0.4706	0.4706	0.500	94.1
二溴一氯甲烷	0.2470	0.2349	0.2433	0.2619	0.2381	0.2539	0.2386	0.2526	0.2463	0.250	98.5
1,2-二溴乙烷	0.2553	0.2452	0.2523	0.2646	0.2484	0.2561	0.2481	0.2569	0.2534	0.250	101
1,1,1,2-四氯乙烷	0.2570	0.2415	0.2436	0.2760	0.2420	0.2673	0.2404	0.2619	0.2537	0.250	101
三溴甲烷	0.2557	0.2453	0.2531	0.2654	0.2488	0.2578	0.2487	0.2576	0.2541	0.250	102
1,1,2,2-四氯乙烷	0.0582	0.0510	0.0446	0.0525	0.0484	0.0465	0.0355	0.0455	0.0478	0.250	19.1
溴苯/1,2,3-三氯丙烷	0.5112	0.4895	0.5038	0.5280	0.4938	0.5144	0.4890	0.5140	0.5055	0.500	101
2-氯甲苯	0.2253	0.2140	0.1900	0.2419	0.2094	0.2251	0.2030	0.2416	0.2188	0.250	87.5
4-氯甲苯	0.0334	0.0326	0.0324	0.0335	0.0326	0.0337	0.0341	0.0337	0.0333	0.250	13.3
1,3-二氯苯	0.2442	0.2290	0.2445	0.2761	0.2410	0.2701	0.2299	0.2627	0.2497	0.250	99.9
1,4-二氯苯	0.2733	0.2553	0.2579	0.2881	0.2517	0.2822	0.2419	0.2762	0.2658	0.250	106
1,2-二氯苯	0.2765	0.2608	0.2640	0.2913	0.2599	0.2853	0.2516	0.2802	0.2712	0.250	108
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.2546	0.2473	0.2538	0.2583	0.2488	0.2509	0.2479	0.2510	0.2516	0.250	101
1,2,4-三氯苯	0.2567	0.2344	0.2384	0.2658	0.2250	0.2636	0.1972	0.2523	0.2417	0.250	96.7
六氯丁二烯	0.2172	0.1839	0.2108	0.2159	0.1647	0.2220	0.1541	0.2084	0.1971	0.250	78.9
1,2,3-三氯苯	0.2633	0.2453	0.2421	0.2734	0.2400	0.2702	0.2250	0.2620	0.2527	0.250	101

表 15 HS-ECD 土壤加标样品 3 (0.450mg/kg) 测定结果

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	加标量 μ (mg/kg)	加标回收率 Pi% (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
1,1-二氯乙烯	0.4291	0.3765	0.4235	0.3950	0.3821	0.4064	0.4019	0.3915	0.4008	0.450	89.1
二氯甲烷	0.3222	0.2676	0.2907	0.2843	0.2801	0.3000	0.2818	0.2750	0.2877	0.450	63.9
反式-1,2-二氯乙烯	0.4328	0.3708	0.4076	0.3908	0.3831	0.4149	0.3959	0.3846	0.3976	0.450	88.3
1,1-二氯乙烷	0.4457	0.3766	0.4115	0.3957	0.3937	0.4271	0.4022	0.3906	0.4054	0.450	90.1
2-氯-1,3-丁二烯	0.4298	0.3781	0.4200	0.3976	0.3882	0.4098	0.4023	0.3923	0.4023	0.450	89.4
顺式-1,2-二氯乙烯/2,2-二氯丙烷	0.6494	0.5991	0.6438	0.6148	0.5595	0.5713	0.5564	0.5493	0.5930	0.900	65.9
溴氯甲烷	0.4634	0.3960	0.4289	0.4204	0.4192	0.4474	0.4211	0.4127	0.4261	0.450	94.7
三氯甲烷	0.4691	0.3879	0.4262	0.4097	0.4124	0.4503	0.4177	0.4033	0.4221	0.450	93.8
1,1,1-三氯乙烷	0.4391	0.3761	0.4239	0.3992	0.3911	0.4176	0.4065	0.3927	0.4058	0.450	90.2
1,2-二氯乙烷	0.9909	0.8814	0.9838	0.9311	0.9076	0.9567	0.9479	0.9112	0.9388	0.900	104
1,1-二氯丙烯/四氯化碳	0.5822	0.5978	0.5225	0.4848	0.5415	0.4961	0.4303	0.4463	0.5127	0.450	114
三氯乙烯	0.6592	0.6052	0.6716	0.6573	0.6599	0.6546	0.6878	0.6347	0.6538	0.450	145
1,2-二氯丙烷	0.3983	0.3422	0.3657	0.3566	0.3591	0.3863	0.3612	0.3528	0.3653	0.450	81.2
二溴甲烷	0.4662	0.4040	0.4343	0.4318	0.4291	0.4511	0.4293	0.4222	0.4335	0.450	96.3
一溴二氯甲烷	0.4592	0.3803	0.4132	0.4026	0.4073	0.4421	0.4091	0.3960	0.4137	0.450	91.9
顺式-1,3-二氯丙烯	0.4327	0.3661	0.3976	0.3848	0.3823	0.4027	0.3776	0.3682	0.3890	0.450	86.4
反式-1,3-二氯丙烯	0.4242	0.3664	0.3976	0.3859	0.3813	0.3953	0.3756	0.3684	0.3868	0.450	86.0

