

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ □□□□—202□

土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类 的测定 气相色谱-质谱法

Soil and sediment—Determination of aniline derivatives and
benzidine derivatives—Gas chromatography mass spectrometry

（征求意见稿）

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□实施

生态环境部 发布

目 次

前 言	ii
1 适用范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法原理	1
4 试剂和材料	1
5 仪器和设备	3
6 样品	3
7 分析步骤	4
8 结果计算与表示	6
9 精密度和正确度	8
10 质量保证和质量控制	9
11 注意事项	9
12 废物处置	9
附录 A（规范性附录） 方法的检出限和测定下限	10
附录 B（资料性附录） 目标化合物测定参考参数	11
附录 C（资料性附录） 方法的准确度	13

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国土壤污染防治法》，防止生态环境污染，改善生态环境质量，规范土壤和沉积物中苯胺类和联苯胺类的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤和沉积物中苯胺类和联苯胺类的气相色谱-质谱法。

本标准的附录A为规范性附录，附录B～附录C为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

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

本标准验证单位：天津市生态环境监测中心、山东省生态环境监测中心、江苏省淮安环境监测中心、江苏康达环境检测技术有限公司、广东实朴检测服务有限公司和西藏自治区生态环境监测中心。

本标准生态环境部202□年□□月□□日批准。

本标准自202□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定

气相色谱-质谱法

警告：实验中使用的标准物质具有较高的毒性或致癌性，溶液配制和样品前处理应在通风橱内操作；操作时应按要求佩戴防护器具，避免吸入呼吸道或接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中苯胺类和联苯胺类的气相色谱-质谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中苯胺、4-甲基苯胺、2-甲基苯胺、3-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、2-氯苯胺、3-氯苯胺、4-氯苯胺、2-硝基苯胺、3-硝基苯胺、1-萘胺、2-萘胺、4-硝基苯胺、4-氨基联苯、联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺、3,3'-二氯联苯胺共 16 种苯胺类和 3 种联苯胺类化合物的测定。

取样量为 10 g，定容体积为 1 ml 时，16 种苯胺类和 3 种联苯胺类化合物的方法检出限为 0.06 mg/kg~0.09 mg/kg，测定下限为 0.24 mg/kg~0.36 mg/kg。详见附录 A。

2 规范性引用文件

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

GB 17378.3	海洋监测规范第 3 部分：样品采集、贮存与运输
GB 17378.5	海洋监测规范第 5 部分：沉积物分析
HJ/T 91	地表水和污水监测技术规范
HJ/T 166	土壤环境监测技术规范
HJ 442.4	近岸海域环境监测技术规范第四部分近岸海域沉积物监测
HJ 494	水质采样技术指导
HJ 613	土壤 干物质和水分的测定 重量法

3 方法原理

土壤或沉积物中苯胺类和联苯胺类目标化合物，在碱性条件下被提取，经净化、浓缩、定容后，进入气相色谱分离，质谱检测器检测，根据保留时间、碎片离子质荷比及其丰度比定性，内标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂，实验用水为新制备的、不含

目标化合物的纯水或蒸馏水。

4.1 乙酸乙酯 ($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$)：色谱纯。

4.2 二氯甲烷 (CH_2Cl_2)：色谱纯。

4.3 正己烷 (C_6H_{14})：色谱纯。

4.4 甲醇 (CH_3OH)：色谱纯。

4.5 氯化钠 (NaCl)。

450 °C 烘烤4 h，冷却后置于磨口玻璃瓶中密封保存。

4.6 氢氧化钠 (NaOH)，纯度 $\geq 96.0\%$ 。

4.7 无水亚硫酸钠 (Na_2SO_3)。

4.8 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)。

450 °C 烘烤4 h，冷却后置于磨口玻璃瓶中密封保存。

4.9 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=3 \text{ mol/L}$ 。

称取125 g氢氧化钠 (4.6) 溶于少量水中，稀释至1 L。

4.10 亚硫酸钠溶液： $w(\text{Na}_2\text{SO}_3)\approx 5\%$ 。

称取无水亚硫酸钠 (4.7) 5 g溶于95 ml纯水中。

4.11 乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂。

乙酸乙酯 (4.1) 和二氯甲烷 (4.2) 按1:4的体积比混合。

4.12 苯胺类和联苯胺类标准溶液： $\rho=1000 \text{ mg/L}$ 。

可购买市售有证标准溶液 (溶剂为甲醇)，组分为苯胺、4-甲基苯胺、2-甲基苯胺、3-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、2-氯苯胺、3-氯苯胺、4-氯苯胺、2-硝基苯胺、3-硝基苯胺、1-萘胺、2-萘胺、4-硝基苯胺、4-氨基联苯、联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺、3,3'-二氯联苯胺。也可用标准物质进行配制，标准物质的纯度大于99%。于-18 °C 以下冷冻、密封、避光可保存3个月，或参照标准溶液证书要求保存。

4.13 内标使用液： $\rho=1000 \text{ mg/L}$ 。

内标物为苊- d_{10} 和苯胺- d_5 。可购买市售有证标准溶液 (溶剂为甲醇)，也可用标准物质配制。于-18 °C 冷冻、密封、避光可保存3个月，或参照标准溶液证书要求保存。

4.14 替代物使用液： $\rho=1000 \text{ mg/L}$ 。

替代物为4-氯苯胺- d_2 ，可购买市售有证标准溶液 (溶剂为甲醇)，也可用标准物质配制。于-18 °C 以下冷冻、密封、避光可保存3个月，或参照标准溶液证书要求保存。

4.15 十氟三苯基膦 (DFTPP) 溶液： $\rho=50 \text{ mg/L}$ ，市售标准溶液。

4.16 石英砂：0.150 mm~0.830 mm (100目~20目)。

450 °C 烘烤4 h，冷却后置于具塞磨口玻璃瓶中密封保存。

4.17 净化柱：填料为弗罗里硅土，1 g/6 ml，或使用其它等效净化柱。

4.18 铜粉 (Cu)：纯度 $\geq 99.5\%$ 。

用稀酸去除铜粉表面的氧化物，临用前处理，保持表面光亮。

4.19 氦气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5 仪器和设备

- 5.1 样品瓶：具聚四氟乙烯—硅胶衬垫螺旋盖的 40 ml 棕色玻璃瓶和 60 ml 广口玻璃瓶。
- 5.2 采样器：配有助推器的不锈钢或聚四氟乙烯专用采样器，可将样品推入 40 ml 棕色玻璃瓶。
- 5.3 气相色谱-质谱仪：具电子轰击（EI）源，带分流/不分流进样口，可程序升温；质谱检测器扫描范围至少为 35 u~800 u；具手动/自动调谐、数据采集、定量分析及谱库检索等功能。
- 5.4 色谱柱：石英毛细管柱，30 m（柱长）×0.25 mm（内径）×0.25 μm（膜厚），固定相为 35%苯基-甲基聚硅氧烷，或其他等效的石英毛细管柱。
- 5.5 水平振荡装置：振荡频率 80~300 次/min 可调。
- 5.6 离心机：最大离心力可达 2500×g，配套 100 ml 聚丙烯离心管及转子。
- 5.7 浓缩装置：氮吹仪或其它性能相当的设备。
- 5.8 固相萃取装置：自动或手动，流速可调节。
- 5.9 分液漏斗：250 ml，配聚四氟乙烯塞。
- 5.10 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品采集和保存

分别按照 GB 17378.3、HJ/T 91、HJ/T 166、HJ 442.4 和 HJ 494 的相关要求采集土壤和沉积物样品。所有样品均应至少采集 3 份平行样于 40 ml 棕色玻璃瓶（5.1）。同时用 60 ml 广口玻璃瓶（5.1）另外采集 1 份不加保存剂的样品，用于样品干物质含量或含水率测定。

采样前，在每个 40 ml 棕色玻璃瓶（5.1）中预先加入 20 ml 亚硫酸钠溶液（4.10）保存剂，密封，贴标签并称重（精确到 0.01 g），记录其重量。采样时用采样器（5.2）在已采集的土壤或沉积物上取约 10 g 样品，立即转移至样品瓶中，密封。

