

附件 7

《土壤和沉积物 多溴联苯的测定  
高分辨气相色谱-高分辨质谱法（征求意见稿）》

编制说明

《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》

标准编制组

二〇二〇年三月

项目名称：土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱  
-高分辨质谱法

项目统一编号：2016-34

主要起草单位：浙江省环境监测中心

编制组主要成员：朱国华、刘劲松、石银俊、叶伟红、巩宏平、李沐霏、  
王 玲、周欣、孙军军、王静

环境标准研究所技术管理负责人：朱静、裴淑玮

生态环境监测司项目负责人：李江、孙娟

# 目 录

1 项目背景	1
1.1 任务来源	1
1.2 工作过程	1
2 标准制修订的必要性分析	2
2.1 多溴联苯的理化性质及环境危害	2
2.2 相关环保标准和环保工作的需要	3
2.3 现行环境监测分析方法标准的实施情况和存在问题	4
3 国内外相关分析方法研究	5
3.1 国外相关分析方法研究	5
3.2 国内相关分析方法研究	8
4 标准制订的基本原则和技术路线	11
4.1 标准制订基本原则	11
4.2 标准制订的技术路线	11
5 方法研究报告	13
5.1 方法研究目的	13
5.2 方法原理	13
5.3 试剂和材料	13
5.4 仪器和设备	15
5.5 标准曲线制作	17
5.6 总离子流图及仪器性能试验	20
5.7 样品的保存与分析	21
5.8 方法特性参数	27
5.9 方法精密度及准确度	28
5.10 实际样品及标准参考样品分析	37
5.11 质量保证和质量控制	38
6 方法验证	40
6.1 验证单位概况	40
6.2 方法验证方案	40
6.3 方法验证过程	41
6.4 方法验证结论	41
7 与开题报告的差异说明	52
8 参考文献	52
附 方法验证报告	54

# 《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法（征求意见稿）》编制说明

## 1 项目背景

### 1.1 任务来源

2016年，生态环境部下达了《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 气相色谱-质谱法》标准制定项目。项目承担单位为浙江省环境监测中心。项目统一编号为2016-34。

### 1.2 工作过程

#### 1.2.1 成立标准编制小组

2016年9月，在接到编制《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 气相色谱-质谱法》的任务后，当月成立了标准编制小组，成员包括有多年多溴联苯分析工作经验的同志和目前从事该项目分析工作的同志。

#### 1.2.2 查询国内外相关标准和文献资料

查询查阅了美国环保署EPA、欧盟、WHO、IEC等国际组织的相关标准和资料，同时对国内外相关的文献进行了查阅及整理。

#### 1.2.3 组织专家论证，确定标准制定的技术路线和原则

2016年10月完成了开题报告的编制，2017年3月3日组织专家进行论证，明确本标准修订的技术路线、原则及内容。标准的名称确定为《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》，方法的适用范围包括土壤和沉积物中多溴联苯的测定，前处理方法主要考虑索氏提取法与加速溶剂萃取法，并按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ/T 168）的要求开展实验、验证和标准草案的编制工作。

#### 1.2.4 研究建立标准方法，进行标准方法论证试验

标准编制组按照计划任务书的要求，结合开题论证意见以及制定的标准要求，研究建立了标准方法的实验方案，并进行了方法前处理条件的选择、仪器条件的确定和方法精密度、准确度及检出限的测定等试验。

#### 1.2.5 方法验证工作

方法的验证工作始于2017年，组织六家单位开展方法验证工作，根据验证结果对方法进一步进行修改，编写完成《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》验证汇总报告。

#### 1.2.6 编写标准征求意见稿和编制说明

2018年1月~9月，编制组完成了《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》征求意见稿及编制说明的编写。

## 2 标准制修订的必要性分析

### 2.1 多溴联苯的理化性质及环境危害

#### 2.1.1 多溴联苯的理化性质

多溴联苯（PBBs）是一类以联苯为原料在催化剂的作用下，经 Friedel-Crafts 反应溴化合成的溴代联苯同系物，分子结构式见图 2-1。多溴联苯的分子式为  $C_{12}H_{(10-X-Y)}Br_{(X+Y)}$ ，其中  $0 \leq X, Y \leq 5$ ，多溴联苯共有 209 种异构体，国际纯粹与应用化学联合会（IUPAC）按分子中溴原子数或溴取代位置的不同，分别以 PBB-1、PBB-2、PBB-3……PBB-209 进行命名。这类化合物并不由自然界产生，其中的一部分异构体被人工合成并被作为添加型阻燃剂用于纺织、电子电气等产品的阻燃中，商品化的多溴联苯均为混合物，因其生产过程为联苯的溴化，所以理论上 209 种异构体均有可能出现在商品多溴联苯中。

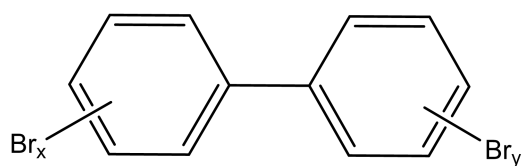


图 2-1 多溴联苯分子结构式

PBBs 的存在状态是固体，随着溴原子取代数目增加蒸气压逐渐降低。PBBs 不溶于水，溶于脂肪，溶于各类有机溶剂，且随着溴原子取代数目增加溶解度逐渐降低。这类化合物相对稳定，具有一定的化学惰性，高溴代的多溴联苯在紫外线的照射下会发生光降解脱溴。部分多溴联苯单体的物理化学性质见表 2-1。

表 2-1 部分多溴联苯单体的物理化学性质

序号	多溴联苯单体	分子量 (amu)	熔点 (°C)	蒸汽压 (mmHg)	辛醇/水分配系数 (LogK <sub>ow</sub> )
1	六溴联苯	627.4	72	$5.2 \times 10^{-8}$ (25°C)	6.39
2	八溴联苯	785.2	200-250	$7 \times 10^{-11}$ (28°C)	5.53
3	十溴联苯	943.1	380-386	/	8.58

PBBs 具有化学惰性好、热稳定性好、阻燃效率高、价格低廉等优点，曾被广泛用作塑料、纺织品或其他材料的阻燃剂。

#### 2.1.2 多溴联苯的环境危害及来源

美国于 1970 年开始生产商品化的多溴联苯，主要的产品为 FireMaster BP-6 和 Firemaster FF-1。FireMaster BP-6 的主要成分为六溴代单体 BB-153 (2,2',4,4',5,5'-hexabrominated biphenyl)，约占总量的 53.9%~68.0%，以及七溴代单体 BB-180 (2,2',3,4,4',5,5'-heptabrominated biphenyl)，约占 7.0%~27.3%，其生产工艺决定了该技术混合物无精确组成，不同批次的产品可能有不同的组成，但主要成分均为 BB-153。FireMaster FF-1 的成分与 FireMaster BP-6 相同，将 FireMaster BP-6 (棕色片状) 磨碎加入 2% 硅酸钙 (目的是为了防止结块) 即得到 FireMaster FF-1 (白色粉末)。八、九溴代多溴联苯的主要商品有 Bromkal 80-9D、FR 250 13A 等，其中 Bromkal 80-9D 由德国科隆的 Chemische Fabrik Kalk 公司生产，FR 250 13A 为密歇根州的陶氏化学公司生产，这类商品主要成分为 47.4~60.0% 的九溴联苯和 33.0%~45.2% 的八溴联苯，另外含有少量七溴联苯和十溴联苯，另外，新泽西的 White Chemical Corp 也生产八溴联苯的技术混合物。十溴代多溴联苯的主要商品有 Adine 0102 (Ugine

Kuhlmann now Atochem, 法国巴黎)、Berkflam B 10 (伯克, 英国伦敦)、Flammex B-10 (伯克, 英国伦敦)、HFO 101 (Hexcel, 英国巴斯尔登), 新泽西的 White Chemical Corp 也生产十溴联苯的技术混合物, 这类商品主要成分为 BB-209, 含量大于 95.0%。密歇根污染事件以后, 1974 年 11 月, FireMaster 停产, 欧洲各国也陆续停产多溴联苯, 最终工业生产的多溴联苯于 2000 年在法国停产, 尚无数据表明我国有生产多溴联苯的历史。

虽然各国已经禁止了多溴联苯的生产, 但是在这几十年间, 大量含多溴联苯的产品已被生产、使用。美国在 1970~1976 年间就生产了 6071 吨多溴联苯, 德国、法国等欧洲国家也进行了多溴联苯产品的生产, 但缺乏相应的生产数据。

多溴联苯商品 (主要成分分别为六溴、八溴、九溴、十溴联苯) 的动物实验表明, 多溴联苯的急性毒性较低, 不管给药途径如何, 所有混合物对大鼠, 兔子, 鹌鹑的 LD50 值均大于 1 g/kg。有关多溴联苯在人体内的毒代动力学数据仅限于意外摄取受多溴联苯污染的食品和经吸入和皮肤途径的职业暴露事件, 多溴联苯的分布模式在人类和动物以及动物物种之间没有显著差异, 由于它们的亲脂性, 多溴联苯, 特别是高度溴化的同类物, 倾向于在富含脂质的组织中积累。通常在肝脏, 脂肪, 皮肤和母乳中发现相对较多的多溴联苯。某些 PBB 混合物的组分由苯巴比妥诱导的细胞色素 P-450 催化的微粒体单加氧酶系统代谢。一些多溴联苯同源物的代谢率取决于溴取代模式, 低溴代的 PBB 同系物被转化为主要在尿液中消除的羟基化衍生物, 高溴代的同类物在粪便中不产生降解。有研究表明, 与二噁英、多氯联苯 (PCBs) 类似, 多溴联苯的毒性机制是通过与芳香烃受体 (AhR) 结合增强相关基因表达产生毒性。动物实验表明多溴联苯对甲状腺、肝脏、免疫系统、淋巴、神经系统、生殖系统均有不同程度的毒性, 关于多溴联苯的致癌性, 目前尚无流行病学的证据, 但对密歇根事件以后 20 年的跟踪调查发现, 受暴露人群中发现有乳房癌, 消化系统癌, 淋巴癌。美国环保署 (US EPA) 没有将多溴联苯列为致癌物, 但美国卫生与人类服务部 (DHHS) 基于足够的动物实验的致癌性证据指出多溴联苯是人类致癌物 (DHHS 2011), 国际癌症研究机构 (IARC) 将多溴联苯分类为“可能对人类致癌” (IARC 2013)。

目前对于多溴联苯的毒性的认知尚未统一, 有关多溴联苯毒性的数据仍局限于个别单体, 但大量的动物实验以及人体暴露案例表明, 多溴联苯对人体健康将产生不利影响, 有可能引发癌症、生殖毒性、发育迟缓等症状。