目标化合物名称	测定结果 (mg/kg)								平均值 x (mg/kg)	加标量 μ (mg/kg)	加标回收率 Pi% (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8			
1,1,2-三氯乙烷	0.4793	0.4166	0.4440	0.4440	0.4448	0.4590	0.4441	0.4329	0.4456	0.450	99.0
四氯乙烯/1,3-二氯丙烷	0.8956	0.7507	0.8350	0.8048	0.7837	0.8238	0.8116	0.7699	0.8094	0.900	89.9
二溴一氯甲烷	0.4581	0.3890	0.4188	0.4130	0.4163	0.4423	0.4158	0.4059	0.4199	0.450	93.3
1,2-二溴乙烷	0.4586	0.4026	0.4312	0.4302	0.4274	0.4438	0.4264	0.4205	0.4301	0.450	95.6
1,1,1,2-四氯乙烷	0.4695	0.3836	0.4171	0.4060	0.4131	0.4489	0.4145	0.3977	0.4188	0.450	93.1
三溴甲烷	0.4580	0.4019	0.4291	0.4282	0.4287	0.4440	0.4269	0.4221	0.4299	0.450	95.5
1,1,2,2-四氯乙烷	0.0667	0.0659	0.0753	0.0543	0.0617	0.0853	0.0590	0.0743	0.0678	0.450	15.1
溴苯/1,2,3-三氯丙烷	0.8834	0.7605	0.8013	0.8068	0.8085	0.8256	0.8055	0.7902	0.8102	0.900	90.0
2-氯甲苯	0.3580	0.2898	0.3474	0.3050	0.2908	0.2885	0.2787	0.2849	0.3054	0.450	67.9
4-氯甲苯	0.0454	0.0491	0.0448	0.0486	0.0456	0.0505	0.0487	0.0455	0.0473	0.450	10.5
1,3-二氯苯	0.4310	0.3594	0.3784	0.3795	0.3838	0.3988	0.3855	0.3672	0.3855	0.450	85.7
1,4-二氯苯	0.4541	0.3797	0.3969	0.4015	0.4056	0.4201	0.4067	0.3892	0.4067	0.450	90.4
1,2-二氯苯	0.4588	0.3865	0.4065	0.4080	0.4130	0.4294	0.4127	0.3977	0.4141	0.450	92.0
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.4456	0.4053	0.4296	0.4329	0.4320	0.4392	0.4322	0.4273	0.4305	0.450	95.7
1,2,4-三氯苯	0.4230	0.3485	0.3395	0.3677	0.3779	0.3509	0.3744	0.3508	0.3666	0.450	81.5
六氯丁二烯	0.3419	0.3014	0.2427	0.3288	0.3319	0.2315	0.3254	0.2761	0.2975	0.450	66.1
1,2,3-三氯苯	0.4435	0.3647	0.3757	0.3898	0.4039	0.3897	0.3933	0.3829	0.3929	0.450	87.3