样品采集后应冷藏运输，在 4 °C 以下保存时间为 7 d。

6.2 干物质含量和含水率的测定

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

6.3 试样的制备

6.3.1 提取

将 40 ml 棕色玻璃瓶中的样品充分振摇后全部转移至锥形瓶中；用 15 ml 的氢氧化钠溶液（4.9）充分荡洗样品瓶，并入锥形瓶中。依次加入 2 g 氯化钠（4.5）、适量替代物使用液（4.14）和 30 ml 乙酸乙酯—二氯甲烷混合溶剂（4.11），加盖后置于振荡装置（5.5）中，250 次/min 振荡 20 min 后全部转移至离心管中，以 1200×g 的离心力离心 10 min，将水相

和有机相全部转移至分液漏斗（5.9）中，收集下层有机相；剩余水相再加入 30 ml 混合溶剂（4.11）提取一次，合并有机相。有机相经无水硫酸钠（4.8）脱水，用浓缩装置（5.7）浓缩至约 1 ml。若无需净化则加入适量内标使用液（4.13），使内标物浓度为 10.0 mg/L，用混合溶剂（4.11）定容至 1.0 ml，混匀，待测；若提取液颜色较深或浑浊，则不加内标，加入 4 ml 正己烷（4.3）后待净化。

注：振荡提取后应检查水相碱性，若 $\text{pH} < 13$ ，则补充氢氧化钠溶液（4.9）重新振荡提取。

6.3.2 净化

将净化柱（4.17）固定在固相萃取装置（5.8）上。在柱上端加入约 2 g 铜粉（4.18）用于脱除提取液中的硫，依次用 5 ml 二氯甲烷（4.2）、5 ml 正己烷（4.3）活化。在溶剂流干之前，将待净化的提取液（6.3.1）转入，自然流出。加入 10 ml 混合溶剂（4.11）洗脱，收集洗脱液。使用浓缩装置（5.7）将洗脱液浓缩至约 1 ml，加入适量内标使用液（4.13），使内标化合物浓度为 10.0 mg/L，用混合溶剂（4.11）定容至 1.0 ml，混匀，待测。

如不能尽快测定，可在 4 °C 以下冷藏 14 d；或在 -18 °C 以下冷冻 30 d。

6.4 空白试样的制备

用石英砂（4.16）代替样品，按照与试样的制备（6.3）相同的步骤制备空白试样。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 气相色谱参考条件

进样方式：分流进样，分流比：5:1；进样量：1 μl ；进样口温度：250 °C；载气流量：1.0 ml/min。

色谱柱升温程序：60 °C 保持 2 min，以 5 °C/min 升温至 130 °C，再以 30 °C/min 升温至 300 °C，保持 4 min。

7.1.2 质谱参考条件

离子源：电子轰击（EI）离子源；离子源温度：300 °C；离子化能量：70 eV；传输线温度：300 °C；四极杆温度：150 °C；数据采集模式：全扫描（Scan），全扫描范围：45 u~550 u；溶剂延迟时间：5 min。

7.2 校准

7.2.1 质谱性能检查

仪器自动调谐后按下述方法检查质谱性能：通过气相色谱进样口直接注入 1.0 μl 十氟三苯基膦溶液（4.15），得到十氟三苯基膦的质谱图，其关键碎片离子丰度应全部符合表 1 中的要求，否则，应调整质谱仪相关参数或清洗离子源。

表 1 十氟三苯基膦（DFTPP）关键离子相对丰度要求

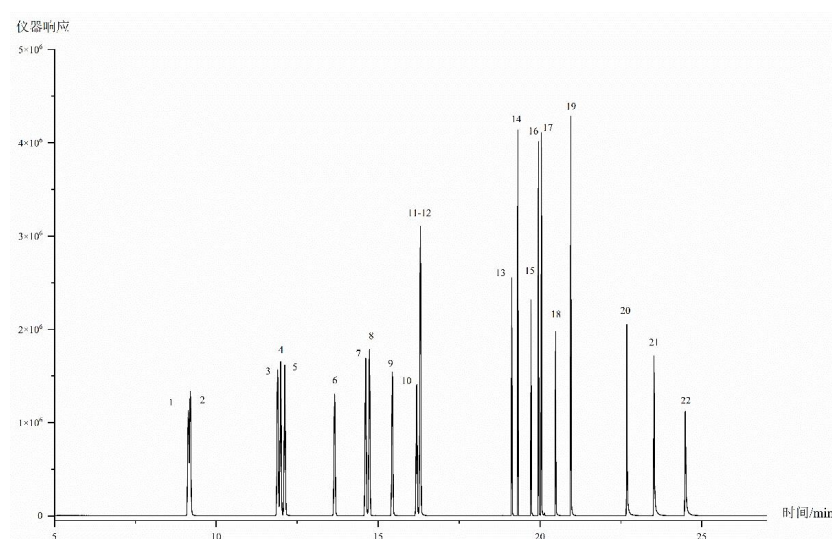
质荷比 (m/z)	离子相对丰度	质荷比 (m/z)	离子相对丰度
68	小于 69 峰的 2%	199	198 峰的 5%~9%
69	存在	365	大于基峰的 1%
70	小于 69 峰的 2%	441	小于 443 峰的 150%
197	小于 198 峰的 2%	442	基峰, 或者存在
198	基峰, 或者存在	443	442 峰的 15%~24%

7.2.2 标准曲线的建立

分别移取适量的苯胺类和联苯胺类标准溶液（4.12）、替代物使用液（4.14）和内标使用液（4.13），用混合溶剂（4.11）配制成目标化合物和替代物的质量浓度分别为 0.00 mg/L、4.00 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L、100 mg/L，内标的质量浓度均为 10.0 mg/L 的标准系列（此为参考浓度，可根据实际样品情况调整曲线范围）。

按照仪器参考条件（7.1），从低浓度到高浓度依次测定。采用平均相对响应因子法或标准曲线法进行校准。

在本标准推荐的仪器参考条件下，目标化合物的总离子色谱图见图 1。



1——苯胺- d_5 （内标 1）；2——苯胺；3——4-甲基苯胺；4——2-甲基苯胺；5——3-甲基苯胺；6——2-氯苯胺；7——2,4-二甲基苯胺；8——2,6-二甲基苯胺；9——2-甲氧基苯胺；10——3-氯苯胺；11——4-氯苯胺- d_2 （替代物）；12——4-氯苯胺；13——2-硝基苯胺；14——萘- d_{10} （内标 2）；15——3-硝基苯胺；16——1-萘胺；17——2-萘胺；18——4-硝基苯胺；19——4-氨基联苯；20——联苯胺；21——3,3'-二甲基联苯胺；22——3,3'-二氯联苯胺。

图 1 16 种苯胺类和 3 种联苯胺类化合物（100 mg/L）、替代物（100 mg/L）及 2 种内标（10.0 mg/L）的总离子色谱图

7.3 试样测定

按照与标准曲线的建立（7.2）相同的仪器分析条件测定试样（6.3）。

7.4 空白试样的测定

按照与试样测定（7.3）相同的仪器分析条件测定空白试样（6.4）。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

根据样品中目标化合物与标准系列中目标化合物的保留时间、碎片离子质荷比及其丰度等信息比较，对目标化合物进行定性。

样品中目标化合物的保留时间与标准溶液中该化合物的保留时间的相对偏差控制在±3%以内。

目标化合物标准质谱图中相对丰度高于30%的所有离子应在样品质谱图中存在，样品质谱图和标准质谱图中上述特征离子的相对丰度偏差应在±30%以内。一些特征离子如分子离子，即使其相对丰度低于30%，也应作为判别化合物的依据。如果实际样品存在明显的背景干扰，应扣除背景影响。

8.2 定量分析

在对目标化合物定性判断的基础上，根据定量离子的响应值，采用内标法进行定量。当样品中目标化合物定量离子有干扰时，可使用辅助离子定量。定量离子、辅助离子见附录B。

8.2.1 用平均相对响应因子（ $\overline{\text{RRF}}_j$ ）法计算

标准系列第*i*点中目标化合物的相对响应因子（ RRF_{ij} ），按照公式（1）计算。

$$\text{RRF}_{ij} = \frac{A_{ij}}{A_{\text{IS},ij}} \times \frac{\rho_{\text{IS},ij}}{\rho_{ij}} \quad (1)$$

