

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 784-2016

土壤和沉积物 多环芳烃的测定 高效液相色谱法

Soil and sediment--Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons

– High performance liquid chromatography

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2016-02-01发布

2016-03-01实施

环 境 保 护 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.....	2
6 样品.....	2
7 分析步骤.....	4
8 结果计算与表示.....	7
9 精密度和准确度.....	8
10 质量保证和质量控制.....	8
11 废物处理.....	8
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）方法的精密度和准确度.....	11

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范土壤和沉积物中多环芳烃的测定方法，制定本标准。

本标准规定了土壤和沉积物中多环芳烃类化合物的高效液相色谱法。

本标准首次发布。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：河南省环境监测中心。

本标准验证单位：中国地质科学院水文地质环境地质研究所、郑州市环境保护监测中心站、开封市环境监测站、洛阳市环境监测站、新乡市环境监测站。

本标准环境保护部 2016 年 2 月 1 日批准。

本标准自 2016 年 3 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

土壤和沉积物 多环芳烃的测定 高效液相色谱法

警告：部分多环芳烃属于强致癌物，操作时应按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣服。溶液配制及样品预处理过程应在通风橱内操作。

1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中多环芳烃的高效液相色谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中 16 种多环芳烃的测定，包括萘、蒽、芘、苊、菲、蒽、荧蒽、芘、苯并(a)蒽、蒽、苯并(b)荧蒽、苯并(k)荧蒽、苯并(a)芘、二苯并(a, h)蒽、苯并(g,h,i)芘、茚并(1,2,3-c,d)芘。

当取样量为 10.0 g，定容体积为 1.0 ml 时，用紫外检测器测定 16 种多环芳烃的方法检出限为 3 μg/kg~5 μg/kg，测定下限为 12 μg/kg~20 μg/kg；用荧光检测器测定 16 种多环芳烃的方法检出限为 0.3 μg/kg~0.5 μg/kg，测定下限为 1.2 μg/kg~2.0 μg/kg。详见附录 A。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是未注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

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 613	土壤 干物质和水分的测定 重量法
HJ/T 166	土壤环境监测技术规范

3 方法原理

土壤和沉积物样品中的多环芳烃用合适的萃取方法（索氏提取、加压流体萃取等）提取，根据样品基体干扰情况采取合适的净化方法（硅胶层析柱、硅胶或硅酸镁固相萃取柱等）对萃取液进行净化、浓缩、定容，用配备紫外/荧光检测器的高效液相色谱仪分离检测，以保留时间定性，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂和实验用水。

4.1 乙腈（CH₃CN）：HPLC 级。

4.2 正己烷（C₆H₁₄）：HPLC 级。

4.3 二氯甲烷（CH₂Cl₂）：HPLC 级。

4.4 丙酮（CH₃COCH₃）：HPLC 级。

4.5 丙酮-正己烷混合溶液：1+1。

用丙酮（4.4）和正己烷（4.2）按 1:1 的体积比混合。

4.6 二氯甲烷-正己烷混合溶液：2+3。

用二氯甲烷（4.3）和正己烷（4.2）按 2:3 的体积比混合。

4.7 二氯甲烷-正己烷混合溶液：1+1。

用二氯甲烷（4.3）和正己烷（4.2）按 1:1 的体积比混合。

4.8 多环芳烃标准贮备液： $\rho=100\text{ mg/L}\sim 2000\text{ mg/L}$ 。

购买市售有证标准溶液，于 4℃ 下冷藏、避光保存，或参照标准溶液证书进行保存。使用时应恢复至室温并摇匀。

4.9 多环芳烃标准使用液： $\rho=10.0\text{ mg/L}\sim 200\text{ mg/L}$ 。

移取 1.0 ml 多环芳烃标准贮备液（4.8）于 10 ml 棕色容量瓶，用乙腈（4.1）稀释并定容至刻度，摇匀，转移至密实瓶中于 4℃ 下冷藏、避光保存。

4.10 十氟联苯（ $\text{C}_{12}\text{F}_{10}$ ）：纯度为 99%。

替代物，亦可采用其他类似物。

4.11 十氟联苯贮备溶液： $\rho=1000\text{ mg/L}$ 。

称取十氟联苯（4.10）0.025 g（精确到 0.001 g），用乙腈（4.1）溶解并定容至 25 ml 棕色容量瓶，摇匀，转移至密实瓶中于 4℃ 下冷藏、避光保存。或购买市售有证标准溶液。