## 2.2 相关环保标准和环保工作的需要

多溴联苯作为一种曾被大量生产的持久性有机污染物, 主要应用于塑料、纺织品或其他材料的阻燃剂, 到 2000 年为止已完全停产。虽然其生产历史只有几十年, 但仍有含有多溴联苯的产品存在, 这些产品的使用、报废等过程可能使多溴联苯进入环境中。近年的研究表明, 地下水、土壤、沉积物、生物、食品、人体血液、母乳中都检出了多溴联苯, 甚至极地地区的调查显示多溴联苯也被检出, 说明多溴联苯已经发生全球范围的迁移。为此, 我国对多溴联苯制定了相关的环境标准。

我国《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准 (试行)》(GB36600-2018) 中规定土壤中多溴联苯筛选限值为 0.02 mg/kg (一类用地)、0.06 mg/kg (二类用地), 管控限值为 0.2 mg/kg (一类用地)、0.6 mg/kg (二类用地) 见表 2-2。

表 2-2 土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）

序号	PBBs 限值要求		第一类用地 (mg/kg)	第二类用地 (mg/kg)
1	多溴联苯（总量）	筛选值	0.02	0.06
		管控值	0.2	0.6

美国环保署 EPA 发布的 Regional Screening Levels for Chemical Contaminants at Superfund Sites (RSLs) 中计算出了多溴联苯（目标物为商品化的多溴联苯 BP-6, CAS: 59536-65-1）的参考筛选限值，其中住宅区域土壤为 18  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、工业区域土壤为 77  $\mu\text{g}/\text{kg}$ （2019）。

### 2.3 现行环境监测分析方法标准的实施情况和存在问题

目前国内尚无环境领域的多溴联苯的分析方法标准。美国是多溴联苯商品最早的生产地，密歇根州发生污染事件后，美国也进行了大量关于多溴联苯的研究。美国环保署 EPA 发布的 EPA 1614 方法是针对 PBDEs、PBBs 等溴代阻燃剂和含溴有机物的分析方法。电子电器领域是多溴联苯应用最多的领域，2003 年欧盟出台了“在电子电气设备中限制使用某些有害物质指令”（The Restriction of the use of Certain Hazardous Substances in Electrical and Electronic Equipment），简称 RoHS 指令，该指令限制了多溴联苯和多溴二苯醚两种溴系阻燃剂在电子电器中的应用，该指令的配套标准 IEC 62321 中开发了应用于电子电器产品中多溴联苯的分析方法。中国的 RoHS—《电子信息产品污染控制管理办法》也作了类似的限制，相应的分析方法也与 IEC 62321 相似。国内部分科研院所也开展了多溴联苯的研究工作，包括多溴联苯的分析方法、国内的污染水平等，但是所建立的分析方法多局限于个别多溴联苯单体，还没有上升到国家标准。因此需要制定多溴联苯的分析方法，对我国环境介质中多溴联苯的浓度进行准确定量。

现有的分析方法多采用气相色谱-质谱法对部分多溴联苯单体进行分析，关注点集中于商品化多溴联苯的单体如 BB-153、BB-180、BB-209 等，这主要是受制于多溴联苯标准品的缺乏（目前可购得的商业标准品约有几十种），而相关机构、标准等关注的一般是多溴联苯的总量。IEC 62321 中使用的标准溶液为 10 种多溴联苯，即一至十溴原子数各取一个多溴联苯单体，在具体分析时使用全扫描的方法来核查标准溶液中不存在的异构体，再通过全扫描的总离子图鉴定峰来判断化合物种类（如九溴联苯），对于检测到了标准溶液中不存在的异构体，用标准溶液中的对应溴原子取代的单体的响应因子计算浓度。最常用的 10 种多溴联苯的混标含有 4-溴联苯（BB-3）、4,4'-二溴联苯（BB-15）、2,2',5'-三溴联苯（BB-18）、2,2',5,5'-四溴联苯（BB-52）、2,2',4,5,5'-五溴联苯（BB-101）、2,2',4,4',5,5'-六溴联苯（BB-153）、2,2',3,4,4',5,5'-七溴联苯（BB-180）、2,2',3,3',4,4',5,5'-八溴联苯（BB-194）、2,2',3,3',4,4',5,5',6-九溴联苯（BB-206）、十溴联苯（BB-209）。

多溴联苯的生产工艺决定了 209 种单体都有可能存在于商品化的多溴联苯中，这意味着环境中多溴联苯污染分布并不单一。尚无数据表明我国曾经生产过多溴联苯，但含多溴联苯产品的进口如洋垃圾等将多溴联苯的污染也带入国内，现有的针对我国环境介质中的多溴联苯的数据表明电子垃圾拆解地是我国多溴联苯的主要污染区域之一，对实地样品的分析表明 BB-153 是主要污染物，另外高、低溴代多溴联苯（BB-2、BB-180 等）也有检出。与电子电器领域不同，环境介质中的多溴联苯可能因为环境因素（光照、温度、氧气）等发生降解反应，因此环境介质中的多溴联苯分布复杂。

本方法在制定多溴联苯的单体方法时，在可购得标准品的基础上，综合考虑商品化多溴联苯的主要成分（如 BB-153、BB-180、BB-194、BB-206、BB-209），以及国内外文献中环境介质中报道较多的单体（如 BB-15、BB-49、BB-52、BB-101 等），我国垃圾拆解地土壤中被检出的单体（BB-2、BB-10、

BB-30 等)，作为本方法选取目标单体的依据。

### 3 国内外相关分析方法研究

#### 3.1 国外相关分析方法研究

##### 3.1.1 国外分析方法特点

密歇根州污染事件后，分析污染的饲料、牛奶、奶制品、动物血浆，粪便，胆汁、肝脏和脂肪中多溴联苯的分析方法被开发出来。PBBs 的分析方法建立在 PCBs 和 PBDEs 的基础上。表 3-1 列出了部分国外多溴联苯测定标准方法中提取净化及仪器分析技术。



表 3-1 国外多溴联苯测定标准方法提取净化及分析技术

方法/标准名称	标准号	样品基质	提取方法	净化方法	分析仪器	目标单体
水, 土壤, 沉积物, 组织中多溴联苯醚同类物的分析	EPA 1614-2010	水, 土壤, 沉积物, 组织	固相萃取、液液萃取、连续液液萃取、索氏提取、	弗罗里土层析净化、氧化铝净化、硫酸磺化、反萃取、硅胶层析柱	气相色谱-高分辨质谱	209种PBDEs
电子产品中某些物质的测定-第6部分: 气相色谱质谱联用 (GC/MS) 测定多溴联苯和多溴联苯醚	IEC 62321-6:2015	电子电器产品	索氏提取 (甲苯)	/	气相色谱-质谱	BB-3、BB-15、BB-29、BB-49、BB-77、BB-103、BB-153、BB-169、FR-250 (七至九溴的技术混合物)、BB-209
环境样品中多溴联苯 (PBBs) 的分析	EPA 560/13-79-001	土壤、沉积物、动植物组织	索氏提取(正己烷)	弗罗里土层析净化	气相色谱-质谱	六至十溴联苯
A survey of Polybrominated Biphenyls(PBBs) near sites of manufacture and use in northeastern New Jersey	EPA 560/13-79-002	地表水、废水、沉积物、土壤、鱼组织、植物组织、污泥、空气、人体头发	索氏提取 (正己烷)	弗罗里土层析净化	气相色谱-质谱	一至十溴联苯
Sampling and analysis of selected toxic substances Task 1: Polybrominated Biphenyls in air and soil at user sites	EPA 560/13-80-005	土壤、空气	索氏提取 (正己烷)	弗罗里土层析净化	气相色谱-质谱	BB-2、BB-15、BB-31、BB-44、BB-52、BB-155
Analysis of a series of samples for Polybrominated Biphenyls	EPA 560/6-77-020	空气、土壤、地表水	索氏提取 (甲苯)、液液萃取	弗罗里土层析净化	气相色谱-质谱	BB-3、BB-15、BB-18、BB-52、BB-116、BB-153、BB-202、BB-209

### (1) 美国环保署 EPA 1614 方法

针对环境介质中多溴联苯醚的分析，美国环保署发布了 EPA method 1614 的分析方法，包括了样品的提取、净化、仪器分析等方法，该方法也同样适用于其它溴代阻燃剂（BFRs）和含溴有机物的分析。

在该方法中，对于液体样品（固体物含量小于 1%），使用固相萃取法（SPE）、液液萃取（LLE）、连续液液萃取（CLLE）技术来提取样品中的多溴联苯（醚）。对于固体、半固体样品（不包括组织），则使用索氏提取的方法提取。对于多相样品，提取前先经过压滤并弃去任何水溶液，留下的固体磨碎后在索氏提取器中提取。对于鱼或其它组织样品，均质样品在无水硫酸钠最少干燥 30 分钟，然后使用二氯甲烷索氏提取 18~24 小时，提取液浓缩至干并测定脂肪含量。

针对不同基质以及具体样品分析的要求，EPA method 1614 中提出了不同的净化处理技术以满足不同类别基质的处理要求。对于组织样品先使用复合硅胶柱净化，其余基质样品的提取浓缩液可选用酸/碱液后萃取、硅胶处理、硅胶柱、弗罗里硅土柱、氧化铝柱的净化步骤净化样品。

美国 EPA 1614 中使用高分辨气相色谱-高分辨质谱测定水、土壤、沉积物、组织等环境介质中的多溴联苯醚，理论上该方法可分析 209 种目标物，对每一个溴代水平检测 2 个精确质量数，并使用气相色谱保留时间和相对应内标的相对保留时间以及 2 个精确质量数的离子丰度比对 PBDEs 单体进行定性。气相色谱可使用单柱或双柱系统来进行分析，对于单柱可使用 30 m × 0.25 mm × 0.1 μm（DB-5 HT），单柱系统须保证分离度和色谱峰的拖尾。如果使用双柱系统，则一个色谱柱洗脱一至九溴代单体，另一根色谱柱洗脱十溴代单体。为了防止高溴代单体的降解，可单独使用短柱对其分析。质谱选用 28~40 eV 的 EI 源并保证分辨率  $R \geq 5000$ （10%峰谷）。但是 EPA 1614 理论上适用于含溴有机物的分析，但是并未发布单独的多溴联苯的分析方法标准，所以对多溴联苯的分析，受到了一些限制

### (2) 美国环保署 EPA 560 系列

美国环保署在 EPA 560/13-79-001、EPA 560/13-79-002、EPA 560/6-77-020 系列方法中介绍了多溴联苯的相关分析方法。对于固体样品，索氏提取是最常见的提取方法，EPA 560 系列报告中多采用正己烷来提取固体样品、组织样品中的多溴联苯。液体样品采用正己烷-液液萃取的方法进行提取。弗罗里硅土柱被用来净化土壤、沉积物、组织等样品。气相色谱-质谱、气相色谱-高分辨质谱都有被用来分析多溴联苯。但是受制于标准品缺乏，这些标准中只是进行了少量的几个多溴联苯单体的分析，如商品化产品中的主要成分如六溴联苯 BB-153、八溴联苯 BB-194、十溴联苯 BB-209 等单体。