式中： RRF_{ij} ——标准系列中第*i*点目标化合物*j*的相对响应因子；

A_{ij} ——标准系列中第*i*点目标化合物*j*定量离子的响应值；

$A_{\text{IS},ij}$ ——标准系列中第*i*点与目标化合物*j*相对应内标定量离子的响应值；

$\rho_{\text{IS},ij}$ ——标准系列中目标化合物*j*相对应内标物的质量浓度，mg/L；

ρ_{ij} ——标准系列中第*i*点目标化合物*j*的质量浓度，mg/L。

目标化合物*j*的平均相对响应因子 $\overline{\text{RRF}}_j$ ，按照公式（2）计算。

$$\overline{\text{RRF}}_j = \frac{\sum_{i=1}^n \text{RRF}_{ij}}{n} \quad (2)$$

式中： $\overline{\text{RRF}}_j$ ——目标化合物*j*的平均相对响应因子；

RRF_{ij} ——标准系列中第*i*点目标化合物*j*的相对响应因子；

n ——标准系列点数。

试样中目标化合物（或替代物）的含量 m_x ，按公式（3）计算。

$$m_x = \frac{A_x \times m_{is}}{A_{is} \times \overline{RRF}} \quad (3)$$

式中： m_x ——试样中目标化合物（或替代物）的含量， μg ；

A_x ——试样中目标化合物（或替代物）定量离子的响应值；

m_{is} ——试样中内标物的含量， μg ；

A_{is} ——试样中内标物定量离子的响应值；

$\overline{RRF}$ ——目标化合物（或替代物）的平均相对响应因子。

8.2.2 用标准曲线法计算

以目标化合物（或替代物）含量为横坐标，以目标化合物（或替代物）与内标物定量离子响应值的比值和内标物含量的乘积为纵坐标，建立标准曲线。试样中目标化合物（或替代物）含量通过相应的标准曲线计算。

8.3 结果计算

8.3.1 土壤样品的结果计算

土壤样品中目标化合物（或替代物）的浓度 w ，按照公式（4）计算：

$$w = \frac{m_x \times D}{m \times W_{\text{dm}}} \quad (4)$$

式中： w ——样品中目标化合物（或替代物）的浓度， mg/kg ；

m_x ——试样中目标化合物（或替代物）的含量， μg ；

m ——称取样品的质量， g ；

W_{dm} ——土壤干物质含量， $\%$ ；

D ——提取液的稀释倍数。

8.3.2 沉积物样品的结果计算

沉积物样品中目标化合物（或替代物）的浓度 w ，按照公式（5）计算：

$$w = \frac{m_x \times D}{m \times (1 - W_{\text{H}_2\text{O}})} \quad (5)$$

式中： w ——样品中目标化合物（或替代物）的浓度， mg/kg ；

m_x ——试样中目标化合物（或替代物）的含量， μg ；

m ——称取样品的质量， g ；

$W_{\text{H}_2\text{O}}$ ——沉积物含水率， $\%$ ；

D ——提取液的稀释倍数。

8.4 结果表示

测定结果最多保留 3 位有效数字，小数点后位数与方法检出限一致。

9 精密度和正确度

9.1 精密度

6 家实验室分别对加标浓度为 0.10 mg/kg~0.20 mg/kg、5.00 mg/kg、20.0 mg/kg 的石英砂样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 2.2%~17.4%、2.2%~17.5%和 2.0%~13.2%；实验室间相对标准偏差分别为 18.5%~45.8%、9.4%~19.1%和 9.6%~17.6%；重复性限分别为 0.03 mg/kg~0.05 mg/kg、0.65 mg/kg~1.07 mg/kg 和 2.16 mg/kg~3.91 mg/kg；再现性限为 0.06 mg/kg~0.17 mg/kg、1.29 mg/kg~2.44 mg/kg 和 4.93 mg/kg~9.08 mg/kg。

6 家实验室分别对加标浓度为 1.00 mg/kg、10.0 mg/kg、50.0 mg/kg 的实际土壤样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 1.3%~16.8%、0.9%~16.7%和 2.1%~13.6%；实验室间相对标准偏差分别为 5.3%~15.7%、5.7%~27.2%和 4.0%~11.3%；重复性限分别为 0.14 mg/kg~0.22 mg/kg、1.26 mg/kg~2.24 mg/kg 和 7.51 mg/kg~10.4 mg/kg；再现性限为 0.18 mg/kg~0.42 mg/kg、2.19 mg/kg~6.26 mg/kg 和 8.87 mg/kg~15.2 mg/kg。

6 家实验室分别对加标浓度为 1.00 mg/kg、10.0 mg/kg、50.0 mg/kg 的实际沉积物样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 2.2%~20.7%、3.0%~16.1%和 2.7%~15.1%；实验室间相对标准偏差分别为 3.5%~14.5%、4.8%~16.8%和 2.3%~11.7%；重复性限为 0.13 mg/kg~0.31 mg/kg、1.37 mg/kg~2.11 mg/kg 和 7.39 mg/kg~10.2 mg/kg；再现性限为 0.18 mg/kg~0.44 mg/kg、1.70 mg/kg~4.41 mg/kg 和 8.23 mg/kg~15.5 mg/kg。

精密度数据参见附录 C。

9.2 正确度

6 家实验室分别对加标浓度为 0.10 mg/kg~0.20 mg/kg、5.00 mg/kg、20.0 mg/kg 的石英砂样品进行了 6 次重复测定，加标回收率范围为 46.3%~115%、68.2%~118%和 68.2%~111%；加标回收率最终值分别为 66.3%±34.3%~91.0%±37.8%、79.0%±24.9%~93.0%±27.0%和 77.0%±16.8%~89.2%±21.1%。

6 家实验室分别对加标浓度为 1.00 mg/kg、10.0 mg/kg、50.0 mg/kg 的实际土壤样品重复测定 6 次：加标回收率范围为 66.0%~108%、66.8%~116%和 66.0%~113%；加标回收率最终值分别为 74.0%±13.4%~88.2%±22.5%、73.3%±10.9%~96.2%±20.7%和 80.9%±12.3%~90.8%±10.5%。

6 家实验室分别对加标浓度为 1.00 mg/kg、10.0 mg/kg、50.0 mg/kg 的实际沉积物样品重复测定 6 次：加标回收率范围为 66.7%~116%、67.5%~115%和 66.2%~95.0%；加标回收率最终值分别为 73.3%±10.2%~93.8%±21.0%、73.0%±7.0%~88.9%±27.2%和 74.3%±13.7%~84.0%±11.3%。

正确度数据参见附录 C。

10 质量保证和质量控制

10.1 标准曲线检查

标准系列至少包含 5 个浓度点（不含零点），标准系列目标化合物相对响应因子的相对标准偏差 $\leq 30\%$ ；或标准曲线相关系数 ≥ 0.990 ，否则应查找原因并重新建立标准曲线。

连续分析时，每 24 h 分析一次标准曲线中间点浓度，其测定结果的相对误差在 $\pm 30\%$ 以内，否则应查找原因，必要时重新建立标准曲线。

10.2 实验室空白

每 20 个或每批次样品（少于 20 个）至少测定一个实验室空白，空白中目标化合物的浓度应低于方法检出限。

10.3 内标

样品测定时的内标定量离子响应值应在标准曲线内标定量离子响应平均值的 $-50\% \sim 200\%$ 之间。

10.4 加标回收率

每 20 个或每批次样品（少于 20 个）至少测定一个基体加标样品，土壤和沉积物样品目标化合物及替代物的加标回收率应在 $60\% \sim 120\%$ 之间。当基体加标不能满足要求时，应加做一个空白加标样品，其加标回收率应在 $60\% \sim 120\%$ 之间。

10.5 平行样

每 20 个或每批次样品（少于 20 个）至少测定一个平行样，平行样的相对偏差应在 $\pm 30\%$ 以内。

11 注意事项

11.1 当分析干扰较多或者高浓度的样品后，应进行一个或多个空白试验样品检查交叉污染。若出现较多干扰峰或者柱流失过多，应检查污染来源，必要时采取更换衬管、清洗离子源或保养、更换色谱柱等措施。

11.2 连续分析时应注意联苯胺的响应情况，如果联苯胺响应衰减较多或者拖尾因子大于 2，则需要更换衬管、维护进样口，必要时可截取适当长度的进样口端色谱柱，重新建立标准曲线。