4.12 十氟联苯使用液： $\rho=40\text{ }\mu\text{g/ml}$ 。

移取 1.0 ml 十氟联苯贮备溶液（4.11）于 25 ml 棕色容量瓶，用乙腈（4.1）稀释并定容至刻度，摇匀，转移至密实瓶中于 4℃ 下冷藏、避光保存。

4.13 干燥剂：无水硫酸钠（ Na_2SO_4 ）或粒状硅藻土

置于马弗炉中 400℃ 烘 4 h，冷却后置于磨口玻璃瓶中密封保存。

4.14 硅胶：粒径 75 $\mu\text{m}\sim 150\text{ }\mu\text{m}$ （200 目 \sim 100 目）。

使用前，应置于平底托盘中，以铝箔松覆，130℃ 活化至少 16 h。

4.15 玻璃层析柱：内径约 20 mm，长 10 cm \sim 20 cm，带聚四氟乙烯活塞。

4.16 硅胶固相萃取柱：1000 mg/6 ml。

4.17 硅酸镁固相萃取柱：1000 mg/6 ml。

4.18 石英砂：粒径 150 $\mu\text{m}\sim 830\text{ }\mu\text{m}$ （100 目 \sim 20 目），使用前须检验，确认无干扰。

4.19 玻璃棉或玻璃纤维滤膜：在马弗炉中 400℃ 烘 1 h，冷却后置于磨口玻璃瓶中密封保存。

4.20 氮气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪：配备紫外检测器或荧光检测器，具有梯度洗脱功能。

5.2 色谱柱：填料为 ODS（十八烷基硅烷键合硅胶），粒径 5 μm ，柱长 250 mm，内径 4.6 mm 的反相色谱柱或其他性能相近的色谱柱。

5.3 提取装置：索氏提取器或其他同等性能的设备。

5.4 浓缩装置：氮吹浓缩仪或其他同等性能的设备。

5.5 固相萃取装置。

5.6 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品的采集与保存

按照 HJ/T 166 的相关要求采集和保存土壤样品，按照 GB 17378.3 的相关要求采集和保

存沉积物样品。样品应于洁净的棕色磨口玻璃瓶中保存，运输过程中应避光、密封、冷藏。如不能及时分析，应于 4℃ 以下冷藏、避光和密封保存，保存时间为 7 d。

6.2 水分的测定

土壤样品干物质测定按照 HJ 613 执行，沉积物样品含水率按照 GB 17378.5 执行。

6.3 试样的制备

除去样品中的枝棒、叶片、石子等异物，称取样品 10 g（精确到 0.01 g），加入适量无水硫酸钠（4.13），研磨均化成流沙状。如果使用加压流体提取，则用粒状硅藻土（4.13）脱水。

注 1：也可采用冷冻干燥的方式对样品脱水，将冻干后的样品研磨、过筛，均化处理成约 1 mm 的颗粒。

6.3.1 提取

将制备好的试样放入玻璃套管或纸质套管内，加入 50.0 μl 十氟联苯使用液（4.12），将套管放入索氏提取器中。加入 100 ml 丙酮-正己烷混合溶液（4.5），以每小时不小于 4 次的回流速度提取 16 h~18 h。

注 2：若通过验证并达到本标准质量控制要求，亦可采用其他提取方式。

注 3：套管规格根据样品量而定。

6.3.2 过滤和脱水

在玻璃漏斗上垫一层玻璃棉或玻璃纤维滤膜（4.19），加入约 5 g 无水硫酸钠（4.13），将提取液过滤到浓缩器皿中。用适量丙酮-正己烷混合溶液（4.5）洗涤提取容器 3 次，再用适量丙酮-正己烷混合溶液（4.5）冲洗漏斗，洗液并入浓缩器皿。