### (3) 国际电工委员会 IEC 62321-6:2015

IEC 62321-6:2015 是电子电器领域 ROHS 指令的推荐分析方法，介绍了应用 GC-MS 法测定电子电器产品中的多溴联苯和多溴联苯醚。样品经冻干破碎后使用甲苯索氏提取，浓缩液直接经 GC-MS 检测，选取的目标物为 10 种（一至十溴代各一个单体），由于 RoHS 指令中规定的限值要求为不超过 1000 ppm，此方法的检出限一般为 ppm 级别，与环境标准的限值（0.02 μg/kg~0.06 μg/kg）要求差距较大，参考借鉴意义较小。

## 3.1.2 上述方法与本标准的关系

本方法拟参考 EPA 1614、EPA 560 系列、IEC 62321-6:2015 等方法，筛选不同方法中得到广泛应用的提取和净化等前处理措施，如索氏提取方法、加压流体萃取方法，多层硅胶净化措施、弗罗里土净化技术、凝胶渗透色谱净化技术等，进行样品的提取和净化。然后参考 EPA 1614 中的仪器分析方法(高分辨气相色谱-高分辨质谱法)，对土壤和沉积物样品进行定性定量分析。

## 3.2 国内相关分析方法研究

### 3.2.1 国内分析方法特点

国内尚无环境领域的多溴联苯的分析标准，电子电器领域、纺织领域等多溴联苯的国家标准，表 3-2 列举了国内多溴联苯的相关分析标准。

表 3-2 国内多溴联苯的相关测定标准方法

方法/标准名称	标准号	检测对象	提取方法	净化方法	分析仪器	目标单体
水质 多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法	HJ 909-2017	地表水、地下水、工业废水和生活污水	液液萃取	多层硅胶柱净化	气相色谱-质谱	BDE-28、BDE-47、BDE-100、BDE-99、BDE154、BDE-153、BDE-183、BDE-209
橡胶制品 多溴联苯和多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法	GB/T 29610-2013	橡胶制品(含橡胶轮胎)	索氏提取(甲苯)	硅胶柱净化	气相色谱-质谱	一至十溴联苯
电子电气产品 六种限用物质(铅、汞、镉、六价铬、多溴联苯和多溴二苯醚)的测定	GB/T 26125-2011	电子电器产品	索氏提取(甲苯)	/	气相色谱-质谱	一至十溴联苯
纺织染整助剂中有害物质的测定 第1部分: 多溴联苯和多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法	GB/T 29493.1-2013	纺织染整助剂	超声提取(甲苯)	/	气相色谱-质谱	一至十溴联苯

### (1) 环境保护标准 HJ 909-2017

《水质 多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 909-2017)是最新发布的环境领域中多溴联苯醚的分析标准,于2017年12月29日发布,2018年4月1日实施。

HJ 909-2017适用于地表水、地下水、工业废水和生活污水中8种多溴联苯醚的测定。该方法采用二氯甲烷液液萃取提取水中的目标物,经复合硅胶柱净化(如需),最后经GC-MS检测。选取的目标物为BDE-28、BDE-47、BDE-100、BDE-99、BDE-154、BDE-153、BDE-183、BDE-209共8种,溴原子数为三至七溴、十溴。在取样量为1L,定容体积为1ml时,三至七溴代联苯醚的方法检出限为0.5 ng/L~1.6 ng/L,十溴二苯醚的方法检出限为0.02 µg/L。

### (2) 国家标准 GB/T 29610-2013

《橡胶制品 多溴联苯和多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法》(GB/T 29610-2013)是适用于橡胶制品(包括橡胶轮胎)中多溴联苯和多溴联苯醚的分析标准,于2013年7月19日发布,2013年12月1日实施。

GB/T 29610-2013针对10种多溴联苯的分析方法的基本原理如下:样品经破碎后,经甲苯索氏提取。浓缩的提取液经硅胶柱净化后定容至2ml,GC-MS检测。该国标中并未给出方法的检出限,此类国标与ROHS指令中的测试方法类似,选取的目标物均为10种(一至十溴代各一个单体),与IEC方法的不同在于该国标采用的是峰面积外标法的定量方式,适用于浓度较高的样品。

### (3) 国家标准 GB/T 26125-2011

《电子电气产品 六种限用物质(铅、汞、镉、六价铬、多溴联苯和多溴二苯醚)的测定》(GB/T 26125-2011)为现行的我国电子电器领域的多溴联苯和多溴联苯醚的分析标准,也就是中国ROHS的配套分析标准,等同于IEC 62321-2008(由现行IEC 62321-2015代替)。

### (4) 国家标准 GB/T 29493.1-2013

《纺织染整助剂中有害物质的测定 第1部分:多溴联苯和多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法》(GB/T 29493.1-2013)规定了GC-MS法测定纺织染整助剂中多溴联苯和多溴联苯醚的方法。

GB/T 29493.1-2013采用甲苯为溶剂,超声法提取样品中的多溴联苯,上清液经GC-MS分析。对于八至十溴联苯,采用SIM的方式,其余组分采用全扫描方式采集,外标法定量。

## 3.2.2 上述方法与本标准的关系

由于我国环境领域尚无针对多溴联苯的分析方法,本方法拟参考HJ 909-2015、GB/T 29610-2013、GB/T 26125-2011、GB/T 29493.1-2013等方法,筛选不同方法中得到广泛应用的提取和净化等前处理措施,上述各类方法的目标物的选取对于本标准具有借鉴作用。

国外机构多关注的是多溴联苯的总量,但由于受生物累积、环境降解、迁移转换等因素影响,环境中的多溴联苯的形态组成和商业产品差别非常大,如果仍按照多溴联苯商业产品的主要单体进行分析,可能无法反应环境中的真实浓度。

我国环保标准对多溴联苯的总量作出了限值要求,如生态环境部发布的《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准(试行)》中也明确了建设用地污染土壤中多溴联苯的总量限值,但现有的标准品无法满足对209种多溴联苯进行准确定量,本方法主要关注二十种多溴联苯单体(BB-1、BB-2、BB-9、BB-10、BB-15、BB-30、BB-49、BB-52、BB-77、BB-101、BB-103、BB-153、BB-154、BB-156、BB-169、BB-180、BB-194、BB-205、BB-206、BB-209),以上单体的选择综合考虑了商品化多溴联苯的主要成分(如BB-153、BB-180、BB-194、BB-206、BB-209),以及国内外文献中

环境介质中检出较多的单体（如 BB-15、BB-49、BB-52、BB-101 等），我国垃圾拆解地土壤中检出的单体（BB-2、BB-10、BB-30 等）并在标准品可购得的情况下尽量全面选择。

在分析方法上，本方法借鉴 EPA 1614、EPA 560、IEC 62321-6:2015 等方法，针对土壤、沉积物样品进行前处理方法优化，并利用气相色谱-高分辨质谱的高灵敏度及高选择性性能建立土壤和沉积物中 20 种多溴联苯的测定方法，对于标准品未覆盖的单体，参考美国环保署 EPA 1614 的方法，采用 2 个精确质量数和丰度比定性，采用高分辨质谱的多点校正，内标法定量，以达到环境标准对于总量的控制要求。与国外的标准、方法相比，本方法选取的目标物数量更多，覆盖了一至十溴代多溴联苯，内标的选择上选用了四种  $^{13}\text{C}_{12}$  取代的多溴联苯净化内标（MBB-52、MBB-153、MBB-194、MBB-209）以及两种  $^{13}\text{C}_{12}$  取代的多溴联苯醚进样内标（MBDE-77L、MBDE-138L），前处理方法及净化方法借鉴了 EPA 1614、EPA 560 等标准中的方法，但在内标物的选取、样品提取、净化处理方法方面有些许区别，对样品提取的溶剂进行了比较及选择、净化方法使用了酸碱多层硅胶柱净化方法，相对于 EPA 560 中弗罗里硅土柱净化方法操作更为简便，同时我们对酸碱多层硅胶柱净化淋洗体系也进行了优化。

## 4 标准制订的基本原则和技术路线

### 4.1 标准制订基本原则

本方法制修订过程中严格遵守《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ/T 168-2010）。以下为本标准制修订的基本原则：

（1）方法的检出限和测定范围满足相关环保标准和环保工作的要求。根据现行标准，多溴联苯的筛查限值为 0.02 mg/kg（一类用地）和 0.06 mg/kg（二类用地），管控限值为 0.2 mg/kg（一类用地）和 0.6 mg/kg（二类用地），本方法体系中 20 种多溴联苯方法检出限应达到 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

（2）方法准确可靠，满足各项方法特性指标的要求。土壤和沉积物样品加标回收率范围应在 50%~150%之间，八溴代以上单体回收率要求为 40%~200%。多溴联苯土壤和沉积物样品进行重复测定的测定结果的相对偏差应在 40%以内。

（3）方法具有普遍适用性，易于推广使用。本方法使用的仪器设备均为目前国内环境检测及相关实验室具备的主要分析仪器，因此本方法具有广泛的可使用性和易推广性。

### 4.2 标准制订的技术路线

#### 4.2.1 标准的技术方案

通过查询国内外 SCI 学术期刊、中国学术期刊网络出版总库，以及国际标准化组织、美国、欧盟等标准分析方法，确定我国土壤和沉积物中多溴联苯标准分析方法的总体思路。

（1）查阅国外标准—美国 EPA 1614 等有关环境介质中多溴联苯（醚）分析方法标准。

（2）国内标准—国内无环境介质中多溴联苯的分析方法，参考电子电器领域标准 GB/T 26125-2011 等国标中的部分内容。

（3）查阅国内外期刊及学术论文，明确多溴联苯污染源、水平及环境迁移转化规律。

（4）调查国内土壤和沉积物多溴联苯的标准，明确相关的质量标准。

在此基础上确定本方法框架：

i 确定 20 种多溴联苯单体目标化合物：BB-1、BB-2、BB-9、BB-10、BB-15、BB-30、BB-49、

BB-52、BB-77、BB-101、BB-103、BB-153、BB-154、BB-156、BB-169、BB-180、BB-194、BB-205、BB-206、BB-209。

ii 确定样品提取方式（包括不同提取方法及不同溶剂效率）和筛选样品净化方法（多层硅胶柱净化、凝胶渗透色谱净化、氧化铝柱等）；

iii 确定仪器分析方法，明确目标化合物的定性定量方式。

(5) 编写开题报告，形成标准草案，组织专家论证。

(6) 按方法框架要求进行条件试验，修改完善标准文本草案，进行方法验证，形成标准征求意见稿，征求意见。

(7) 汇总意见，对有关技术问题确认，在此基础上编制，送交专家审核，针对专家意见进行改进，形成文本送审稿和编制说明终稿。

(8) 申请技术审议会，对审议会意见进行处理，完善文本和编制说明，形成报批稿。

#### 4.2.2 标准的应用前景

多溴联苯是一类被曾被大量生产的持久性有机污染物。虽然目前 PBBs 已被禁止生产，但含 PBBs 的产品仍大量存在，这类产品的使用、处置等过程都有可能造成污染渗出到环境中，已有相应国标对 PBBs 的浓度作出限值，因此建立配套的环境介质中 PBBs 的分析标准是必要的。