4.3.7.4 工作曲线线性

一般规定曲线最低点应为目标化合物检出限浓度的 2 倍~10 倍。可以根据分析仪器的性能不同而改变校准曲线范围,但最高点浓度值不能使检测器饱和或者系统有残留,即随后分析空白样不得检出目标化合物。本实验取 7 支顶空瓶,分别依次加入 2.00 g 石英砂、10.0 mL 饱和氯化钠溶液和一定量的标准使用液,立即密封,HS-FID 配置目标化合物分别为 0、0.10、0.20、0.50、0.75、1.00 和 2.00 μg 的 7 点不同浓度系列的校准曲线系列,HS-ECD 配置目标化合物分别为 0、0.05、0.10、0.20、0.50、0.75 和 1.00 μg 的 7 点不同浓度系列的校准曲线系列。将配置好的标准系列样品在振荡器上以 150 次/min 的频率振荡 10min,静置 10 min 后进样。各物质保留时间、回归方程、相关系数和线性范围详见表 16-17,线性良好。

表 16 HS-FID 各物质保留时间、回归方程、相关系数和线性范围登记表

出峰 顺序	目标化合物	保留时间 (min)	回归方程	相关系数	线性范围 (mg/kg)
1	氯乙烯	7.110	$y=94.012108x-0.0967102$	0.99626	0.0500-1.00
2	1,1-二氯乙烯	11.395	$y=144.181879x-0.0660035$	0.99789	0.0500-1.00
3	二氯甲烷	12.857	$y=85.7076709x+0.2840624$	0.99866	0.0500-1.00
4	反式-1,2-二氯乙烯	13.730	$y=172.851119x+0.1399372$	0.99579	0.0500-1.00
5	1,1-二氯乙烷	14.953	$y=175.904135x-0.3058907$	0.99871	0.0500-1.00
6	2-氯-1,3-丁二烯	15.255	$y=381.622503x-0.9658925$	0.99867	0.0500-1.00
7	顺式-1,2-二氯乙烯/2,2- 二氯丙烷	16.667	$y=197.534605x-0.9099593$	0.99874	0.100-2.00
8	溴氯甲烷	17.348	$y=41.8330372x-0.0393692$	0.99858	0.0500-1.00
9	三氯甲烷	17.547	$y=51.7516025x-0.1866367$	0.99647	0.0500-1.00
10	1,1,1-三氯乙烷	18.183	$y=161.29781x-0.4620117$	0.99764	0.0500-1.00
11	1,1-二氯丙烯/四氯化 碳	18.661	$y=145.25094x-0.9311905$	0.99890	0.100-2.00
12	1,2-二氯乙烷/苯	19.263	$y=399.348471x-1.9461964$	0.99882	0.100-2.00
13	三氯乙烯	21.158	$y=155.42407x-0.1183931$	0.99880	0.0500-1.00
14	1,2-二氯丙烷	21.787	$y=230.663178x-0.3579779$	0.99918	0.0500-1.00
15	二溴甲烷	22.148	$y=30.4050043x+0.093462$	0.99824	0.0500-1.00
16	一溴二氯甲烷	22.580	$y=33.8543621x-0.0530678$	0.99931	0.0500-1.00
17	顺式-1,3-二氯丙烯	23.963	$y=197.780384x-0.261356$	0.99935	0.0500-1.00
18	甲苯	25.070	$y=746.59777x-1.4530158$	0.99901	0.0500-1.00
19	反式-1,3-二氯丙烯	25.654	$y=166.847891x-0.3463135$	0.99937	0.0500-1.00