12 废物处置

实验中产生的废物应集中收集，分类保存，并做好相应的标识，依法处置。

附 录 A
(规范性附录)
方法的检出限和测定下限

取样量为 10 g，定容体积为 1 ml 时，表 A.1 按出峰顺序给出了目标化合物全扫描的方法检出限和测定下限。

表 A. 1 方法检出限和测定下限

序号	目标化合物名称	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
1	苯胺	0.07	0.28
2	4-甲基苯胺	0.07	0.28
3	2-甲基苯胺	0.06	0.24
4	3-甲基苯胺	0.08	0.32
5	2-氯苯胺	0.07	0.28
6	2,4-二甲基苯胺	0.07	0.28
7	2,6-二甲基苯胺	0.06	0.24
8	2-甲氧基苯胺	0.08	0.32
9	3-氯苯胺	0.08	0.32
10	4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物)	0.07	0.28
11	4-氯苯胺	0.07	0.28
12	2-硝基苯胺	0.07	0.28
13	3-硝基苯胺	0.09	0.36
14	1-萘胺	0.06	0.24
15	2-萘胺	0.06	0.24
16	4-硝基苯胺	0.06	0.24
17	4-氨基联苯	0.07	0.28
18	联苯胺	0.06	0.24
19	3,3'-二甲基联苯胺	0.07	0.28
20	3,3'-二氯联苯胺	0.08	0.32

附 录 B
(资料性附录)
目标化合物测定参考参数

表 B.1 按照出峰顺序给出了目标化合物、替代物和内标物的定量离子和辅助离子。

表 B. 1 目标化合物测定参考参数

序号	目标化合物中文名称	目标化合物英文名称	CAS No.	类型	出峰顺序	定量内标	定量离子 (m/z)	辅助离子 (m/z)
1	苯胺- d_5	Aniline- d_5	4165-61-1	内标 1	1	/	98	71
2	苯胺	Aniline	62-53-3	目标化合物	2	1	93	94、66
3	4-甲基苯胺	<i>p</i> -Toluidine	106-49-0	目标化合物	3	1	106	107、77
4	2-甲基苯胺	<i>o</i> -Toluidine	95-53-4	目标化合物	4	1	106	107、77
5	3-甲基苯胺	<i>m</i> -Toluidine	108-44-1	目标化合物	5	1	106	107、79
6	2-氯苯胺	2-Chloroaniline	95-51-2	目标化合物	6	1	127	129、65
7	2,4-二甲苯胺	2,4-Xylidine	95-68-1	目标化合物	7	1	121	106、120
8	2,6-二甲苯胺	2,6-Xylidine	87-62-7	目标化合物	8	1	121	106、77
9	2-甲氧基苯胺	<i>o</i> -Anisidine	90-04-0	目标化合物	9	1	108	123、80
10	3-氯苯胺	3-Chloroaniline	108-42-9	目标化合物	10	1	65	127、129
11	4-氯苯胺- d_2	4-Chloroaniline-2,6- d_2	35749-94-1	替代物	11	2	129	67、131
12	4-氯苯胺	4-Chloroaniline	106-47-8	目标化合物	12	2	127	129、65
13	2-硝基苯胺	2-Nitroaniline	88-74-4	目标化合物	13	2	138	65、92

序号	目标化合物中文名称	目标化合物英文名称	CAS No.	类型	出峰顺序	定量内标	定量离子 (m/z)	辅助离子 (m/z)
14	茚- d_{10}	Acenaphthene- d_{10}	15067-26-2	内标 2	14	/	162	164、160
15	3-硝基苯胺	3-Nitroaniline	99-09-2	目标化合物	15	2	92	138、65
16	1-萘胺	1-Naphthalenamine	134-32-7	目标化合物	16	2	143	115、71
17	2-萘胺	2-Naphthalenamine	91-59-8	目标化合物	17	2	143	115、116
18	4-硝基苯胺	4-Nitroaniline	100-01-6	目标化合物	18	2	65	138、105
19	4-氨基联苯	4-Aminobiphenyl	92-67-1	目标化合物	19	2	169	168、115
20	联苯胺	Benzidine	92-87-5	目标化合物	20	2	184	156、92
21	3,3'-二甲基联苯胺	3,3'-Dimethylbenzidine	119-93-7	目标化合物	21	2	212	213、106
22	3,3'-二氯联苯胺	3,3'-Dichlorobenzidine	91-94-1	目标化合物	22	2	252	254、154

附 录 C
(资料性附录)
方法的准确度

取样量为 10 g，定容体积为 1 ml 时，方法精密度和正确度汇总数据见表 C.1 及表 C.2。

表 C.1 方法的精密度

化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	总均值 (mg/kg)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
苯胺	空白	0.20	0.09	4.4~16.7	21.1	0.03	0.06
		5.00	3.97	4.2~12.8	10.1	0.87	1.37
		20.0	15.4	2.7~10.1	10.9	2.64	5.29
	土壤 1(壤土)	1.00	0.74	3.1~11.3	9.1	0.14	0.23
	土壤 2(褐土)	10.0	8.46	3.3~8.5	12.1	1.42	3.16
	土壤 3(黑土)	50.0	41.0	3.4~13.4	5.6	9.49	10.8
	土壤 4(粘土)	50.0	40.3	4.1~12.8	14.4	9.62	18.5
	沉积物 1(海洋)	1.00	0.73	3.6~12.7	6.9	0.14	0.19
	沉积物 2(河流)	10.0	7.85	3.9~9.5	13.8	1.58	3.36
	沉积物 3(湖泊)	50.0	37.6	5.2~15.1	4.7	9.91	10.3
4-甲基苯胺	空白	0.20	0.09	3.9~15.8	24.6	0.03	0.07
		5.00	3.99	3.5~12.3	11.5	0.86	1.50
		20.0	16.1	2.0~9.2	11.5	2.64	5.71
	土壤 1(壤土)	1.00	0.76	2.0~11.9	5.7	0.15	0.18
	土壤 2(褐土)	10.0	8.57	3.5~8.4	11.3	1.38	2.98
	土壤 3(黑土)	50.0	41.9	3.8~11.8	7.1	9.18	11.8
	土壤 4(粘土)	50.0	40.8	5.0~12.0	15.5	9.89	19.9
	沉积物 1(海洋)	1.00	0.78	3.7~12.7	8.8	0.16	0.24
	沉积物 2(河流)	10.0	8.04	4.6~12.3	12.4	1.72	3.19

化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	总均值 (mg/kg)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	38.5	3.5~10.9	4.2	8.67	9.14
2-甲基苯胺	空白	0.20	0.12	3.8~13.1	37.3	0.03	0.13
		5.00	4.06	3.6~14.0	10.0	0.95	1.43
		20.0	15.8	3.1~9.4	10.5	2.62	5.21
	土壤 1(壤土)	1.00	0.78	2.6~10.0	6.7	0.15	0.20
	土壤 2(褐土)	10.0	8.66	2.5~8.3	10.9	1.38	2.93
	土壤 3(黑土)	50.0	41.6	2.1~12.0	4.6	9.36	10.1
	土壤 4(粘土)	50.0	42.6	2.8~10.5	11.6	9.39	16.3
	沉积物 1 (海洋)	1.00	0.76	3.0~12.5	7.8	0.14	0.21
	沉积物 2 (河流)	10.0	8.02	5.3~11.4	13.6	1.77	3.46
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	38.5	4.3~8.9	6.2	7.71	9.72
3-甲基苯胺	空白	0.20	0.09	5.2~20.4	25.7	0.03	0.07
		5.00	4.04	3.4~13.3	9.8	0.96	1.41
		20.0	16.0	3.3~8.5	11.0	2.60	5.46
	土壤 1(壤土)	1.00	0.75	1.3~10.1	7.5	0.14	0.21
	土壤 2(褐土)	10.0	8.60	3.3~8.5	10.8	1.39	2.90
	土壤 3(黑土)	50.0	41.8	3.6~11.3	5.4	8.91	10.3
	土壤 4(粘土)	50.0	41.2	1.5~11.0	14.1	8.65	18.1
	沉积物 1 (海洋)	1.00	0.76	3.1~13.1	5.7	0.14	0.18
	沉积物 2 (河流)	10.0	8.07	4.0~10.5	12.5	1.76	3.26
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	38.2	4.1~8.3	4.4	7.39	8.23
2-氯胺	空白	0.20	0.12	2.2~17.4	37.5	0.03	0.13
		5.00	4.09	3.4~16.3	9.8	0.96	1.41
		20.0	15.9	3.1~9.4	11.0	2.60	5.46
	土壤 1(壤土)	1.00	0.80	2.9~10.0	7.5	0.14	0.21