#### 4.2.3 技术路线

本标准的技术路线图见图 4-1。

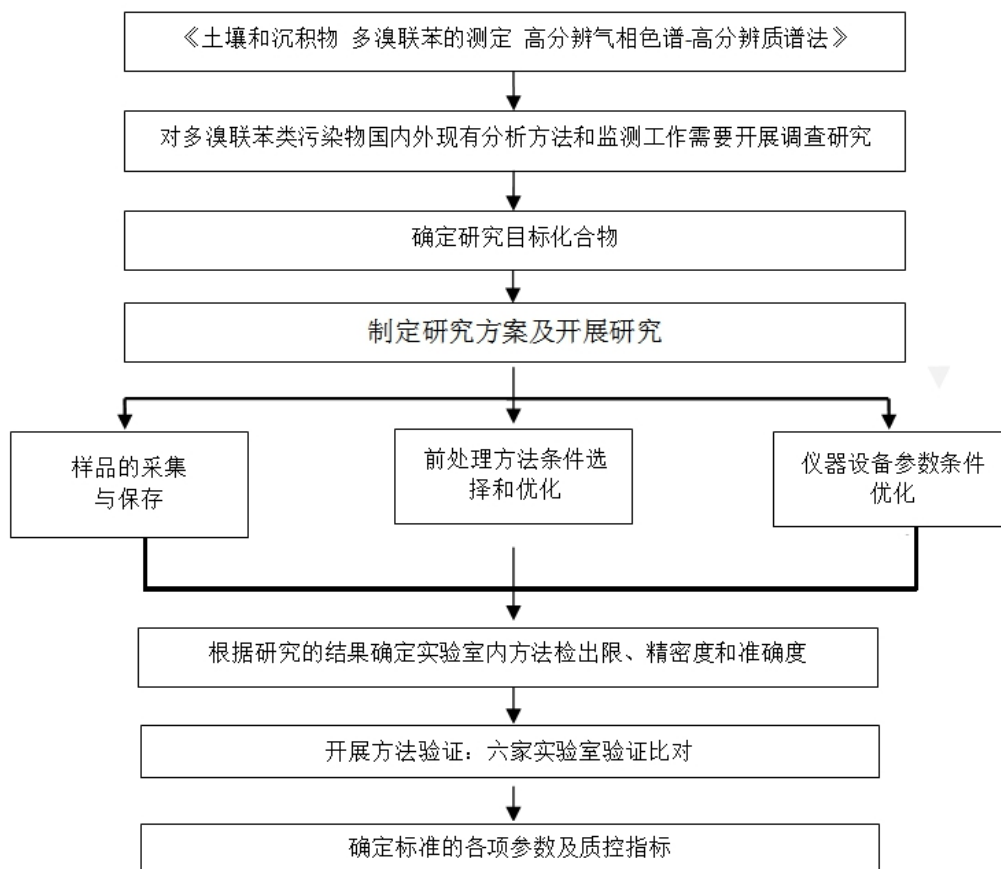


图 4-1 方法编制的技术路线图

## 5 方法研究报告

### 5.1 方法研究目的

#### 5.1.1 方法适用范围

为完善现有监测体系，结合国内外相关标准方法，为《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》及其它相关标准服务，编制相关技术标准，研究一种土壤和沉积物中 20 种多溴联苯同类物（BB-1、BB-2、BB-9、BB-10、BB-15、BB-30、BB-49、BB-52、BB-77、BB-101、BB-103、BB-153、BB-154、BB-156、BB-169、BB-180、BB-194、BB-205、BB-206、BB-209）的测定方法。若通过验证，本标准也适用于其它多溴联苯同类物的测定。

针对环境样品中的多溴联苯的提取、净化处理方法较多，本研究将选取索氏提取等常用提取手段进行提取研究，多层硅胶柱净化等净化技术进行净化研究，其它现行标准或即将颁布的标准中研究的提取或净化体系只要满足本标准要求，同样可以适用于本标准，本标准将不再进行研究。

#### 5.1.2 方法达到的性能指标

《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》中对多溴联苯的总量作出限值，多溴联苯总量筛选值至少应满足小于 0.02 mg/kg（一类用地）和 0.06 mg/kg（二类用地），管控值至少应满足小于 0.2 mg/kg（一类用地）和 0.6 mg/kg（二类用地），因此本方法拟达到的性能指标如下：PBBs 的方法检出限低于 0.1 μg/kg，BB-206、BB-209 的方法检出限低于 0.5 μg/kg；方法的线性在 10.0 ng/ml~200 ng/ml（BB-1 至 BB-30），20.0 ng/ml~400 ng/ml（BB-49 至 BB-205），50.0 ng/ml~1000 ng/ml（BB-206、BB-209），PBBs 同类物单体的回收率和基质加标回收率满足 EPA 1614 的要求；三种浓度水平的平行测试结果（大于 6 次）的相对标准偏差小于 40%。

### 5.2 方法原理

按相应采样规范采集土壤和沉积物样品并干燥，采用索氏提取、快速萃取或其它等效并经验证的方法进行提取，提取液选择硅胶柱或多层硅胶柱合适的方法净化、浓缩后用高分辨气相色谱-高分辨质谱仪分离、检测，根据保留时间和特征离子丰度比定性，同位素内标法定量。

### 5.3 试剂和材料

5.3.1 丙酮（C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O）：农残级。

5.3.2 甲苯（C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>）：农残级。

5.3.3 正己烷（C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>）：农残级。

5.3.4 甲醇（CH<sub>3</sub>OH）：农残级。

5.3.5 二氯甲烷（CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>）：农残级。

5.3.6 壬烷（C<sub>9</sub>H<sub>20</sub>）：农残级。

5.3.7 盐酸：优级纯， $\rho$ （HCl）=1.18 g/ml。

5.3.8 硫酸：优级纯， $\rho$ （H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>）=1.84 g/ml。

5.3.9 氢氧化钠（NaOH）：优级纯。

5.3.10 氢氧化钾（KOH）：优级纯。

5.3.11 氯化钠（NaCl）：在 450℃ 下加热 4 h，稍冷后置于干燥器中冷却至室温，密封保存于干净的试剂瓶中。



5.3.12 无水硫酸钠 ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )：优级纯。

660°C焙烧 6 h，冷却至 150°C后转移至干燥器，待冷却后装入试剂瓶，保存于干燥器中。

5.3.13 正己烷-丙酮混合溶剂：9+1。

量取 9 份体积的正己烷 (5.3.3) 和 1 份体积的丙酮 (5.3.1) 配制。

5.3.14 正己烷 (5.3.3) 和丙酮 (5.3.1) 以 9:1 的体积比配制。

5.3.15 盐酸溶液：1+5。

盐酸 (5.3.7) 和水以 1:1 的体积比混合。

5.3.16 氢氧化钠溶液： $\rho(\text{KOH}) = 40 \text{ g/L}$ 。

称取 11.2 g 氢氧化钾 (5.3.10)，用水稀释至 100 ml。

5.3.17 氢氧化钾溶液： $\rho(\text{KOH}) = 112 \text{ g/L}$ 。

称取 11.2 g 氢氧化钾 (5.3.10)，用水稀释至 100 ml。

5.3.18 氯化钠溶液： $\rho(\text{NaCl}) = 50 \text{ mg/L}$ 。

称取 5 g 氯化钠 (5.3.11)，用水稀释至 100 ml。

5.3.19 多溴联苯标准贮备液： $\rho = 50 \text{ } \mu\text{g/ml}$ 。

市售有证标准溶液（多溴联苯混合标准溶液或单个组分多溴联苯标准溶液），包括 BB-1、BB-2、BB-9、BB-10、BB-15、BB-30、BB-49、BB-52、BB-77、BB-101、BB-103、BB-153、BB-154、BB-156、BB-169、BB-180、BB-194、BB-205、BB-206、BB-209，溶剂为壬烷，参照标准溶液证书相关说明保存。

5.3.20 多溴联苯标准使用液： $\rho = 1.0 \text{ } \mu\text{g/ml}$ （参考浓度）。

用甲苯 (5.3.2) 或壬烷 (5.3.6) 稀释多溴联苯标准贮备液 (5.3.18)。该溶液于-20°C以下避光保存，可保存两个月。

5.3.21 净化内标贮备液： $\rho = 50 \text{ } \mu\text{g/ml}$ 。

市售有证标准溶液，包括 13C12-BB-52、13C12-BB-153、13C12-BB-194、13C12-BB-209。参照标准溶液证书相关说明保存。

5.3.22 提取内标溶液： $\rho = 100 \text{ ng/ml}$ （参考浓度）。

用甲苯 (5.3.2) 或壬烷 (5.3.6) 稀释净化内标贮备液 (5.3.20)。该溶液于-20°C以下避光保存，可保存两个月。

5.3.23 进样内标贮备液： $\rho = 2000 \text{ } \mu\text{g/ml}$ 。

市售有证标准溶液，包含 13C12-BDE-77、13C12-BDE-138，溶剂为壬烷，或者参照标准溶液证书相关说明保存。

5.3.24 进样内标使用液： $\rho = 100 \text{ ng/ml}$ （参考浓度）。

用甲苯 (5.3.2) 或壬烷 (5.3.6) 稀释进样内标贮备液 (5.3.22)。该溶液于-20°C以下避光保存，可保存两个月。

5.3.25 全氟煤油 (PFK) 校准调谐标准溶液：高沸点，纯度为 98%。

市售有证标准溶液，4°C以下避光保存，或者参照标准溶液证书相关说明保存。

5.3.26 凝胶渗透色谱校正标准贮备液：玉米油 ( $\rho = 300 \text{ mg/mL}$ )、邻苯二甲酸二乙基己酯 ( $\rho = 15 \text{ mg/mL}$ )、五氯酚 ( $\rho = 1.4 \text{ mg/mL}$ )、萘 ( $\rho = 0.1 \text{ mg/mL}$ )、单质硫 ( $\rho = 0.5 \text{ mg/mL}$ )，溶剂为二氯甲烷。

购买有证标准溶液，4℃以下避光保存，或参照标准溶液证书相关说明保存。

5.3.27 铜珠（粉）：1.5 mm 直径（250 μm，60 目）。

使用前用盐酸溶液（5.3.14）、甲苯（5.3.2）分别淋洗，放入干燥器中保存。

5.3.28 硅胶：75~150 μm（100~200 目）。

用二氯甲烷（5.3.5）洗净，待二氯甲烷全部挥发后，摊放在蒸发皿或烧杯中，厚度小于 10 mm，在 130℃的条件下活化 18 h，放在干燥器中冷却 30 min。装入密闭容器放入干燥器中保存。