出峰 顺序	目标化合物	保留时间 (min)	回归方程	相关系数	线性范围 (mg/kg)
20	1,1,2-三氯乙烷	26.250	$y=103.058412x-0.0115264$	0.99951	0.0500-1.00
21	四氯乙烯	26.815	$y=174.382187x-0.5539813$	0.99874	0.0500-1.00
22	1,3-二氯丙烷	26.865	$y=131.504386x-0.0789083$	0.99810	0.0500-1.00
23	二溴一氯甲烷	27.573	$y=21.5216575x+0.0469983$	0.99841	0.0500-1.00
24	1,2-二溴乙烷	27.989	$y=57.6621248x-0.1496791$	0.99917	0.0500-1.00
25	氯苯	29.640	$y=512.249493x-0.7381867$	0.99832	0.0500-1.00
26	1,1,1,2-四氯乙烷	29.876	$y=112.005708x+0.1008406$	0.99728	0.0500-1.00
27	乙苯	29.984	$y=808.980691x-1.2903744$	0.99880	0.0500-1.00
28	对/间-二甲苯	30.373	$y=769.388251x-2.4343023$	0.99907	0.100-2.00
29	邻-二甲苯/苯乙烯	31.749	$y=726.253797x-1.7607873$	0.99911	0.100-2.00
30	三溴甲烷	32.388	$y=20.6040387x+0.0230992$	0.99742	0.0500-1.00
31	异丙苯	33.001	$y=805.371002x-1.2262883$	0.99858	0.0500-1.00
32	1,1,2,2-四氯乙烷	33.927	$y=70.4280797x+0.3184957$	0.99431	0.0500-1.00
33	溴苯/1,2,3-三氯丙烷	34.100	$y=219.896866x-0.3980769$	0.99927	0.100-2.00
34	正丙苯	34.449	$y=784.005791x-0.9619806$	0.99891	0.0500-1.00
35	2-氯甲苯	34.791	$y=570.339329x-1.0711793$	0.99858	0.0500-1.00
36	1,3,5-三甲基苯	35.081	$y=801.388232x-1.1613258$	0.99899	0.0500-1.00
37	4-氯甲苯	35.172	$y=528.598075x-0.2939651$	0.99859	0.0500-1.00
38	叔丁基苯	36.328	$y=816.809516x-1.5160363$	0.99872	0.0500-1.00
39	1,2,4-三甲基苯	36.510	$y=758.345286x-0.5301172$	0.99842	0.0500-1.00
40	仲丁基苯	37.192	$y=777.369279x-0.6560313$	0.99875	0.0500-1.00
41	1,3-二氯苯	37.645	$y=351.079852x+0.6363216$	0.99790	0.0500-1.00
42	4-异丙基甲苯	37.760	$y=755.070948x-0.0176351$	0.99846	0.0500-1.00
43	1,4-二氯苯	37.995	$y=368.65491x+0.7639691$	0.99875	0.0500-1.00
44	正丁基苯	39.473	$y=761.150455x-1.2438285$	0.99828	0.0500-1.00
45	1,2-二氯苯	39.548	$y=330.730535x+0.1117836$	0.99406	0.0500-1.00
46	1,2-二溴-3-氯丙烷	42.965	$y=41.1515033x+0.0462341$	0.99887	0.0500-1.00
47	1,2,4-三氯苯	47.118	$y=277.045135x+0.3135402$	0.99778	0.0500-1.00
48	六氯丁二烯	47.945	$y=169.58487x+0.0949084$	0.99705	0.0500-1.00
49	萘	48.157	$y=463.233297x-0.4754127$	0.99843	0.0500-1.00
50	1,2,3-三氯苯	49.124	$y=272.180473x+0.2018606$	0.99785	0.0500-1.00