6.3.3 浓缩

氮吹浓缩法：开启氮气至溶剂表面有气流波动（避免形成气涡），用正己烷（4.2）多次洗涤氮吹过程中已经露出的浓缩器壁，将过滤和脱水后的提取液浓缩至约 1 ml。如不需净化，加入约 3 ml 乙腈（4.1），再浓缩至约 1 ml，将溶剂完全转化为乙腈。如需净化，加入约 5 ml 正己烷并浓缩至约 1 ml，重复此浓缩过程 3 次，将溶剂完全转化为正己烷，再浓缩至约 1 ml，待净化。

注 4：也可采用旋转蒸发浓缩或其他浓缩方式。

6.3.4 净化

6.3.4.1 硅胶层析柱净化

(1) 硅胶柱制备

在玻璃层析柱（4.15）的底部加入玻璃棉（4.19），加入 10 mm 厚的无水硫酸钠（4.13），用少量二氯甲烷（4.3）进行冲洗。玻璃层析柱上置一玻璃漏斗，加入二氯甲烷（4.3）直至充满层析柱，漏斗内存留部分二氯甲烷，称取约 10 g 硅胶（4.14）经漏斗加入层析柱，以玻璃棒轻敲层析柱，除去气泡，使硅胶填实。放出二氯甲烷，在层析柱上部加入 10 mm 厚的无水硫酸钠（4.13）。层析柱示意图见图 1。

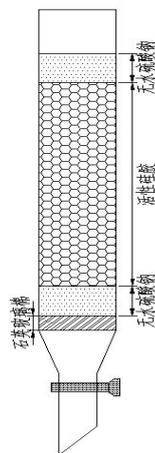


图1 层析柱示意图

(2) 净化

用 40 ml 正己烷 (4.2) 预淋洗层析柱, 淋洗速度控制在 2 ml/min, 在顶端无水硫酸钠暴露于空气之前, 关闭层析柱底端聚四氟乙烯活塞, 弃去流出液。将浓缩后的约 1 ml 提取液 (6.3.3) 移入层析柱, 用 2 ml 正己烷 (4.2) 分 3 次洗涤浓缩器皿, 洗液全部移入层析柱, 在顶端无水硫酸钠暴露于空气之前, 加入 25 ml 正己烷 (4.2) 继续淋洗, 弃去流出液。用 25 ml 二氯甲烷-正己烷混合溶液 (4.6) 洗脱, 洗脱液收集于浓缩器皿中, 用氮吹浓缩法 (或其他浓缩方式) 将洗脱液浓缩至约 1 ml, 加入约 3 ml 乙腈 (4.1), 再浓缩至 1 ml 以下, 将溶剂完全转换为乙腈, 并准确定容至 1.0 ml 待测。净化后的待测试样如不能及时分析, 应于 4℃ 下冷藏、避光、密封保存, 30 d 内完成分析。

6.3.4.2 固相萃取柱净化 (填料为硅胶或硅酸镁)

用固相萃取柱 (4.16 或 4.17) 作为净化柱, 将其固定在固相萃取装置 (5.5) 上。用 4 ml 二氯甲烷 (4.3) 冲洗净化柱, 再用 10 ml 正己烷 (4.2) 平衡净化柱, 待柱充满后关闭流速控制阀浸润 5 min, 打开控制阀, 弃去流出液。在溶剂流干之前, 将浓缩后的约 1 ml 提取液 (6.3.3) 移入柱内, 用 3 ml 正己烷 (4.2) 分 3 次洗涤浓缩器皿, 洗液全部移入柱内, 用 10 ml 二氯甲烷-正己烷混合溶液 (4.7) 进行洗脱, 待洗脱液浸满净化柱后关闭流速控制阀, 浸润 5 min, 再打开控制阀, 接收洗脱液至完全流出。用氮吹浓缩法 (或其他浓缩方式) 将洗脱液浓缩至约 1 ml, 加入约 3 ml 乙腈 (4.1), 再浓缩至 1 ml 以下, 将溶剂完全转换为乙腈, 并准确定容至 1.0 ml 待测。净化后的待测试样如不能及时分析, 应于 4℃ 下冷藏、避光、密封保存, 30 d 内完成分析。