5.3.29 氢氧化钠碱性硅胶。

取活化后硅胶（5.3.26）67 g，加入氢氧化钠溶液（5.3.16）33 g，充分搅拌，使之呈流体粉末状。制备完成后装入玻璃试剂瓶中密封，保存在干燥器内。

5.3.30 硫酸硅胶。

取活化后硅胶（5.3.26）100 g，加入 78.6 g 硫酸（5.3.8）充分搅拌并使之成流体粉末状。制备完成后装入试剂瓶中密封，保存在干燥器内。

5.3.31 石英砂：297~840 μm（20~50 目）。

在 450℃烘烤 4 h，置于干燥器中冷却至室温，转移至磨口玻璃瓶中，于干燥器中保存。

5.3.32 玻璃棉：使用前用二氯甲烷（5.3.5）回流提取 24 h，干燥后保存于密闭玻璃容器中。

5.3.33 高纯氮气：纯度≥99.999%。

5.3.34 高纯氦气：纯度≥99.999%。

5.3.35 棕色玻璃瓶

## 5.4 仪器和设备

列出了本标准所使用到的仪器设备。采样工具应符合 HJ/T 166 和 GB 17378.3 的要求，并使用对多溴联苯无吸附作用的不锈钢或铝合金材质器具。样品容器应符合 HJ/T 166 和 GB 17378.3 的要求，并使用对多溴联苯无吸附作用的不锈钢或玻璃材质可密封器具。

### 5.4.1 色谱柱的选择及高分辨气相色谱-高分辨质谱参数的设定

分析设备采用高分辨气相色谱-高分辨质谱联用仪。色谱条件：毛细管色谱柱（5%苯基 95%甲基聚硅氧烷固定液），0.25 mm 内径，长 30 m，0.1 μm 膜厚；程序升温模式，100℃保持 5 min，以 10℃/min 升温至 320℃，保持 10 min；进样口温度，280℃；载气流量，1.2 ml/min，不分流进样 1 μl。质谱条件：质谱电压，35eV；离子源温度，280℃；传输线温度，280℃。20 种多溴联苯的色谱、质谱参数设定如表 5-1。

薄膜厚（0.1 μm）的 15m 和 30m 柱是最常见的选择，15m 柱分析时高溴代的多溴联苯降解少，响应值高，对于 10 种单体的分析（如 IEC 62321-2015 推荐），15m 柱是很好的选择。但对于 20 种单体的同时分析，15m 柱的分离度稍有不足，因此可选用 30m 柱，可有效分离 20 种多溴联苯，EPA 1614 方法中的单柱体系也推荐使用 30m×0.25 mm×0.1μm。

表 5-1 多溴联苯质谱参数设定 (DB-5MS 30m×0.25 mm×0.1μm)

化合物	分子式	CAS	保留时间	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)	内标
BB-1	C <sub>12</sub> H <sub>9</sub> Br	2052-07-7	10.87	231.9887	233.9867	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BB-52
BB-2	C <sub>12</sub> H <sub>9</sub> Br	2113-57-7	12.10	231.9887	233.9867	
BB-9	C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Br <sub>2</sub>	57422-77-2	14.16	311.8972	309.8992	
BB-10	C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Br <sub>2</sub>	59080-32-9	13.43	311.8972	309.8992	
BB-15	C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Br <sub>2</sub>	92-86-4	15.75	311.8972	309.8992	
BB-30	C <sub>12</sub> H <sub>7</sub> Br <sub>3</sub>	59080-33-0	16.05	389.8077	391.8057	
BB-49	C <sub>12</sub> H <sub>6</sub> Br <sub>4</sub>	60044-24-8	18.77	469.7162	467.7182	
BB-52	C <sub>12</sub> H <sub>6</sub> Br <sub>4</sub>	59080-37-4	18.61	469.7162	467.7182	
BB-77	C <sub>12</sub> H <sub>6</sub> Br <sub>4</sub>	77102-82-0	21.23	469.7162	467.7182	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BB-153
BB-101	C <sub>12</sub> H <sub>5</sub> Br <sub>5</sub>	67888-96-4	21.04	547.6266	549.6246	
BB-103	C <sub>12</sub> H <sub>5</sub> Br <sub>5</sub>	59080-39-6	20.13	547.6266	549.6246	
BB-153	C <sub>12</sub> H <sub>4</sub> Br <sub>6</sub>	59080-40-9	23.29	627.5351	625.5371	
BB-154	C <sub>12</sub> H <sub>4</sub> Br <sub>6</sub>	36402-15-0	22.40	627.5351	625.5371	
BB-156	C <sub>12</sub> H <sub>4</sub> Br <sub>6</sub>	77607-09-1	24.86	627.5351	625.5371	
BB-169	C <sub>12</sub> H <sub>4</sub> Br <sub>6</sub>	60044-26-0	25.58	627.5351	625.5371	
BB-180	C <sub>12</sub> H <sub>3</sub> Br <sub>7</sub>	67733-52-2	25.68	705.4456	707.4436	
BB-194	C <sub>12</sub> H <sub>2</sub> Br <sub>8</sub>	67889-00-3	27.94	785.3541	783.3561	
BB-205	C <sub>12</sub> H <sub>2</sub> Br <sub>8</sub>	69887-11-2	28.10	785.3541	783.3561	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BB-194
BB-206	C <sub>12</sub> HBr <sub>9</sub>	69278-62-2	29.47	863.2645	865.2625	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BB-209
BB-209	C <sub>12</sub> Br <sub>10</sub>	13654-09-6	31.35	943.1730	941.1750	
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BB-52	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> H <sub>6</sub> Br <sub>4</sub>	/	18.61	481.7564	479.7584	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BDE-77
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BB-153	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> H <sub>4</sub> Br <sub>6</sub>	/	23.29	639.5754	637.5774	
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BB-194	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> H <sub>2</sub> Br <sub>8</sub>	/	27.94	797.3943	795.3963	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BDE-138
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BB-209	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> Br <sub>10</sub>	/	31.35	955.2133	953.2153	
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BDE-77	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> H <sub>6</sub> BrO	/	20.21	497.7513	495.7533	/
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BDE-138	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> H <sub>4</sub> BrO	/	23.98	655.5703	653.5723	/

## 5.5 标准曲线制作

由于缺少市售本方法标准系列，需要购买多种多溴联苯同类物单标或混标配置多溴联苯校正标准系列，具体如表 5-2。按照设定条件进行测定，得到不同目标物质谱图。求出各个标准物质和内标物质的峰面积，将标准物质对应的内标物质的峰面积比和注入的标准物质中标准物质和内标物的量的比做成标准曲线，计算出平均相对响应因子。

表 5-2 多溴联苯校正标准系列

校准溶液编号		浓度 (ng/ml)				
		CS1	CS2	CS3	CS4	CS5
目标物质	BB-1	10	25	50	100	200
	BB-2	10	25	50	100	200
	BB-9	10	25	50	100	200
	BB-10	10	25	50	100	200
	BB-15	10	25	50	100	200
	BB-30	10	25	50	100	200
	BB-49	20	50	100	200	400
	BB-52	20	50	100	200	400
	BB-77	20	50	100	200	400
	BB-101	20	50	100	200	400
	BB-103	20	50	100	200	400
	BB-153	20	50	100	200	400
	BB-154	20	50	100	200	400
	BB-156	20	50	100	200	400
	BB-169	20	50	100	200	400
	BB-180	20	50	100	200	400
	BB-194	20	50	100	200	400
	BB-205	20	50	100	200	400
	BB-206	50	125	250	500	1000
	BB-209	50	125	250	500	1000
净化内标	<sup>13</sup> C-BB-52	50	50	50	50	50
	<sup>13</sup> C-BB-153	100	100	100	100	100
	<sup>13</sup> C-BB-194	100	100	100	100	100
	<sup>13</sup> C-BB-209	250	250	250	250	250
进样内标	<sup>13</sup> C-BDE-77	50	50	50	50	50
	<sup>13</sup> C-BDE-138	50	50	50	50	50

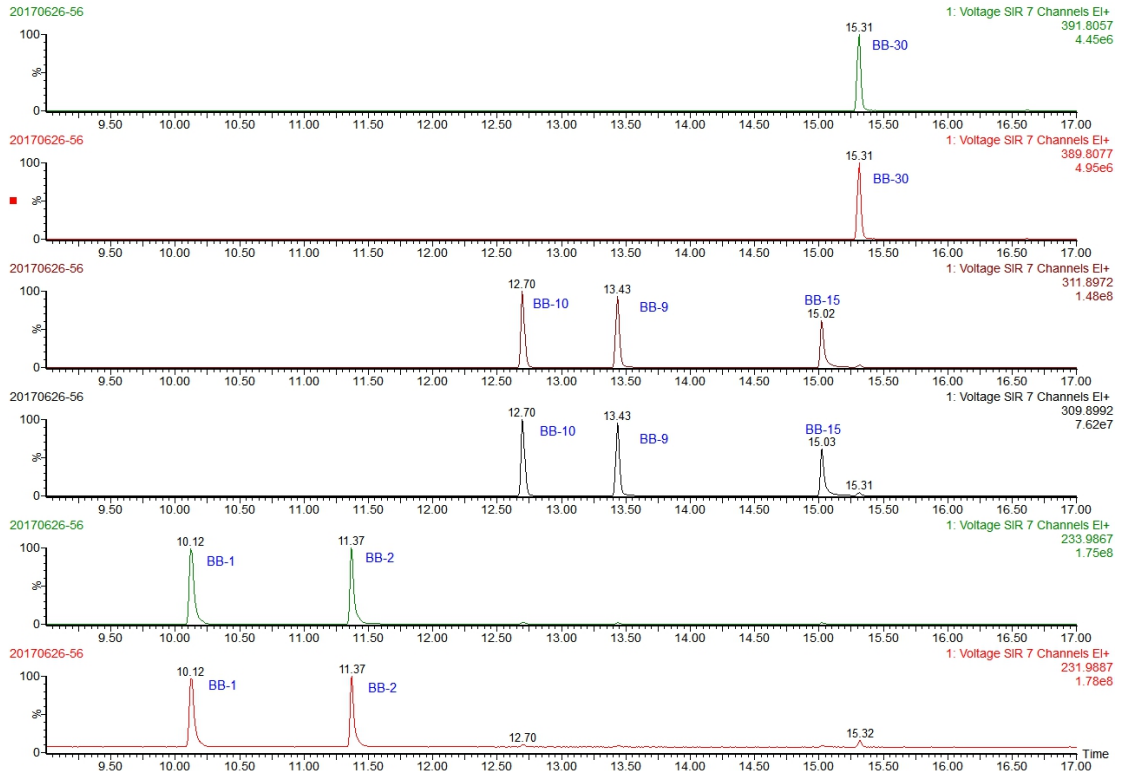


图 5-1a 目标物质质量色谱图 (DB-5MS 30m×0.25 mm×0.1μm)