表 17 HS-ECD 各物质保留时间、回归方程、相关系数和线性范围登记表

出峰 顺序	目标化合物	保留时间 (min)	回归方程	相关系数	线性范围 (mg/kg)
1	1,1-二氯乙烯	11.728	$y=54383.0922x-28.434856$	0.99789	0.025-0.500
2	二氯甲烷	13.199	$y=5414.59755x-5.9510236$	0.99754	0.025-0.500
3	反式-1,2-二氯乙烯	14.075	$y=5998.7408x-5.4080681$	0.99836	0.025-0.500
4	1,1-二氯乙烷	15.309	$y=1493.41991x+3.1732711$	0.99859	0.025-0.500
5	2-氯-1,3-丁二烯	15.608	$y=25474.1391x-0.2206687$	0.99919	0.025-0.500
6	顺式-1,2-二氯乙烯 /2,2-二氯丙烷	17.035	$y=10345.5519x+21.817178$	0.99746	0.050-1.00
7	溴氯甲烷	17.705	$y=232394.265x-312.86091$	0.99828	0.025-0.500
8	三氯甲烷	17.901	$y=384119.185x-473.33513$	0.99855	0.025-0.500
9	1,1,1-三氯乙烷	18.543	$y=2159152.51x-3827.4642$	0.99715	0.025-0.500
10	1,1-二氯丙烯/四氯 化碳	19.073	$y=5281201.35x-23288.283$	0.99405	0.050-1.00
11	1,2-二氯乙烷	19.602	$y=2965.16301x-5.8754298$	0.99786	0.025-0.500
12	三氯乙烯	21.519	$y=825971.132x-1131.0729$	0.99760	0.025-0.500
13	1,2-二氯丙烷	22.15	$y=3689.80085x-6.956575$	0.99728	0.025-0.500
14	二溴甲烷	22.513	$y=846994.865x-1620.954$	0.99749	0.025-0.500
15	一溴二氯甲烷	22.939	$y=1863677.47x-3747.7417$	0.99751	0.025-0.500
16	顺式-1,3-二氯丙烯	24.321	$y=98668.1884x-56.769122$	0.99977	0.025-0.500
17	反式-1,3-二氯丙烯	26.008	$y=61576.1551x-18.010587$	0.99987	0.025-0.500
18	1,1,2-三氯乙烷	26.606	$y=30289.4416x-10.431529$	0.99943	0.025-0.500
19	四氯乙烯/1,3-二氯 丙烷	27.233	$y=2368612.87x-8787.7215$	0.99687	0.050-1.00
20	二溴一氯甲烷	27.93	$y=1025129.77x-1947.5576$	0.99805	0.025-0.500
21	1,2-二溴乙烷	28.352	$y=217020.406x-242.51107$	0.99889	0.025-0.500
22	1,1,1,2-四氯乙烷	30.23	$y=2905128.29x-5814.1601$	0.99755	0.025-0.500
23	三溴甲烷	32.745	$y=229433.731x-253.33482$	0.99932	0.025-0.500
24	1,1,2,2-四氯乙烷	34.274	$y=148242.926x-216.84194$	0.99286	0.025-0.500

出峰 顺序	目标化合物	保留时间 (min)	回归方程	相关系数	线性范围 (mg/kg)
25	溴苯/1,2,3-三氯丙烷	34.463	$y=9469.31375x-10.939001$	0.99945	0.050-1.00
26	2-氯甲苯	35.627	$y=5446.96736x-11.359926$	0.99582	0.025-0.500
27	4-氯甲苯	36.777	$y=17777.5378x-19.721766$	0.99909	0.025-0.500
28	1,3-二氯苯	38.038	$y=38386.2151x-2.751302$	0.99861	0.025-0.500
29	1,4-二氯苯	38.386	$y=16996.2426x-10.83897$	0.99938	0.025-0.500
30	1,2-二氯苯	39.965	$y=30473.2421x-20.277275$	0.99921	0.025-0.500
31	1,2-二溴-3-氯丙烷	43.399	$y=162597.826x-173.95945$	0.99901	0.025-0.500
32	1,2,4-三氯苯	47.505	$y=279129.016x-265.69056$	0.99953	0.025-0.500
33	六氯丁二烯	48.301	$y=8080193.59x-13532.289$	0.99812	0.025-0.500
34	1,2,3-三氯苯	49.45	$y=309179.347x-387.53494$	0.99904	0.025-0.500

4.3.8 结论

4.3.8.1 FID 检测的 56 个参数的结果

(1) 相关系数范围：0.99406-0.99951，平均相关系数：0.9982；

(2) 回收率：对含 0.100mg/kg、0.500mg/kg、0.900mg/kg 的低、中、高三个不同浓度的 56 种目标物的石英砂加标样品进行 8 次平行测定，加标回收率范围分别为 84.9-117%、83.7-112%、82.8-106%。对含 0.100mg/kg、0.500mg/kg、0.900mg/kg 的低、中、高三个不同浓度的 56 种目标物的土壤加标样品进行 8 次平行测定，加标回收率范围分别为 76.0-117%、70.8-116%、53.2-100%。平均回收率：92.94%；