6.4 空白试样制备

用石英砂 (4.18) 代替实际样品, 按照与试样的制备 (6.3) 相同步骤制备空白试样。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

进样量: 10 μl。

柱温: 35 °C。

流速：1.0 ml/min。

流动相 A：乙腈；流动相 B：水。

表 1 梯度洗脱程序

时间 (min)	A%	B%
0	60	40
8	60	40
18	100	0
28	100	0
28.5	60	40
35	60	40

检测波长：根据不同待测物的出峰时间选择其紫外检测波长、最佳激发波长和最佳发射波长，编制波长变换程序。16 种多环芳烃在紫外检测器上对应的最大吸收波长及在荧光检测器特定条件下的最佳激发和发射波长见表 2。

表 2 目标物对应的紫外检测波长和荧光检测波长

序号	组分名称	最大紫外吸收波长	推荐紫外吸收波长	推荐激发波长 λ_{ex} /发射波长 λ_{em}	最佳激发波长 λ_{ex} /发射波长 λ_{em}
1	萘	220	220	280/324	280/334
2	萘烯	229	230	-	-
3	萘	261	254	280/324	268/308
4	芴	229	230	280/324	280/324
5	菲	251	254	254/350	292/366
6	蒽	252	254	254/400	253/402
7	荧蒽	236	230	290/460	360/460
8	芘	240	230	336/376	336/376
9	苯并(a)蒽	287	290	275/385	288/390
10	蒽	267	254	275/385	268/383
11	苯并(b)荧蒽	256	254	305/430	300/436
12	苯并(k)荧蒽	307、240	290	305/430	308/414
13	苯并(a)芘	296	290	305/430	296/408
14	二苯并(a, h)蒽	297	290	305/430	297/398
15	苯并(g, h, i)芘	210	220	305/430	300/410
16	茚并(1,2,3-c, d)芘	250	254	305/500	302/506
17	十氟联苯	228	230	-	-

注：荧光检测器不适用于萘烯和十氟联苯的测定。

7.2 校准

7.2.1 校准曲线的绘制

分别量取适量的多环芳烃标准使用液（4.9），用乙腈（4.1）稀释，制备至少 5 个浓度点

的标准系列，多环芳烃的质量浓度分别为 0.04 $\mu\text{g/ml}$ 、0.10 $\mu\text{g/ml}$ 、0.50 $\mu\text{g/ml}$ 、1.00 $\mu\text{g/ml}$ 和 5.00 $\mu\text{g/ml}$ （此为参考浓度），同时取 50.0 μl 十氟联苯使用液（4.12），加入至标准系列中任一浓度点，十氟联苯的质量浓度为 2.00 $\mu\text{g/ml}$ ，贮存于棕色进样瓶中，待测。

由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进样，以标准系列溶液中目标组分浓度为横坐标，以其对应的峰面积（峰高）为纵坐标，建立校准曲线。校准曲线的相关系数 ≥ 0.995 ，否则重新绘制校准曲线。