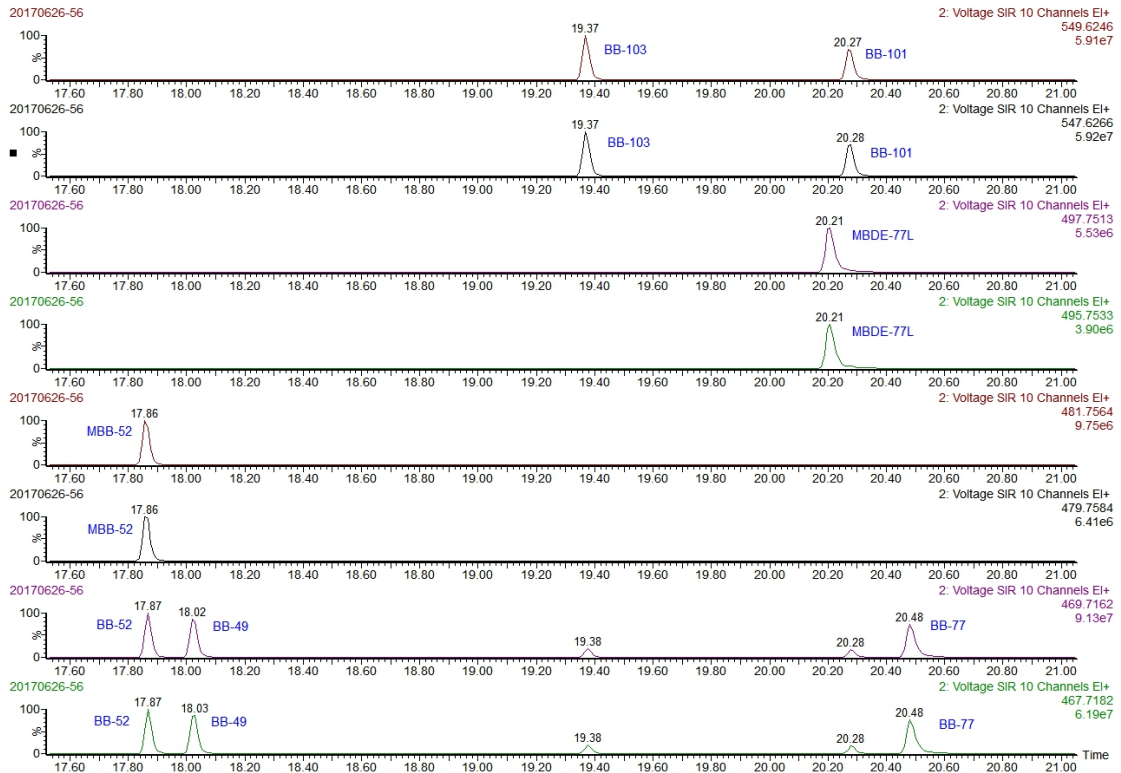


图 5-1b 目标物质质量色谱图 (DB-5MS 30m×0.25 mm×0.1μm)

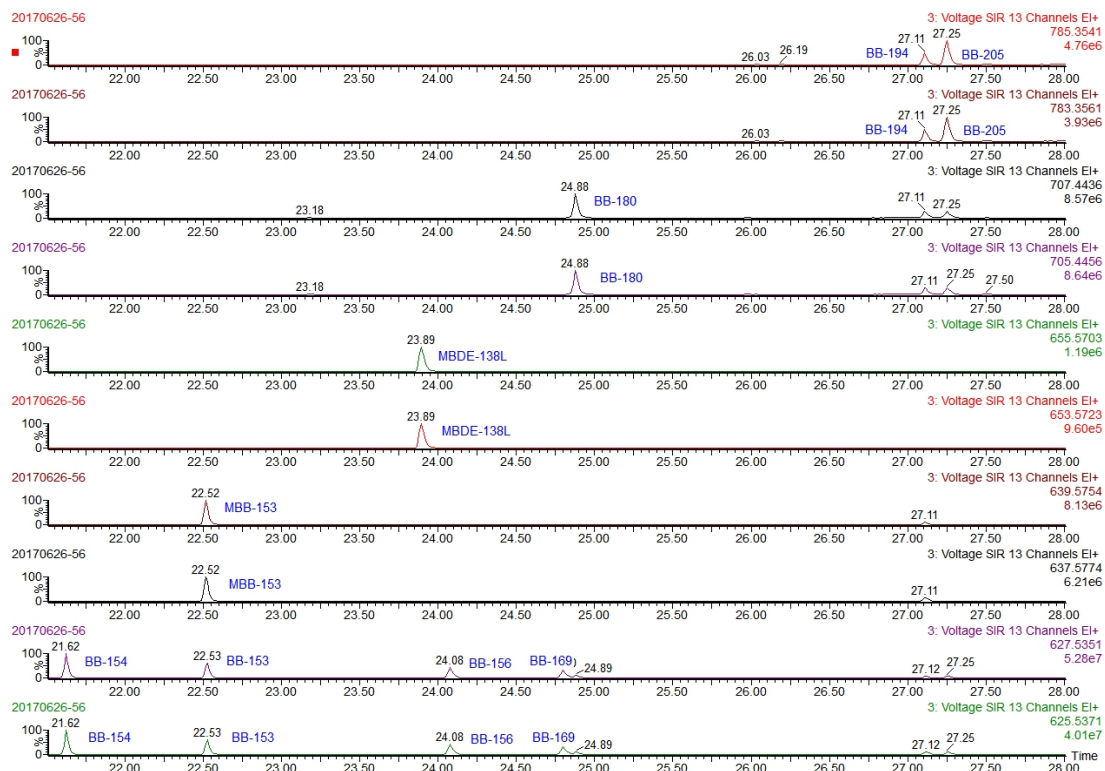


图 5-1c 目标物质质量色谱图 (DB-5MS 30m×0.25 mm×0.1μm)

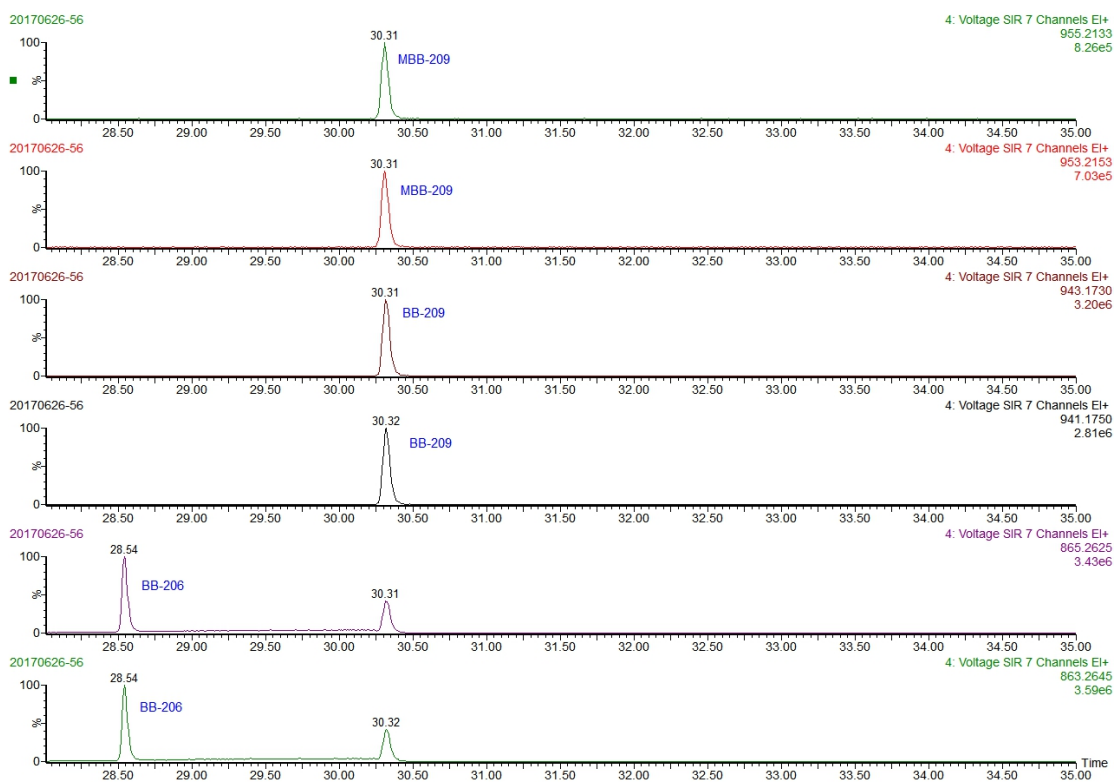


图 5-1d 目标物质质量色谱图 (DB-5MS 30m×0.25 mm×0.1μm)

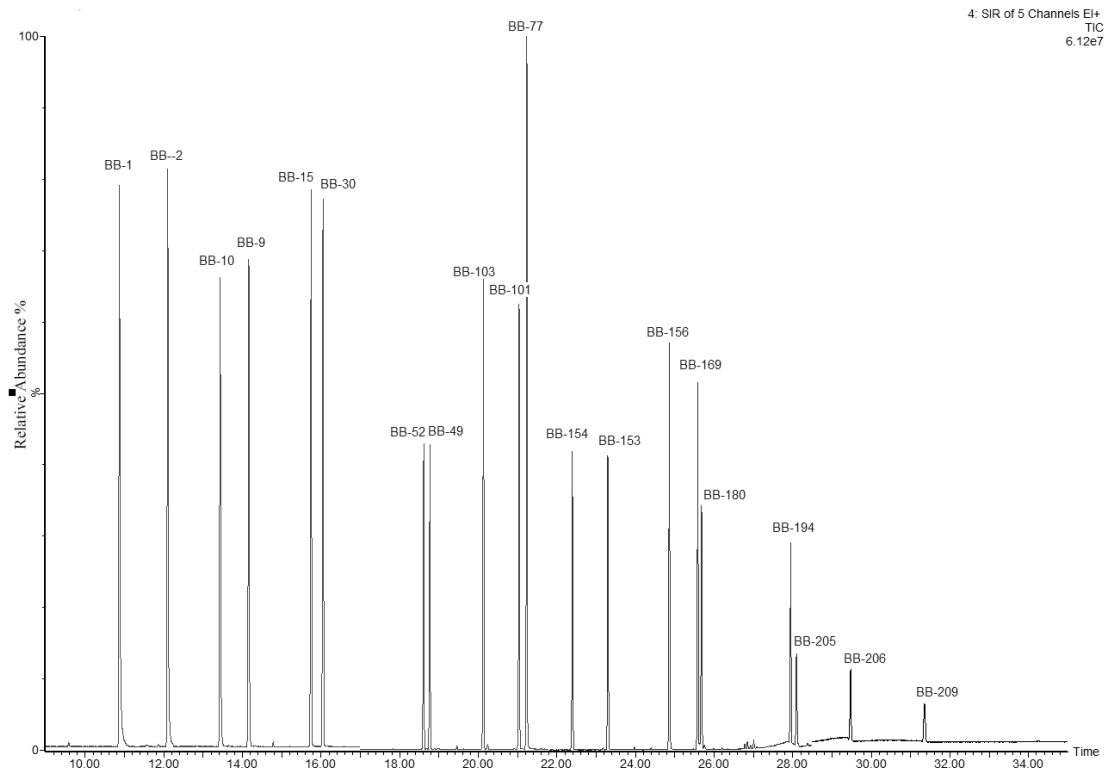


图 5-2 目标物总离子流图 (DB-5MS 30m×0.25 mm×0.1μm)