(3) 精密度：对含 0.100mg/kg、0.500mg/kg、0.900mg/kg 的低、中、高三个不同浓度的 56 种目标物的石英砂加标样品进行 8 次平行测定，相对标准偏差分别为 1.2-11.5%、0.9-8.5%、1.4-9.5%。对含 0.100mg/kg、0.500mg/kg、0.900mg/kg 的低、中、高三个不同浓度的 56 种目标物的土壤加标样品进行 8 次平行测定，相对标准偏差分别为 2.3-12.0%、3.7-9.6%、2.0-9.1%，平均值：5.86%。

(4) 检测限：当土壤取样量为 2g，本方法 56 种目标物检出限为 0.003-0.03mg/kg，测定下限为 0.012-0.12mg/kg，而我国土壤相关标准中涉及到的可用本方法测定的挥发性有机物评价标准限值最小的化合物为 1,2,3 三氯丙烷，其值为 0.05mg/kg。检测限平均值：0.0109mg/kg。

4.3.8.2 ECD 检测参数的 38 个参数的结果

(1) 38 种挥发性有机物标准曲线的线性相关系数范围：0.99286-0.99987，平均相关系数：

0.9982;

(2) 对含 0.050mg/kg、0.250mg/kg、0.450mg/kg 的低、中、高三个不同浓度的 38 种目标物的石英砂加标样品进行 8 次平行测定，加标回收率范围分别为 81.2-108%、86.4-110%、85.6-109%。对含 0.050mg/kg、0.250mg/kg、0.450mg/kg 的低、中、高三个不同浓度的 38 种目标物的土壤加标样品进行 8 次平行测定，加标回收率范围分别为 46.1-147%、13.3-152%、10.5-145%。平均回收率：97.82%。

(3) 对含 0.050mg/kg、0.250mg/kg、0.450mg/kg 的低、中、高三个不同浓度的 38 种目标物的石英砂加标样品进行 8 次平行测定，相对标准偏差分别为 1.2-7.3%、1.8-9.2%、2.8-8.5%。对含 0.050mg/kg、0.250mg/kg、0.450mg/kg 的低、中、高三个不同浓度的 38 种目标物的土壤加标样品进行 8 次平行测定，相对标准偏差分别为 2.1-15.5%、1.5-13.9%、2.7-14.8%。精密度平均值 5.51%。

(4) 当土壤取样量为 2g，本方法 38 种目标物检出限为 0.02-6 μ g/kg，测定下限为 0.08-24 μ g/kg，而我国土壤相关标准中涉及到的可用本方法测定的挥发性有机物评价标准限值最小的化合物为 1,2,3 三氯丙烷，其值为 50 μ g/kg。平均检测限：1.0503 μ g/kg。

本文件研究数据满足农产品产地及相关土壤中挥发性有机物的检测要求，方法学参数试验符合要求、方法可靠、灵敏度高、重现性好、适用性强，易普及和检测设备可实现国产替代，首次体现出土壤中 56 个或以上 VOCs 参数采用气相色谱法同时进行检测。

4.3.9 同行验证说明

标准的征求意见稿完成后广泛的进行了征求意见，同时进行了同行的验证工作，验证单位见表 18 国家标准同行验证一览表，验证结论汇总见表 19 国家标准同行验证结果汇总表。

表 18 国家标准同行验证一览表

序号	验证单位	验证结果	备注
1	吉林省产品质量监督检验院	符合	
2	安徽省生态环境监测中心	符合	
3	杭州北南检测科技有限公司	符合	
4	吉林省安全生产检测检验股份有限公司	符合	
5	杭州泰合海润检测技术有限公司	符合	
6	杭州希科检测技术有限公司	符合	