化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	总均值 (mg/kg)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
	土)						
	土壤 2(褐土)	10.0	8.68	3.2~8.0	10.8	1.39	2.90
	土壤 3(黑土)	50.0	41.6	3.9~12.1	5.4	8.91	10.3
	土壤 4(粘土)	50.0	43.0	3.4~9.0	14.1	8.65	18.1
	沉积物 1(海洋)	1.00	0.77	3.4~12.2	5.7	0.14	0.18
	沉积物 2(河流)	10.0	8.04	3.4~13.7	12.5	1.76	3.26
	沉积物 3(湖泊)	50.0	38.7	4.0~11.3	4.4	7.39	8.23
2,4-二甲基苯胺	空白	0.20	0.12	3.0~14.8	35.5	0.03	0.12
		5.00	4.02	3.7~11.1	12.4	0.89	1.61
		20.0	16.2	2.8~8.4	12.9	2.57	6.29
	土壤 1(壤土)	1.00	0.77	3.2~10.1	6.8	0.15	0.20
	土壤 2(褐土)	10.0	8.72	2.7~8.3	12.2	1.32	3.21
	土壤 3(黑土)	50.0	42.5	2.3~12.2	6.2	9.41	11.3
	土壤 4(粘土)	50.0	43.0	1.6~12.8	13.4	9.64	18.4
	沉积物 1(海洋)	1.00	0.76	3.6~13.8	4.7	0.16	0.18
	沉积物 2(河流)	10.0	8.27	5.1~10.8	13.1	1.77	3.44
	沉积物 3(湖泊)	50.0	39.4	5.5~11.2	6.2	9.13	10.8
2,6-二甲基苯胺	空白	0.20	0.12	3.0~14.8	35.5	0.03	0.12
		5.00	4.08	3.8~14.1	10.1	0.95	1.44
		20.0	15.8	2.8~8.3	12.1	2.48	5.82
	土壤 1(壤土)	1.00	0.80	3.9~9.8	6.1	0.15	0.19
	土壤 2(褐土)	10.0	8.72	2.6~8.4	12.6	1.37	3.31
	土壤 3(黑土)	50.0	41.8	4.8~12.2	5.1	9.51	10.6
	土壤 4(粘	50.0	43.7	3.4~10.9	11.1	9.69	16.2

化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	总均值 (mg/kg)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
	土)						
	沉积物 1 (海洋)	1.00	0.76	3.2~12.8	6.9	0.14	0.20
	沉积物 2 (河流)	10.0	8.24	2.4~11.3	12.9	1.86	3.42
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	39.7	4.8~9.0	7.9	8.16	11.5
2-甲氧基苯胺	空白	0.20	0.13	3.6~16.2	35.3	0.03	0.13
		5.00	4.22	3.3~10.7	10.9	0.85	1.50
		20.0	16.5	2.9~7.9	13.0	2.61	6.44
	土壤 1(壤土)	1.00	0.79	2.2~10.7	6.6	0.16	0.21
	土壤 2(褐土)	10.0	8.92	3.2~8.8	11.0	1.40	3.04
	土壤 3(黑土)	50.0	43.7	2.1~9.1	4.9	8.62	9.92
	土壤 4(粘土)	50.0	43.8	3.2~11.9	11.6	10.1	16.9
	沉积物 1 (海洋)	1.00	0.78	3.2~14.3	5.4	0.16	0.19
	沉积物 2 (河流)	10.0	8.37	4.8~11.9	13.7	1.75	3.59
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	40.7	5.5~8.9	8.0	8.16	11.8
3-氯胺	空白	0.20	0.09	4.3~19.4	18.5	0.03	0.06
		5.00	4.16	3.1~11.3	10.2	0.81	1.40
		20.0	16.6	3.6~7.8	13.8	2.71	6.89
	土壤 1(壤土)	1.00	0.82	3.4~11.0	5.3	0.16	0.19
	土壤 2(褐土)	10.0	8.96	2.9~7.7	9.9	1.26	2.74
	土壤 3(黑土)	50.0	43.0	2.1~9.2	5.7	8.76	10.5
	土壤 4(粘土)	50.0	44.1	3.4~11.7	8.9	11.2	15.0
	沉积物 1 (海洋)	1.00	0.81	4.0~16.2	5.1	0.19	0.21
	沉积物 2 (河流)	10.0	8.52	4.0~10.9	13.8	1.66	3.62
	沉积物 3	50.0	40.0	5.9~11.5	6.3	9.46	11.1

化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	总均值 (mg/kg)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
	(湖泊)						
4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物)	空白	0.20	0.14	4.1~13.7	32.1	0.04	0.13
		5.00	4.33	3.1~11.8	19.1	0.83	2.44
		20.0	15.8	2.3~11.4	12.1	3.17	6.06
	土壤 1(壤土)	1.00	0.79	2.0~10.3	9.0	0.14	0.24
	土壤 2(褐土)	10.0	8.46	2.8~12.9	14.9	1.44	3.76
	土壤 3(黑土)	50.0	42.2	2.2~9.3	4.8	8.40	9.56
	土壤 4(粘土)	50.0	41.8	3.3~10.0	13.0	9.37	17.5
	沉积物 1(海洋)	1.00	0.82	4.1~14.1	8.5	0.19	0.26
	沉积物 2(河流)	10.0	8.00	3.0~12.8	7.1	2.11	2.49
	沉积物 3(湖泊)	50.0	40.0	2.7~10.6	4.8	7.94	8.99
4-氯胺	空白	0.20	0.12	6.5~16.6	39.1	0.04	0.14
		5.00	4.10	3.3~12.0	9.5	0.76	1.29
		20.0	15.9	2.3~7.0	13.2	2.42	6.26
	土壤 1(壤土)	1.00	0.79	1.9~9.8	9.8	0.14	0.25
	土壤 2(褐土)	10.0	8.84	2.7~7.9	12.1	1.32	3.22
	土壤 3(黑土)	50.0	42.5	6.7~9.3	4.4	9.43	10.1
	土壤 4(粘土)	50.0	42.2	3.3~10.0	10.8	9.47	15.4
	沉积物 1(海洋)	1.00	0.78	5.1~13.7	4.9	0.19	0.21
	沉积物 2(河流)	10.0	8.28	4.9~13.1	15.3	1.82	3.91
	沉积物 3(湖泊)	50.0	39.3	3.7~9.5	5.0	8.06	9.17
2-硝基苯胺	空白	0.20	0.12	6.1~14.7	42.3	0.03	0.15
		5.00	4.44	2.4~10.9	9.4	0.94	1.45
		20.0	17.6	3.7~9.2	13.0	3.22	7.02
	土壤 1(壤土)	1.00	0.86	2.7~13.3	15.7	0.21	0.42

化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	总均值 (mg/kg)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
	土壤 2(褐土)	10.0	9.47	0.9~8.4	13.3	1.52	3.79
	土壤 3(黑土)	50.0	44.0	4.2~10.0	10.4	8.77	15.1
	土壤 4(粘土)	50.0	46.6	3.2~11.5	12.3	10.6	18.7
	沉积物 1(海洋)	1.0	0.78	2.2~12.9	11.5	0.19	0.31
	沉积物 2(河流)	10.0	8.61	3.8~11.2	16.8	1.92	4.41
	沉积物 3(湖泊)	50.0	37.9	3.2~10.8	11.7	8.87	14.9
3-硝基苯胺	空白	0.20	0.14	4.5~15.3	34.5	0.05	0.14
		5.00	4.57	2.4~13.2	13.1	0.92	1.88
		20.0	17.7	4.4~8.7	17.6	2.85	9.08
	土壤 1(壤土)	1.00	0.79	3.3~11.0	10.9	0.16	0.28
	土壤 2(褐土)	10.0	8.19	3.7~11.1	26.3	1.84	6.26
	土壤 3(黑土)	50.0	44.1	4.2~8.1	10.3	7.51	14.5
	土壤 4(粘土)	50.0	44.1	1.8~10.8	12.8	8.61	17.7
	沉积物 1(海洋)	1.0	0.79	4.9~14.9	6.1	0.20	0.23
	沉积物 2(河流)	10.0	8.51	3.0~13.6	15.7	2.07	4.19
	沉积物 3(湖泊)	50.0	37.1	3.2~11.6	9.2	8.53	12.4
1-萘胺	空白	0.20	0.10	6.4~13.6	26.4	0.03	0.08
		5.00	4.21	3.4~6.8	13.9	0.65	1.74
		20.0	16.2	3.4~6.9	15.1	2.16	7.12
	土壤 1(壤土)	1.00	0.77	5.3~10.0	7.9	0.16	0.23
	土壤 2(褐土)	10.0	7.39	3.3~15.6	27.2	1.84	5.88
	土壤 3(黑土)	50.0	42.6	3.4~7.7	11.3	7.69	15.2
	土壤 4(粘土)	50.0	42.5	2.3~13.8	13.5	9.28	18.2