7.2.2 标准样品的色谱图

图 2 和图 3 为在本标准推荐的仪器条件下，16 种多环芳烃的色谱图。

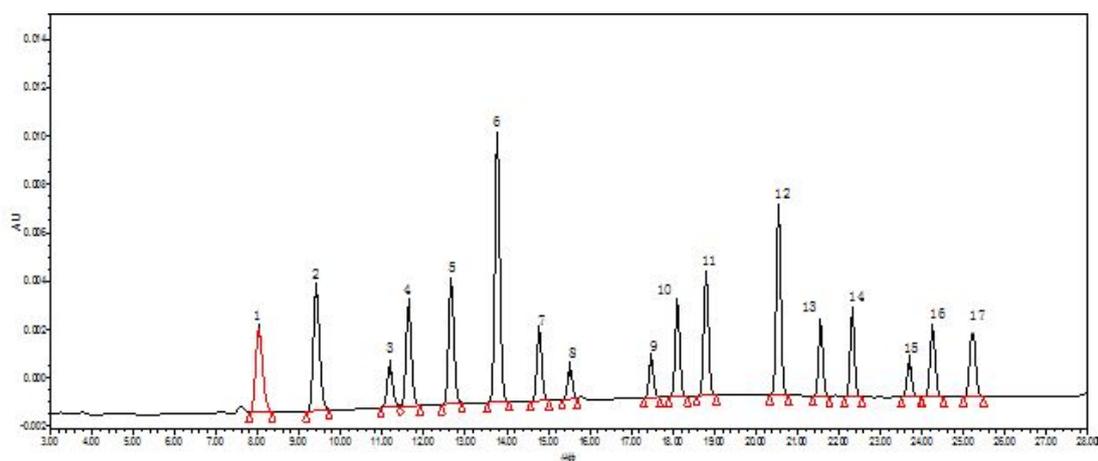


图2 16种多环芳烃紫外检测器色谱图

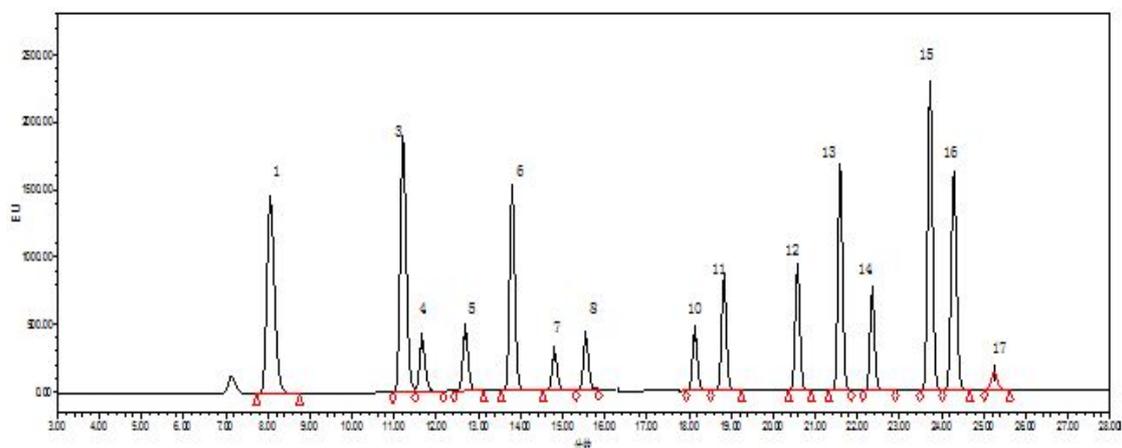


图3 16种多环芳烃荧光检测器色谱图

1—萘；2—芴烯；3—芴；4—苈；5—菲；6—蒽；7—荧蒽；8—芘；9—十氟联苯；10—苯并(a)蒽；11—蒾；12—苯并(b)荧蒽；13—苯并(k)荧蒽；14—苯并(a,h)芘；15—二苯并(a,h)蒽；16—苯并(g,h,i)芘；17—茚并(1,2,3-c,d)芘。（其中：芴烯和十氟联苯用荧光检测器检测时不出峰。）

7.3 测定

7.3.1 试样测定

按照与绘制校准曲线相同的仪器分析条件（7.1）进行测定。

7.3.2 空白试验

按照与试样测定相同的仪器分析条件（7.1）进行空白试样（6.4）的测定。

8 结果计算与表示

8.1 目标化合物的定性分析

以目标化合物的保留时间定性，必要时可采用标准样品添加法、不同波长下的吸收比、紫外谱图扫描等方法辅助定性。

8.2 结果计算

8.2.1 土壤样品中多环芳烃的含量（ $\mu\text{g}/\text{kg}$ ），按照公式（1）进行计算。

$$\omega_i = \frac{\rho_i \times V}{m \times W_{dm}} \quad (1)$$

式中：

- ω_i —— 样品中组分 i 的含量， $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；
- ρ_i —— 由标准曲线计算所得组分 i 的浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；
- V —— 定容体积，ml；
- m —— 样品量（湿重），kg；
- W_{dm} —— 土壤样品干物质含量，%。