表 19 国家标准同行验证结果汇总表

序号	精密度试验 结果 (RSD%)		稳定性试验 结果 (RSD%)		重复性试验 结果 (RSD%)		回收率试验 结果 (%) ≥		方法检出限 (LDM) ≤		说明
	FID	ECD	FID	ECD	FID	ECD	FID	ECD	FID (mg/kg)	ECD (μg/kg)	
1	5.7	4.9	1.46	1.52	1.46	1.49	93.01	98.24	0.0109	1.0502	
2	5.1	4.9	2.54	2.35	2.25	2.26	92.02	95.16	0.011	1.009	
3	5.6	5.4	2.23	2.35	2.45	2.36	92.82	96.54	0.0110	1.0202	
4	5.6	4.7	1.49	1.48	1.47	1.53	92.82	99.16	0.0109	1.0501	
5	5.1	4.9	2.54	2.35	2.25	2.26	92.02	96.16	0.011	1.009	
6	5.86	5.51	3.54	3.35	3.25	3.26	92.94	97.82	0.011	1.050	
平均值	5.49	5.05	2.30	2.23	2.19	2.19	92.61	97.18	0.011	1.031	

六家的同行验证平均值，FID 检测精密度试验结果 (RSD%) 5.49、稳定性试验结果 (RSD%) 2.30、重复性试验结果 (RSD%) 2.19、回收率试验结果 (%) ≥92.61、方法检出限(LDM) ≤0.011(mg/kg); ECD 检测精密度试验结果(RSD%)5.05、稳定性试验结果(RSD%) 2.23、重复性试验结果 (RSD%) 2.19、回收率试验结果 (%) ≥97.18、方法检出限(LDM) ≤1.031(μg/kg)，结果均符合要求。

5、采用国际标准

该方法标准原理可靠，已有相关的行业和科研的检测中使用该原理进行土壤中的 VOCs 检测，目前在农产品产地土壤中的 VOCs 的检测中无国家标准和国际标准，本次该标准的制定尚属首次。

6、与现行法律法规和强制性标准的关系

该标准的制定力求与现行的法律法规和强制性标准相一致的原则，制定的过程中认真的学习了相关的文件和文件精神，参考了相关的研究成果和标准及其说明与相应法律法规和强制性标准之间的尽可能衔接、协调。

7、重大分歧意见的处理经过和依据

《农产品产地土壤中挥发性有机物的测定 双柱气相色谱法》 国家标准（征求意见稿）形成后，编制小组以电子邮件的形式向全国各地的相关检测机构，部分生产企业和研究机构

及大专院校对《农产品产地土壤中挥发性有机物的测定 双柱气相色谱法》国家标准（征求意见稿）的意见和建议，对于有分歧的意见和建议编制小组代表与具体专家进行了沟通和讨论，没有重大意见发生，修订后的稿件再次发给部分人员审阅。在此感谢为《农产品产地土壤中挥发性有机物的测定 双柱气相色谱法》国家标准制定过程中提出意见和建议及审阅的单位及各位专家。

8、标准作为强制性或推荐性标准的意见

根据国家的政策，《农产品产地土壤中挥发性有机物的测定 双柱气相色谱法》国家标准的发布拟推荐性国家标准为宜。

9、贯彻标准的要求和措施建议

《农产品产地土壤中挥发性有机物的测定 双柱气相色谱法》标准发布以后标准及农产品的生产、市场监督及管理机构应及时在公众媒体、行业内部及有关媒体、信息上公开宣传，引导行业、社会增强农产品的质量安全意识，引起政府有关部门和领导及员工的重视。使农产品生产相关的管理、市场监督、企业能够积极主动的购买该标准和资料、参加培训；结合生产实际学习研究标准并贯彻实施《农产品产地土壤中挥发性有机物的测定 双柱气相色谱法》标准。

标准的归口单位进行贯标指导，组织标准宣贯培训班，由标准制定人员参加主讲。设立专门的答疑、咨询或网站，为贯标的机构及企业排忧解难。

10、废止现行有关标准的建议

该标准为首次制定，目前没有标准发布实施所替代、废止现行有关标准的建议。

11、其他应予说明的事项

《农产品产地土壤中挥发性有机物的测定 双柱气相色谱法》国家标准征求意见稿的研究制定完成，得到了同行专家和一线技术人员的积极支持，希望同行专家及相关企业进一步的提出宝贵意见和建议，我们将积极的改进，按时完成该标准的制定工作。

《农产品产地土壤中挥发性有机物的测定 双柱气相色谱法》

国家标准编写组

2022/9/2