化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	总均值 (mg/kg)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
	沉积物 1 (海洋)	1.00	0.76	4.8~10.4	9.7	0.16	0.25
	沉积物 2 (河流)	10.0	7.51	5.8~10.7	11.2	1.81	2.88
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	37.7	3.3~13.4	6.9	10.2	11.9
2-萘胺	空白	0.20	0.10	3.7~12.7	36.7	0.03	0.11
		5.00	4.21	3.1~6.5	12.3	0.65	1.57
		20.0	16.2	3.5~6.9	15.4	2.21	7.25
	土壤 1(壤土)	1.00	0.78	2.8~10.1	10.0	0.15	0.26
	土壤 2(褐土)	10.0	7.76	3~12.6	22.1	1.73	5.05
	土壤 3(黑土)	50.0	42.2	3.8~8.8	9.4	7.96	13.3
	土壤 4(粘土)	50.0	41.2	2.3~12.4	15.3	9.18	19.5
	沉积物 1 (海洋)	1.00	0.79	3.9~14.6	10.7	0.19	0.30
	沉积物 2 (河流)	10.0	7.52	4.8~8.4	6.2	1.37	1.80
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	39.5	3.3~14.9	2.3	9.95	11.9
4-硝基苯胺	空白	0.20	0.15	5.5~17.5	38.5	0.04	0.17
		5.00	4.66	2.2~9.9	14.5	0.90	2.06
		20.0	17.8	4.6~10.8	16.7	3.56	8.90
	土壤 1(壤土)	1.00	0.84	1.6~11.5	12.2	0.18	0.33
	土壤 2(褐土)	10.0	9.62	2.6~8.5	10.8	1.53	3.23
	土壤 3(黑土)	50.0	45.4	2.6~8.7	5.8	8.13	10.4
	土壤 4(粘土)	50.0	45.7	2.6~14.8	6.2	9.77	11.9
	沉积物 1 (海洋)	1.00	0.84	3.4~14.5	12.8	0.21	0.36
	沉积物 2 (河流)	10.0	8.89	2.9~9.8	15.3	1.57	4.07
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	39.8	3.7~13.8	11.3	9.98	15.5

化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	总均值 (mg/kg)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
4-氨基联苯胺	空白	0.20	0.14	7.5~12.9	29.2	0.04	0.12
		5.00	4.50	2.5~7.8	13.4	0.70	1.81
		20.0	16.9	3.5~7.4	17.2	2.32	8.42
	土壤 1(壤土)	1.00	0.78	3.5~13.2	8.9	0.21	0.27
	土壤 2(褐土)	10.0	9.54	2.4~8.4	12.1	1.51	3.51
	土壤 3(黑土)	50.0	44.6	3.1~10.0	4.0	8.00	8.87
	土壤 4(粘土)	50.0	42.3	3.2~13.1	12.2	9.36	16.8
	沉积物 1(海洋)	1.00	0.94	5.4~11.4	11.2	0.23	0.36
	沉积物 2(河流)	10.0	8.25	3.5~9.3	12.0	1.37	3.05
	沉积物 3(湖泊)	50.0	42.0	3.5~12.2	6.7	9.76	11.9
联苯胺	空白	0.20	0.10	6.0~12.8	45.8	0.03	0.13
		5.00	3.95	4.2~14.6	15.8	1.03	1.98
		20.0	17.1	3.1~12.4	15.1	3.73	7.99
	土壤 1(壤土)	1.00	0.75	5.2~13.4	5.4	0.22	0.23
	土壤 2(褐土)	10.0	6.84	5.7~15.8	15.2	2.18	3.53
	土壤 3(黑土)	50.0	41.9	4.4~9.8	8.5	8.41	12.6
	土壤 4(粘土)	50.0	38.9	2.9~18.2	10.2	10.7	14.8
	沉积物 1(海洋)	1.00	0.79	9.6~18.4	3.5	0.31	0.34
	沉积物 2(河流)	10.0	7.30	5.4~12.1	4.8	1.52	1.70
	沉积物 3(湖泊)	50.0	40.3	5.3~11.4	9.3	9.97	13.9
3,3'-二甲基联苯胺	空白	0.20	0.11	6.2~16.3	41.2	0.04	0.13
		5.00	3.97	3.7~17.5	12.1	1.07	1.66
		20.0	17.5	3.3~13.2	15.3	3.91	8.30
	土壤 1(壤土)	1.00	0.76	4.1~16.8	8.6	0.21	0.27
	土壤 2(褐土)	10.0	6.73	5.5~16.7	12.9	2.24	3.18

化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	总均值 (mg/kg)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
	土)						
	土壤 3(黑土)	50.0	40.4	4.7~13.6	7.6	10.4	12.8
	土壤 4(粘土)	50.0	39.2	4.5~16.8	13.4	10.2	17.4
	沉积物 1(海洋)	1.00	0.73	8.1~20.7	8.3	0.29	0.31
	沉积物 2(河流)	10.0	7.36	4.1~13.8	8.7	1.87	2.48
	沉积物 3(湖泊)	50.0	38.6	5.8~13.9	11.5	10.1	15.4
3,3'-二氯联苯胺	空白	0.20	0.14	7.3~14.1	25.9	0.05	0.11
		5.00	4.22	3.8~12.7	11.9	1.04	1.70
		20.0	17.8	3.9~11.7	11.8	3.85	6.89
	土壤 1(壤土)	1.00	0.88	1.9~15.1	12.7	0.22	0.37
	土壤 2(褐土)	10.0	8.79	1.7~12.1	5.7	1.85	2.19
	土壤 3(黑土)	50.0	41.2	3.4~12.1	6.5	10.1	11.9
	土壤 4(粘土)	50.0	41.4	5.1~13.1	6.4	9.13	11.2
	沉积物 1(海洋)	1.00	0.91	4.6~19.6	14.5	0.27	0.44
	沉积物 2(河流)	10.0	8.21	4.8~16.1	12.3	1.88	3.31
	沉积物 3(湖泊)	50.0	40.0	4.4~11.0	10.9	9.77	15.1

表 C.2 方法的正确度

化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	加标回收率范围 (%)	$\bar{P}$ (%)	$2S_{\bar{P}}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
苯胺	空白	0.10~0.20	63.5~93.3	79.9	21.1	79.9±21.1
		5.00	68.8~87.4	79.5	16.0	79.5±16.0
		20.0	68.3~88.9	77.0	16.8	77±16.8
	土壤 1 (壤土)	1.00	67.5~84.2	74.0	13.4	74±13.4
	土壤 2 (褐土)	10.0	73.1~103	84.6	20.5	84.6±20.5
	土壤 3 (黑土)	50.0	75.5~88.6	82.1	9.2	82.1±9.2
	土壤 4 (粘土)	50.0	72.5~103	80.5	23.2	80.5±23.2
	沉积物 1 (海洋)	1.00	68.8~80.7	73.3	10.2	73.3±10.2
	沉积物 2 (河流)	10.0	67.5~98.2	78.5	21.7	78.5±21.7
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	71.2~81.3	75.2	7.1	75.2±7.1
4-甲基苯胺	空白	0.10~0.20	64.2~95.5	76.9	20.6	76.9±20.6
		5.00	70.7~89.3	79.8	18.3	79.8±18.3
		20.0	71.6~95.1	80.7	18.5	80.7±18.5
	土壤 1 (壤土)	1.00	71.1~80.8	75.6	8.6	75.6±8.6
	土壤 2 (褐土)	10.0	73.7~102	85.8	19.5	85.8±19.5
	土壤 3 (黑土)	50.0	74.6~91.4	83.8	11.9	83.8±11.9
	土壤 4 (粘土)	50.0	69.1~105	81.7	25.3	81.7±25.3
	沉积物 1 (海洋)	1.00	69.3~89.7	77.7	13.6	77.7±13.6
	沉积物 2 (河流)	10.0	71.3~98.4	80.4	19.9	80.4±19.9
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	73.5~82.9	77.1	6.5	77.1±6.5
2-甲基苯胺	空白	0.10~0.20	64.2~95.5	76.9	20.6	76.9±20.6
		5.00	71.1~89.4	81.2	16.2	81.2±16.2
		20.0	69.5~89.5	78.9	16.5	78.9±16.5
	土壤 1 (壤土)	1.00	73.0~86.8	77.6	10.3	77.6±10.3
	土壤 2 (褐土)	10.0	73.6~102	86.6	18.8	86.6±18.8
	土壤 3 (黑土)	50.0	77.2~87.2	83.2	7.6	83.2±7.6
	土壤 4 (粘土)	50.0	77.3~103	85.1	19.7	85.1±19.7
	沉积物 1 (海洋)	1.00	68.7~82.8	75.5	11.8	75.5±11.8
	沉积物 2 (河流)	10.0	71.4~101	80.2	21.9	80.2±21.9
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	69.7~83.5	77.0	9.6	77.0±9.6
3-甲基苯胺	空白	0.10~0.20	64.2~95.5	76.9	20.6	76.9±20.6
		5.00	71.5~89.3	80.7	15.9	80.7±15.9
		20.0	70.2~91.0	80.0	17.6	80.0±17.6
	土壤 1 (壤土)	1.00	68.7~82.3	75.2	11.2	75.2±11.2
	土壤 2 (褐土)	10.0	73.5~101	86.0	18.8	86±18.8
	土壤 3 (黑土)	50.0	75.3~86.7	83.5	9.0	83.5±9.0
	土壤 4 (粘土)	50.0	73.2~102	82.5	23.3	82.5±23.3
	沉积物 1 (海洋)	1.00	71.7~81.0	75.8	8.6	75.8±8.6
	沉积物 2 (河流)	10.0	69.4~98.6	80.7	20.2	80.7±20.2