8.2.2 沉积物样品中多环芳烃的含量（ $\mu\text{g}/\text{kg}$ ），按照公式（2）进行计算。

$$\omega_i = \frac{\rho_i \times V}{m \times (1 - W)} \quad (2)$$

式中：

- ω_i —— 样品中组分 i 的含量， $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；
- ρ_i —— 由校准曲线计算所得组分 i 的浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；
- V —— 定容体积，ml；
- m —— 样品量（湿重），kg；
- W —— 沉积物样品含水率，%。

8.2.3 十氟联苯的回收率（%），按照公式（3）进行计算。

$$P = \frac{A_1 \times \rho_2 \times V_2}{A_2 \times \rho_1 \times V_1 \times 10^{-3}} \times 100 \% \quad (3)$$

式中：

- P —— 十氟联苯的回收率, %;
- A_1 —— 试样中十氟联苯的峰面积;
- A_2 —— 标准系列中十氟联苯的峰面积;
- ρ_1 —— 十氟联苯使用液的质量浓度, 40 $\mu\text{g/ml}$;
- ρ_2 —— 标准系列中十氟联苯的质量浓度, 2 $\mu\text{g/ml}$;
- V_1 —— 试样中加入十氟联苯使用液的体积, 50.0 μl ;
- V_2 —— 试样定容体积, ml。

8.3 结果表示

当测定结果大于或等于 10 $\mu\text{g/kg}$ 时, 保留三位有效数字; 当测定结果小于 10 $\mu\text{g/kg}$ 时, 保留至小数点后 1 位。萘烯保留整数位, 最多保留三位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

6 家实验室分别对目标化合物含量为 1 $\mu\text{g/kg}$ ~10 $\mu\text{g/kg}$ 、5 $\mu\text{g/kg}$ ~100 $\mu\text{g/kg}$ 、10 $\mu\text{g/kg}$ ~200 $\mu\text{g/kg}$ 的统一样品进行 6 次重复测定: 实验室内相对标准偏差分别为 4.3%~15%、4.1%~14%、4.1%~12.3%; 实验室间相对标准偏差分别为 9.7%~22%、6.2%~12%、4.2%~13%; 重复性限范围分别为: 0.3 $\mu\text{g/kg}$ ~5.6 $\mu\text{g/kg}$ 、2.2 $\mu\text{g/kg}$ ~28 $\mu\text{g/kg}$ 、2.4 $\mu\text{g/kg}$ ~45 $\mu\text{g/kg}$; 再现性限范围分别为: 0.5 $\mu\text{g/kg}$ ~8.0 $\mu\text{g/kg}$ 、1.5 $\mu\text{g/kg}$ ~34 $\mu\text{g/kg}$ 、2.8 $\mu\text{g/kg}$ ~56 $\mu\text{g/kg}$ 。

9.2 准确度

6 家实验室分别以土壤和沉积物为基质进行了样品加标回收率测定, 加标浓度水平为 100 $\mu\text{g/kg}$ ~200 $\mu\text{g/kg}$, 每个样品重复测定 6 次, 加标回收率分别为: 59.3%~98.7%, 57.4%~91.9%, 加标回收率最终值分别为: 69.5% \pm 13.1%~92.5% \pm 14.9%, 70.3% \pm 17.4%~90.9% \pm 4.3%。

精密度和准确度结果统计见附录 B。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白分析

每次分析至少做一个实验室空白实验和一个全程序空白, 以检查可能存在的干扰, 其目标化合物的测定值不得高于方法的检出限。

10.2 平行样测定

每 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批) 须分析一个平行样。平行双样测定结果的相对偏差应 \leq 30%。

10.3 基体加标

每 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批) 须做 1 个基体加标样, 各组分的回收率在 50%~120% 之间。十氟联苯回收率在 60%~120% 之间。