### 5.6 总离子流图及仪器性能试验

根据设定的方法，高分辨气相色谱高分辨质谱总离子流图如图 5-2。仪器性能试验结果见表 5-3。其中平均相对校正因子参照 EPA 1613 方法中的公式进行计算。

相对响应因子 ( $RRF_i$ ) 按公式 (1) 计算。

$$RRF_i = \frac{A_i \rho_{IS}}{A_{IS} \rho_i} \quad (1)$$

平均相对响应因子 ( $\overline{RRF}_i$ ) 按公式 (2) 计算。

$$\overline{RRF}_i = \frac{\sum_{i=1}^n RRF_i}{n} \quad (2)$$

式中：

$RRF_i$ —— 相对响应因子；

$A_i$ —— 标准溶液中目标化合物的定量离子峰面积；

$\rho_{IS}$ —— 内标的浓度，ng/ml；

$A_{IS}$ —— 内标定量离子的峰面积；

$\rho_i$ —— 标准溶液中目标化合物的浓度，ng/ml；

$\overline{RRF}_i$ —— 平均相对响应因子；

$n$ —— 标准系列浓度点列数。

表 5-3 仪器性能试验

化合物	RRF 平均值	RRF 偏差 (%)	仪器检出限 (ng/ml)
BB-1	2.56	4.7	0.03
BB-2	2.45	6.5	0.03
BB-9	2.80	7.4	0.01
BB-10	2.91	9.5	0.01
BB-15	2.19	9.5	0.01
BB-30	0.56	7.0	0.2
BB-49	0.93	3.1	0.04
BB-52	0.94	3.2	0.04
BB-77	1.18	5.7	0.03
BB-101	0.82	7.5	0.02
BB-103	0.97	4.4	0.02
BB-153	1.26	3.3	0.2
BB-154	1.00	3.0	0.2
BB-156	0.84	5.4	0.3
BB-169	0.55	5.3	0.4
BB-180	0.45	3.5	0.2
BB-194	1.09	4.9	0.8
BB-205	2.09	7.8	0.4
BB-206	1.27	7.2	3
BB-209	0.56	2.9	0.7
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BB-52	0.95	6.1	/
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BB-153	0.58	3.3	/
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BB-194	0.17	9.3	/
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BB-209	0.18	15.1	/
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BDE-77	1.00	/	/
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -BDE-138	1.00	/	/

## 5.7 样品的保存与分析

### 5.7.1 样品的保存

含溴化合物在紫外线暴露下易发生分解，因此样品采集完毕后必须保证避光保存。多溴联苯分



子量跨度大，蒸汽压不一，部分低溴代化合物具有半挥发性，本方法规定样品采集后应 4℃ 以下冷藏避光保存，14 d 内完成提取，40 d 内完成分析。

## 5.7.2 样品的提取

### 5.7.2.1 样品提取溶剂

IEC 62321-2015 中使用甲苯为提取溶剂、EPA 560 系列报告中多采用正己烷为提取溶剂，本方法在相关文献和标准的基础上，对比了甲苯、正己烷、10%、20%、30%、40%、50%丙酮-正己烷混合溶液对多溴联苯的提取效率（见图 5-3），最终选用 10%丙酮-正己烷混合溶液为提取溶液。

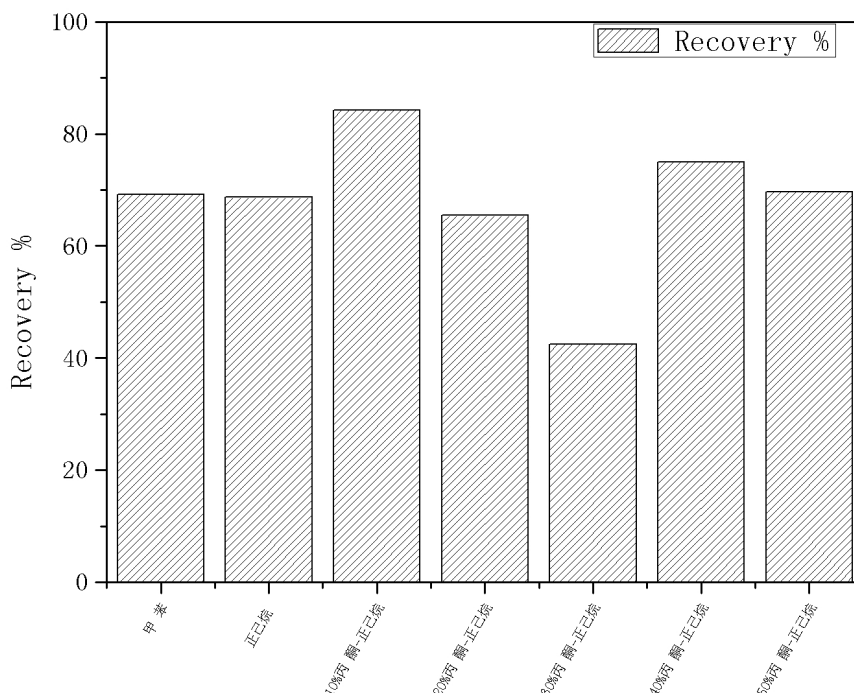


图 5-3 索氏提取溶剂的选择

### 5.7.2.2 样品提取方法

索式提取是一种经典的总溴提取方法，提取方法简单、稳定可靠、提取效率高，但索式提取需要使用大量溶剂，且提取过程费时费力，过夜提取还伴随着安全隐患。加压流体萃取（加速溶剂萃取）目前已广泛应用于土壤和沉积物中的有机物的提取，如《土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法》（HJ 783-2016）规定了采用加压流体萃取法提取土壤和沉积物中部分半挥发性和不挥发有机物的提取方法。相较于索式提取，加压流体萃取（加速溶剂萃取）提取时间短、溶剂用量少等优点。本方法对索式提取和加压流体萃取（加速溶剂萃取）提取土壤和沉积物中的多溴联苯的提取效率进行了对比：取土壤加标样品 A、B，沉积物加标样品 A、B 各 10.0 g 转移至加压流体萃取装置的萃取池中，加入 10.0 μl 的净化内标使用液（5.3.21）。设定萃取条件，压力 1500 psi，温度 100℃，提取溶剂为正己烷-丙酮混合溶剂（5.3.13），100%充满萃取池模式，静态萃取时间 5 min，循环三次。另取土壤加标样品 A、B，沉积物加标样品 A、B 各 10.0 g 于索氏提取器的提取杯中，加入 10.0

μl 的净化内标溶液（5.3.21），加入 200 ml 的正己烷-丙酮混合溶剂（5.3.13）提取 16 h。

土壤 A 和沉积物 A 的加标浓度为 BB-1 至 BB-30 为 0.05 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 0.1 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 0.25 μg/kg；土壤 B 和沉积物 B 的加标浓度为 BB-1 至 BB-30 为 1 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 2 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 5 μg/kg。索式提取与加压流体萃取（加速溶剂萃取）的提取液经净化后上机分析，两种提取方法下的样品检测结果分别见表 5-4 和表 5-5。

表 5-4 土壤加标样品不同提取方法测定结果统计表

化合物	土壤 A 加标 (μg/kg)			加标土壤 B (μg/kg)		
	索式提取	加压流体萃取	相对偏差 (%)	索式提取	加压流体萃取	相对偏差 (%)
BB-1	0.035	0.030	7.1	0.53	0.51	2.0
BB-2	0.038	0.041	4.6	0.48	0.50	1.5
BB-9	0.036	0.042	7.7	0.58	0.53	5.1
BB-10	0.033	0.038	7.0	0.54	0.51	3.5
BB-15	0.040	0.045	5.9	0.58	0.65	5.1
BB-30	0.058	0.063	4.8	0.98	1.01	1.4
BB-49	0.12	0.13	4.5	2.01	2.21	4.7
BB-52	0.12	0.11	2.2	2.04	1.96	2.0
BB-77	0.11	0.14	8.9	1.67	1.92	7.0
BB-101	0.11	0.13	7.2	2.03	2.35	7.3
BB-103	0.11	0.11	3.2	1.69	1.91	6.1
BB-153	0.16	0.16	1.9	2.08	1.97	2.7
BB-154	0.12	0.13	3.7	1.83	2.03	5.2
BB-156	0.08	0.08	2.9	1.48	1.58	3.3
BB-169	0.08	0.09	5.1	1.22	1.48	9.6
BB-180	0.07	0.08	5.6	1.19	1.28	3.6
BB-194	0.11	0.10	4.7	1.67	1.75	2.3
BB-205	0.08	0.09	6.5	1.64	1.79	4.4
BB-206	0.44	0.49	5.0	7.28	7.86	3.8
BB-209	0.33	0.30	6.1	4.85	4.51	3.6

表 5-5 土壤加标样品不同提取方法测定结果统计表

化合物	加标沉积物 A ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )			加标沉积物 B ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		
	索式提取	加压流体萃取	相对偏差(%)	索式提取	加压流体萃取	相对偏差(%)
BB-1	0.021	0.026	9.7	0.64	0.68	2.9
BB-2	0.036	0.044	9.0	0.50	0.52	2.5
BB-9	0.037	0.034	5.4	0.55	0.59	3.7
BB-10	0.037	0.034	3.3	0.55	0.50	4.5
BB-15	0.042	0.048	6.7	0.64	0.69	4.0
BB-30	0.057	0.060	2.7	0.94	0.97	1.7
BB-49	0.11	0.12	6.6	1.89	1.98	2.3
BB-52	0.10	0.10	2.0	1.96	2.00	1.0
BB-77	0.13	0.11	8.9	2.08	2.21	3.0
BB-101	0.12	0.11	5.5	2.02	2.15	3.1
BB-103	0.11	0.10	2.5	1.83	1.89	1.6
BB-153	0.12	0.11	2.2	2.05	2.17	2.8
BB-154	0.11	0.14	9.6	1.81	1.99	4.7
BB-156	0.08	0.09	3.8	1.48	1.69	6.6
BB-169	0.08	0.09	5.7	1.33	1.40	2.6
BB-180	0.08	0.08	1.5	1.34	1.44	3.6
BB-194	0.11	0.12	5.2	1.87	1.83	1.1
BB-205	0.08	0.08	2.0	1.34	1.54	6.9
BB-206	0.44	0.43	2.1	7.39	6.74	4.6
BB-209	0.30	0.33	5.9	4.54	4.22	3.7

根据实验结果统计表显示,在不同加标浓度的条件下,两种提取方法的加标土壤样品检测结果相对偏差在 1.5~9.6%之间,加标沉积物样品检测结果相对偏差在 1.0~9.7%之间。实验结果表明两种提取方法的提取效率无显著差异,均能充分提取样品中的目标物。

### 5.7.3 样品的净化及制备

#### 5.7.3.1 硫的处理

沉积物样品中可能含有硫,若不去除将影响后续的仪器分析。本方法参考了《土壤和沉积物 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 743-2015)、《土壤、沉积物 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-低分辨质谱法》(HJ 650-2013)、EPA 1668 等方法规定,采用下述措施进行处理:将样品提取液浓缩至 50 ml 左右,加入 15 g 左右处理后的铜珠或铜粉,充分振荡,过滤,收集滤液