化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	加标回收率范围 (%)	$\bar{P}$ (%)	$2S_{\bar{P}}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	70.5~79.2	76.5	6.7	76.5±6.7
2-氯苯胺	空白	0.10~0.20	64.2~95.5	76.9	20.6	76.9±20.6
		5.00	70.6~90.1	81.8	16.6	81.8±16.6
		20.0	71.1~89.8	79.4	15.3	79.4±15.3
	土壤 1 (壤土)	1.00	73.0~89.2	80.5	11.5	80.5±11.5
	土壤 2 (褐土)	10.0	73.3~103	86.8	20.0	86.8±20.0
	土壤 3 (黑土)	50.0	75.4~90.2	83.2	10.1	83.2±10.1
	土壤 4 (粘土)	50.0	75.3~105	86.0	21.6	86.0±21.6
	沉积物 1 (海洋)	1.00	69.3~82.2	76.7	9.3	76.7±9.3
	沉积物 2 (河流)	10.0	69.3~103	80.4	25.1	80.4±25.1
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	71.1~87.6	77.4	13.2	77.4±13.2
2,4-二甲基苯胺	空白	0.10~0.20	64.2~95.5	76.9	20.6	76.9±20.6
		5.00	70.1~89.7	80.3	19.8	80.3±19.8
		20.0	69.9~94.8	80.9	20.8	80.9±20.8
	土壤 1 (壤土)	1.00	68.5~83.8	77.3	10.5	77.3±10.5
	土壤 2 (褐土)	10.0	73.9~105	87.3	21.4	87.3±21.4
	土壤 3 (黑土)	50.0	79.0~91.8	85.0	10.5	85.0±10.5
	土壤 4 (粘土)	50.0	75.5~107	86.0	23.1	86.0±23.1
	沉积物 1 (海洋)	1.00	70.5~79.7	76.1	7.1	76.1±7.1
	沉积物 2 (河流)	10.0	71.8~104	82.7	21.7	82.7±21.7
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	73.5~84.9	78.8	9.8	78.8±9.8
2,6-二甲基苯胺	空白	0.10~0.20	62.3~91.2	78.3	22.8	78.3±22.8
		5.00	71.2~89.3	81.7	16.4	81.7±16.4
		20.0	68.2~91.8	78.8	19.2	78.8±19.2
	土壤 1 (壤土)	1.00	74.1~87.5	80.2	9.8	80.2±9.8
	土壤 2 (褐土)	10.0	73.2~106	87.2	21.9	87.2±21.9
	土壤 3 (黑土)	50.0	78.9~90.5	83.7	8.6	83.7±8.6
	土壤 4 (粘土)	50.0	78.8~105	87.5	19.5	87.5±19.5
	沉积物 1 (海洋)	1.00	69.1~83.0	76.3	10.5	76.3±10.5
	沉积物 2 (河流)	10.0	72.9~103	82.4	21.2	82.4±21.2
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	74.1~91.3	79.3	12.5	79.3±12.5
2-甲氧基苯胺	空白	0.10~0.20	62.3~91.2	78.3	22.8	78.3±22.8
		5.00	71.6~91.5	84.3	18.4	84.3±18.4
		20.0	69.5~96.1	82.4	21.4	82.4±21.4
	土壤 1 (壤土)	1.00	72.5~85.0	78.7	10.4	78.7±10.4
	土壤 2 (褐土)	10.0	74.3~104	89.2	19.7	89.2±19.7
	土壤 3 (黑土)	50.0	81.4~92.6	87.4	8.6	87.4±8.6
	土壤 4 (粘土)	50.0	76.3~104	87.6	20.3	87.6±20.3
	沉积物 1 (海洋)	1.00	73.5~83.2	78.5	8.5	78.5±8.5
	沉积物 2 (河流)	10.0	71.3~105	83.7	23.0	83.7±23.0
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	76.0~90.7	81.3	13.0	81.3±13.0

化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	加标回收率范围 (%)	$\bar{P}$ (%)	$2S_{\bar{P}}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
3-氯苯胺	空白	0.10~0.20	62.3~91.2	78.3	22.8	78.3±22.8
		5.00	72.8~91.8	83.2	17.0	83.2±17
		20.0	70.0~98.2	83.0	23.0	83.0±23.0
	土壤 1 (壤土)	1.00	74.7~86.8	82.5	8.7	82.5±8.7
	土壤 2 (褐土)	10.0	74.7~99.6	89.6	17.7	89.6±17.7
	土壤 3 (黑土)	50.0	81.2~92.5	86.0	9.8	86.0±9.8
	土壤 4 (粘土)	50.0	79.5~99.7	88.2	15.6	88.2±15.6
	沉积物 1 (海洋)	1.00	73.7~84.7	81.2	8.3	81.2±8.3
	沉积物 2 (河流)	10.0	71.0~107	85.2	23.5	85.2±23.5
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	72.8~86.8	80.0	10.1	80.0±10.1
4-氯苯胺- d_2 (替代物)	空白	0.10~0.20	62.3~91.2	78.3	22.8	78.3±22.8
		5.00	71.6~118	86.5	33.1	86.5±33.1
		20.0	69.0~95.2	78.8	19.0	78.8±19.0
	土壤 1 (壤土)	1.00	67.7~89	78.9	14.3	78.9±14.3
	土壤 2 (褐土)	10.0	72.6~106	85.1	23.9	85.1±23.9
	土壤 3 (黑土)	50.0	78.7~88.6	84.5	8.2	84.5±8.2
	土壤 4 (粘土)	50.0	70.7~103	83.6	21.8	83.6±21.8
	沉积物 1 (海洋)	1.00	7.03~92.6	81.9	13.9	81.9±13.9
	沉积物 2 (河流)	10.0	71.2~88.2	80.0	11.3	80.0±11.3
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	75.8~86.5	79.9	7.6	79.9±7.6
4-氯苯胺	空白	0.10~0.20	62.3~91.2	78.3	22.8	78.3±22.8
		5.00	71.4~89.8	81.9	15.6	81.9±15.6
		20.0	68.3~95.3	79.3	20.9	79.3±20.9
	土壤 1 (壤土)	1.00	67.0~90.5	78.8	15.5	78.8±15.5
	土壤 2 (褐土)	10.0	74.2~104	88.4	21.3	88.4±21.3
	土壤 3 (黑土)	50.0	78.3~88.1	84.9	7.6	84.9±7.6
	土壤 4 (粘土)	50.0	74.8~101	84.5	18.2	84.5±18.2
	沉积物 1 (海洋)	1.00	71.7~82.8	78.2	7.6	78.2±7.6
	沉积物 2 (河流)	10.0	70.6~104.8	82.8	25.3	82.8±25.3
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	73.3~84.0	78.6	7.8	78.6±7.8
2-硝基苯胺	空白	0.10~0.20	59.1~104	82.9	32.0	82.9±32
		5.00	73.4~97.6	88.9	16.8	88.9±16.8
		20.0	73.3~104	87.8	22.8	87.8±22.8
	土壤 1 (壤土)	1.00	68.8~107	86.4	27.1	86.4±27.1
	土壤 2 (褐土)	10.0	80.6~115	94.7	25.2	94.7±25.2
	土壤 3 (黑土)	50.0	78.4~102	87.9	18.3	87.9±18.3
	土壤 4 (粘土)	50.0	78.0~113	93.2	22.8	93.2±22.8
	沉积物 1 (海洋)	1.00	68.3~91.8	78.4	18.0	78.4±18.0
	沉积物 2 (河流)	10.0	74.9~115	86.1	28.9	86.1±28.9
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	66.2~85.1	75.8	17.8	75.8±17.8
3-硝基	空白	0.10~0.20	62.5~95.0	83.6	25.2	83.6±25.2