10.4 校准

10.4.1 初始校准

初次使用仪器，或在仪器维修、更换色谱柱或连续校准不合格时，须重新绘制校准曲线，进行初始校准。

10.4.2 连续校准

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）须用校准曲线的中间浓度点进行 1 次连续校准。连续校准的相对误差应 $\leq 20\%$ ，否则应查找原因，或重新绘制校准曲线。按照公式（4）计算 C_c 与校准点 C_i 的相对误差（ D ）：

$$D = \frac{C_c - C_i}{C_i} \times 100 \% \quad (4)$$

式中：

D —— C_c 与校准点 C_i 的相对误差，%；

C_i —— 校准点的质量浓度；

C_c —— 测定该校准点的质量浓度。

11 废物处理

实验中产生的所有废液和废物（包括检测后的残液）应分类收集，置于密闭容器中集中保管，粘贴明显标识，委托具有资质的单位处置。

附录 A

(规范性附录)

方法的检出限和测定下限

采用索氏提取和硅胶柱净化方法，样品量为10 g，浓缩定容体积为1 ml时，16种目标化合物的方法检出限、测定下限见附表A。

附表 A 方法的检出限和测定下限

出峰顺序	化合物名称	检出限 (μg/kg)		测定下限 (μg/kg)	
		荧光检测器	紫外检测器	荧光检测器	紫外检测器
1	萘	0.3	3	1.2	12
2	芴烯	-	3	-	12
3	芴	0.5	3	2.0	12
4	芘	0.5	5	2.0	20
5	菲	0.4	5	1.6	20
6	蒽	0.3	4	1.2	16
7	荧蒽	0.5	5	2.0	20
8	芘	0.3	3	1.2	12
9	苯并(a)蒽	0.3	4	1.2	16
10	蒽	0.3	3	1.2	12
11	苯并(b)荧蒽	0.5	5	2.0	20
12	苯并(k)荧蒽	0.4	5	1.6	20
13	苯并(a)芘	0.4	5	1.6	20
14	二苯并(a,h)蒽	0.5	5	2.0	20
15	苯并(g,h,i)芘	0.5	5	2.0	20
16	茚并(1,2,3-c,d)芘	0.5	4	2.0	16

附录 B
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

采用索氏提取和硅胶柱净化方法，测定 3 种不同浓度样品的精密度，以基体加标回收率表示准确度。附表 B.1 和 B.2 中列出了方法的精密度和准确度。

附表 B.1 方法的精密度汇总表

化合物名称	浓度 (μg/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 (μg/kg)	再现性限 (μg/kg)
萘	10.0	7.4~13	15	3.4	5.5
	50.0	4.1~14	9.2	14	19
	100	5.4~9.0	5.2	22	25
蒎烯	20.0	4.8~13	9.7	5.6	8.0
	100	5.4~11	7.7	28	34
	200	5.5~12	6.6	45	56
蒎	1.00	4.3~12	11	2.7	4.0
	5.00	6.7~12	6.8	14	16
	10.0	5.4~9.4	6.2	23	28
芴	2.00	6.9~13	20	0.6	1.3
	10.0	4.5~9.1	7.4	2.2	3.0
	20.0	6.2~9.5	4.2	4.2	4.5
菲	1.00	6.9~14	123	0.3	0.5
	5.00	8.2~13	7.2	1.5	1.8
	10.0	5.5~11	7.6	2.6	3.3
蒽	1.00	4.8~15	12	0.3	0.5
	5.00	5.7~11	6.5	1.3	1.6
	10.0	4.4~11	7.9	2.4	3.3
荧蒽	2.00	8.5~12	21	0.6	1.4
	10.0	8.6~12	7.1	2.9	3.3
	20.0	5.4~13	4.9	4.8	5.2
芘	1.00	7.6~13	20	0.3	0.7
	5.00	4.4~9.9	11	1.2	1.9
	10.0	5.5~12	13	2.7	4.4
苯并(a)蒽	1.00	8.6~14	12	0.3	0.5
	5.00	7.6~11	8.3	1.3	1.7
	10.0	7.6~9.8	9.9	2.5	3.8
蒾	1.00	7.4~12	22	0.3	0.8
	5.00	6.1~12	7.3	1.3	1.6
	10.0	4.8~12	11.6	2.7	4.4
苯并(b)荧蒽	2.00	6.7~13	15	0.6	1.0
	10.0	7.0~11	9.1	2.5	3.5
	20.0	4.1~11	4.4	4.5	4.8

化合物名称	浓度 (μg/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 (μg/kg)	再现性限 (μg/kg)
苯并 (k) 荧蒽	1.00	6.4~13	20	0.3	0.7
	5.00	6.8~12	6.2	1.2	1.5
	10.0	5.8~12	6.2	2.8	3.1
苯并 (a) 芘	1.00	8.2~14	15	0.3	0.5
	5.00	5.4~12	11	1.4	2.1
	10.0	5.1~11	5.5	2.4	2.8
二苯并 (a, h) 蒽	2.00	8.0~13	12	0.6	0.8
	10.0	4.8~12	7.0	2.6	3.2
	20.0	7.2~9.1	6.9	4.7	5.9
苯并 (g, h, i) 芘	2.00	7.2~12	20	0.6	1.3
	10.0	6.5~11	12	2.5	4.0
	20.0	2.6~12	6.0	4.5	5.4
茚并 (1, 2, 3-c, d) 芘	1.00	7.6~11	17	0.3	0.6
	5.00	6.5~12	11	1.3	1.9
	10.0	7.0~10	13	2.5	4.3

附表 B.2 方法的准确度汇总表

化合物名称	样品类型	加标水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	加标回收率范围 (%)	$S_{\bar{P}}$	加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
萘	土壤	100	59.3~78.1	6.53	69.5 \pm 13.1
	沉积物	100	57.4~89.2	11.5	74.0 \pm 23.0
萘烯	土壤	200	59.7~87.3	11.1	70.7 \pm 22.2
	沉积物	200	61.8~81.9	8.70	70.3 \pm 17.4
萘	土壤	100	68.5~91.1	6.84	80.2 \pm 13.7
	沉积物	100	67.1~89.9	8.37	75.8 \pm 16.7
芴	土壤	20	80.4~95.9	6.72	86.5 \pm 13.4
	沉积物	20	80.2~95.0	5.71	88.7 \pm 11.4
菲	土壤	10	71.2~91.7	7.60	84.5 \pm 15.2
	沉积物	10	71.6~88.4	5.75	81.0 \pm 11.5
蒽	土壤	10	81.6~98.7	5.64	85.5 \pm 11.3
	沉积物	10	78.3~95.1	6.19	86.6 \pm 12.4
荧蒽	土壤	20	76.7~94.8	6.22	86.0 \pm 11.5
	沉积物	20	71.8~89.0	5.73	82.0 \pm 11.5
芘	土壤	10	76.7~94.4	6.51	86.1 \pm 13.0
	沉积物	10	73.8~87.1	4.76	79.9 \pm 9.5
苯并(a)蒽	土壤	10	77.7~96.1	6.59	86.4 \pm 13.2
	沉积物	10	73.2~86.8	4.93	77.6 \pm 9.9
蒽	土壤	10	73.6~95.2	8.09	84.1 \pm 16.2
	沉积物	10	82.6~97.5	5.44	90.3 \pm 10.9
苯并(b)荧蒽	土壤	20	73.5~96.9	8.36	91.5 \pm 16.7
	沉积物	20	73.3~91.8	9.09	82.2 \pm 18.2
苯并(k)荧蒽	土壤	10	73.1~90.9	5.31	84.1 \pm 10.6
	沉积物	10	72.0~93.3	9.14	80.7 \pm 18.3
苯并(a)芘	土壤	10	72.6~95.5	7.51	86.3 \pm 15.0
	沉积物	10	70.7~87.5	7.09	79.7 \pm 14.2
二苯并(a,h)蒽	土壤	20	77.7~99.0	7.43	92.5 \pm 14.9
	沉积物	20	81.0~94.9	5.70	88.6 \pm 11.4
苯并(g,h,i)芘	土壤	20	72.7~96.1	8.74	87.9 \pm 17.5
	沉积物	20	72.2~96.4	9.03	80.9 \pm 18.1
茚并(1,2,3-c,d)芘	土壤	10	77.6~97.6	6.71	89.5 \pm 13.4
	沉积物	10	88.0~94.6	2.13	90.9 \pm 4.3
十氟联苯	土壤	200	71.0~99.5	10.3	83.1 \pm 20.1
	沉积物	200	68.5~94.5	8.99	78.5 \pm 18.0