化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	加标回收率范围 (%)	$\bar{P}$ (%)	$2S_{\bar{P}}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
苯胺		5.00	68.4~100	91.4	24.0	91.4±24.0
		20.0	69.1~111	88.3	31.1	88.3±31.1
	土壤 1 (壤土)	1.00	70.2~92.2	78.8	17.3	78.8±17.3
	土壤 2 (褐土)	10.0	69.3~107	86.2	26.5	86.2±26.5
	土壤 3 (黑土)	50.0	73.0~97.3	88.1	18.2	88.1±18.2
	土壤 4 (粘土)	50.0	77.4~109	88.3	22.7	88.3±22.7
	沉积物 1 (海洋)	1.00	71.3~85.0	79.0	9.7	79.0±9.7
	沉积物 2 (河流)	10.0	72.7~108	85.1	26.7	85.1±26.7
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	66.7~83.2	74.3	13.7	74.3±13.7
1-萘胺	空白	0.10~0.20	60.3~106	82.3	31.3	82.3±31.3
		5.00	68.2~95.4	84.1	23.4	84.1±23.4
		20.0	68.6~99.7	81.0	24.4	81.0±24.4
	土壤 1 (壤土)	1.00	68.4~82.5	76.6	12.1	76.6±12.1
	土壤 2 (褐土)	10.0	67.1~106	80.7	31.0	80.7±31.0
	土壤 3 (黑土)	50.0	72.1~95.3	85.1	19.2	85.1±19.2
	土壤 4 (粘土)	50.0	84.0~99.4	85.1	23.0	85.1±23.0
	沉积物 1 (海洋)	1.00	66.9~87.8	76.2	14.8	76.2±14.8
	沉积物 2 (河流)	10.0	67.8~88.8	75.1	16.8	75.1±16.8
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	67.0~83.0	75.3	10.4	75.3±10.4
2-萘胺	空白	0.10~0.20	61.0~107	80.4	37.3	80.4±37.3
		5.00	71.3~95.8	84.3	20.8	84.3±20.8
		20.0	69.0~100	80.8	24.9	80.8±24.9
	土壤 1 (壤土)	1.00	66.0~89.0	78.3	15.6	78.3±15.6
	土壤 2 (褐土)	10.0	68.6~106	83.3	29.3	83.3±29.3
	土壤 3 (黑土)	50.0	76.0~93.2	84.4	15.8	84.4±15.8
	土壤 4 (粘土)	50.0	72.6~103	82.5	25.2	82.5±25.2
	沉积物 1 (海洋)	1.00	67.8~88.9	78.8	16.8	78.8±16.8
	沉积物 2 (河流)	10.0	69.3~79.9	75.2	9.3	75.2±9.3
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	77.4~81.9	79.0	3.7	79.0±3.7
4-硝基 苯胺	空白	0.10~0.20	64.9~115	91.0	37.8	91.0±37.8
		5.00	71.5~107	93.2	27.0	93.2±27.0
		20.0	70.1~106	88.8	29.6	88.8±29.6
	土壤 1 (壤土)	1.00	73.5~101	84.3	20.6	84.3±20.6
	土壤 2 (褐土)	10.0	84.7~113	96.2	20.7	96.2±20.7
	土壤 3 (黑土)	50.0	82.2~97.2	90.8	10.5	90.8±10.5
	土壤 4 (粘土)	50.0	70.1~101	91.4	11.4	91.4±11.4
	沉积物 1 (海洋)	1.00	71.3~101	84.1	21.5	84.1±21.5
	沉积物 2 (河流)	10.0	74.2~114	88.9	27.2	88.9±27.2
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	72.0~94.5	79.6	17.9	79.6±17.9
4-氨基 联苯胺	空白	0.10~0.20	61.0~110	83.6	34.9	83.6±34.9
		5.00	75.0~104	89.9	24.1	89.9±24.1

化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	加标回收率范围 (%)	$\bar{P}$ (%)	$2S_{\bar{P}}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
		20.0	69.3~109	84.4	29.1	84.4±29.1
	土壤 1 (壤土)	1.00	68.7~87.7	78.3	14.0	78.3±14.0
	土壤 2 (褐土)	10.0	82.9~114	95.3	22.9	95.3±22.9
	土壤 3 (黑土)	50.0	84.4~93.2	89.1	7.2	89.1±7.2
	土壤 4 (粘土)	50.0	75.7~98.3	84.6	20.7	84.6±20.7
	沉积物 1 (海洋)	1.00	80.9~105	93.8	21.0	93.8±21.0
	沉积物 2 (河流)	10.0	75.5~102	82.5	19.9	82.5±19.9
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	79.9~95.0	84.0	11.3	84.0±11.3
联苯胺	空白	0.10~0.20	46.3~90.7	66.3	34.3	66.3±34.3
		5.00	70.4~101	79.0	24.9	79.0±24.9
		20.0	73.4~101	85.6	25.8	85.6±25.8
	土壤 1 (壤土)	1.00	70.6~80.4	75.4	8.2	75.4±8.2
	土壤 2 (褐土)	10.0	66.8~80.6	73.3	10.9	73.3±10.9
	土壤 3 (黑土)	50.0	75.5~91.4	83.9	14.3	83.9±14.3
	土壤 4 (粘土)	50.0	68.3~88.1	77.9	15.9	77.9±15.9
	沉积物 1 (海洋)	1.00	75.9~82.7	78.8	5.6	78.8±5.6
	沉积物 2 (河流)	10.0	67.9~77.1	73.0	7.0	73.0±7.0
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	71.5~90.9	80.7	15.0	80.7±15.0
3,3'-二 甲基联 苯胺	空白	0.10~0.20	51.8~96.2	70.6	32.5	70.6±32.5
		5.00	72.4~94.9	79.3	19.2	79.3±19.2
		20.0	70.2~102	87.3	26.8	87.3±26.8
	土壤 1 (壤土)	1.00	69.8~86.3	76.4	13.1	76.4±13.1
	土壤 2 (褐土)	10.0	68.2~82.1	74.3	11.2	74.3±11.2
	土壤 3 (黑土)	50.0	76.2~92.6	80.9	12.3	80.9±12.3
	土壤 4 (粘土)	50.0	66.0~94.1	78.3	21.0	78.3±21.0
	沉积物 1 (海洋)	1.00	66.7~81.5	73.4	12.2	73.4±12.2
	沉积物 2 (河流)	10.0	67.6~82.2	73.6	12.8	73.6±12.8
	沉积物 3 (湖泊)	50.0	69.4~89.5	77.1	17.7	77.1±17.7
3,3'-二 氯联苯 胺	空白	0.10~0.20	61.8~91.7	75.9	22.9	75.9±22.9
		5.00	72.8~97.6	84.4	20.1	84.4±20.1
		20.0	76.8~102	89.2	21.1	89.2±21.1
	土壤 1 (壤土)	1.00	74.8~108	88.2	22.5	88.2±22.5
	土壤 2 (褐土)	10.0	81.0~96.1	87.9	10.0	87.9±10
	土壤 3 (黑土)	50.0	76.3~89.4	82.3	10.8	82.3±10.8
	土壤 4 (粘土)	50.0	77.1~88.5	82.9	10.7	82.9±10.7
	沉积物 1 (海洋)	1.00	81.0~116	90.6	26.3	90.6±26.3
	沉积物 2 (河流)	10.0	69.5~100	82.1	20.2	82.1±20.2
	沉积物 3 (湖泊)	50.00	69.8~93.1	79.9	17.4	79.9±17.4