浓缩至 1 ml ~ 2 ml, 待净化分析。10%的硝酸银硅胶也可用来除硫, 但该法效率较低, 无法去除大量硫。GPC 也可用于脱硫, 但使用前需建立 GPC 的淋洗曲线。需要注意的是, 由于多溴联苯的质量跨度大, 使用 GPC 可能会造成损失。

### 5.7.3.2 多层硅胶柱净化

EPA 560 系列报告中多采用弗罗里硅土柱来净化土壤等样品, 近年来多层硅胶柱应用于复杂基质中持久性有机污染物的净化得到了大量报道, 多层硅胶柱净化能力强, 能有效去除色素、大分子、脂肪等杂质。本方法对多层硅胶柱的淋洗片段进行了研究, 结果如图 5-4。研究发现, 使用 100 ml 的正己烷对层析柱进行预淋洗可以有效降低试剂中 PBBs 的空白干扰, 再使用 80 ml 的正己烷淋洗样品, 弃去前 20 ml 淋洗液, 仅收集后 60 ml 可以获得较好的回收率同时去除大部分干扰。具体研究参数如下:

(1) 在玻璃层析柱(内径 12 mm~15 mm)底部添加一些玻璃棉, 依次称取 3 g 硅胶、5 g 33% 氢氧化钠硅胶、2 g 硅胶、10 g 44%硫酸硅胶、2 g 硅胶和 5 g 无水硫酸钠。填充柱的酸性硅胶使用量可以根据样品的杂质干扰情况进行一定量的调整。

(2) 用 100 ml 正己烷淋洗, 保持液面在硫酸钠层。该过程可以最大可能的将试剂中的 PBBs 去除, 减少实验室试剂空白。

(3) 将提取浓缩的样品缓慢注入玻璃柱中, 液面保持在柱子填充部分的上端。

(4) 用 1 ml~2 ml 的正己烷洗净提取液的容器, 洗液沿着玻璃柱的内壁边洗边注入, 洗净操作反复进行 2 次~3 次。

(5) 将 100 ml 正己烷装入分液漏斗置于硅胶柱上方, 以 2.5 ml/min (每秒 1 滴) 的流速缓慢滴入柱中进行淋洗。

(6) 弃去前 20 ml 淋洗液。

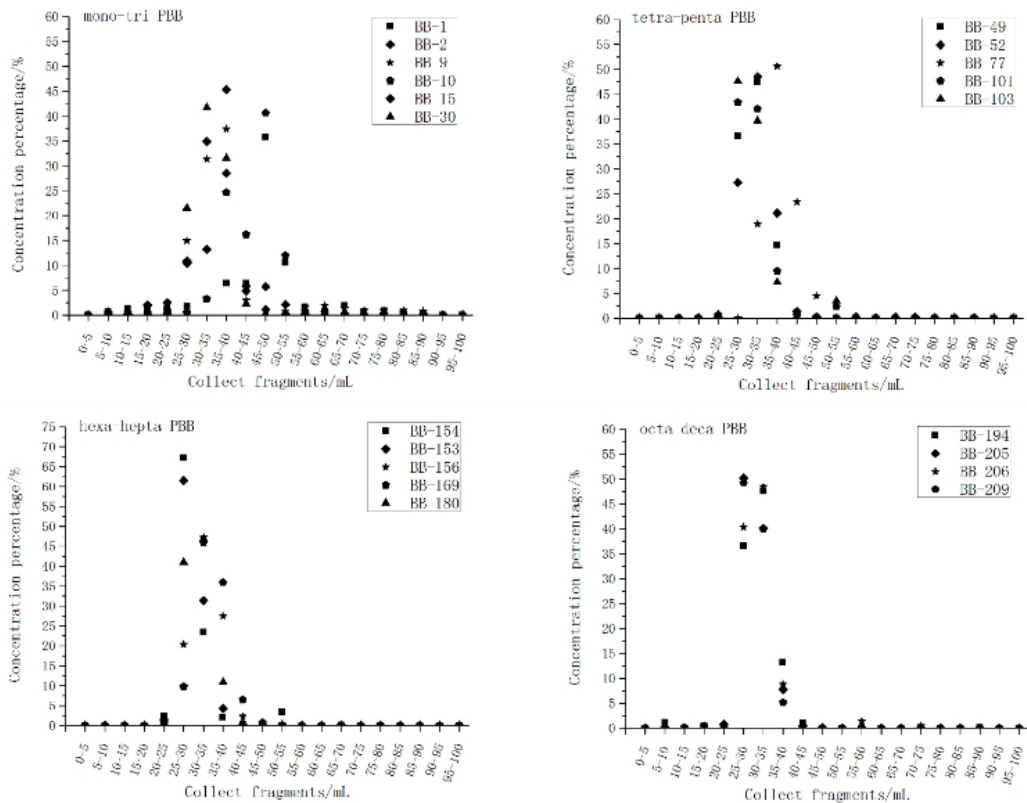


图 5-4 正己烷洗脱多层硅胶柱中多溴联苯的各流分百分比

### 5.7.3.3 自动凝胶渗透色谱（GPC）净化方法

净化方法参照 EPA 1613 与 EPA 1668 方法，自动凝胶渗透色谱主要用于清除样品中大分子干扰物，因此，当检测的样品中可能含有大量的大分子干扰物时，使用 GPC 能够有效去除基体中的干扰物。但在使用该方法之前首先用校正液进行校正。由于多溴联苯具有 209 种同类物，分布范围非常宽，在使用 GPC 时，不能单纯依靠校准标准进行时间限定。如存在 209 种同类物，或者具有 GPC 时间窗标准溶液，则可以直接用该标准进行 GPC 标定淋洗液的收集时间窗。一般情况下，在不考虑其它物质干扰的情况下，多溴联苯的净化处理建议按照 EPA 1613 方法，使用 GPC 校正液标准进行时间窗标定，收集 85%玉米油峰流出、且 85%邻苯二甲酸二乙基己酯能够获得的时间点为样品开始收集时间、苈与单质硫峰之间最小峰高时间点为样品结束收集时间（见图 5-8 GPC 校正标准溶液色谱图）。收集后的淋洗液定容浓缩至 1.0 ml，待仪器分析。也可以将浓缩后的 GPC 淋洗液再进行多层硅胶柱或弗罗里土柱进一步进行净化，再定容分析。

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

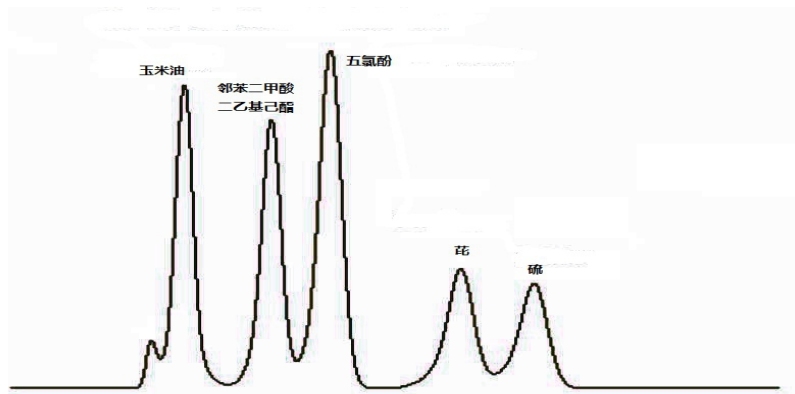


图 5-5 凝胶渗透色谱校正标准溶液色谱图

## 5.8 方法特性参数

### 5.8.1 方法检出限和测定下限

根据 HJ 168-2010，分别称取 7 份 10.0 g 的石英砂（石英砂中未检出多溴联苯），添加 0.5~2.5 ng（加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）的多溴联苯标准物质进行加标平行分析，净化内标添加量为 2.5~12.5 ng（ $^{13}\text{C}_{12}$ -BB-52 为 2.5 ng， $^{13}\text{C}_{12}$ -BB-153 和  $^{13}\text{C}_{12}$ -BB-194 为 5.0 ng， $^{13}\text{C}_{12}$ -BB-209 为 12.5 ng），样品经索式提取、多层硅胶柱净化，净化后的 7 份浓缩样品分别加入 2.5 ng 多溴联苯醚进样内标定容至 50  $\mu\text{L}$ ，制备后的样品经仪器测定。7 次平行测定的结果的标准偏差的 3.143 倍为方法检出限（见公式 3），以 4 倍检出限作为方法测定下限。具体见表 5-6。

$$MDL=t_{(n-1, 0.99)} \times S \quad (3)$$

式中：

$MDL$ ——方法检出限

$n$  ——样品平行测定次数，本方法中  $n=7$ 。

$t$  ——自由度为  $n-1$ ，置信度为 99% 时的  $t$  分布（单侧），本方法中  $t=3.143$ 。

$S$  —— $n$  次平行测定的标准偏差。

表 5-6 PBBs 方法检出限和测定下限（单位  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）

化合物	方法检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-1	0.02	0.08
BB-2	0.01	0.04
BB-9	0.01	0.04
BB-10	0.01	0.04
BB-15	0.02	0.08
BB-30	0.01	0.04
BB-49	0.02	0.08

化合物	方法检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)
BB-52	0.02	0.08
BB-77	0.01	0.04
BB-101	0.02	0.08
BB-103	0.02	0.08
BB-153	0.02	0.08
BB-154	0.02	0.08
BB-156	0.02	0.08
BB-169	0.01	0.04
BB-180	0.02	0.08
BB-194	0.02	0.08
BB-205	0.02	0.08
BB-206	0.05	0.2
BB-209	0.05	0.2

#### 5.9 方法精密度及准确度

对空白石英砂加标（低、中、高）、土壤实际样品加标（低、中、高）、沉积物实际样品加标（低、中、高）进行了精密度的准确度实验，低水平加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 0.1 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 0.25 μg/kg，中水平加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.25 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 0.5 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 1.25 μg/kg，高水平加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1.0 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 2.0 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 5.0 μg/kg，三水平净化内标加标量为 2.5~12.5 ng (<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-BB-52 为 2.5 ng, <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-BB-153 和 <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-BB-194 为 5 ng, <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-BB-209 为 12.5 ng)，三水平进样内标加标量为 2.5 ng。以上样品平行测定 6 次，按相同的样品分析步骤进行分析，计算各类型加标样品的精密度和准确度，结果见表 5-7 至 5-15。

表 5-7 空白石英砂低浓度加标样品精密度

物质名称	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	相对标准 偏差RSD $_i$ (%)	平均回 收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
BB-1	0.05	0.033	0.025	0.023	0.021	0.027	0.024	0.026	0.0042	16.5	51.0
BB-2		0.038	0.034	0.03	0.031	0.037	0.034	0.034	0.0029	8.6	67.8
BB-9		0.035	0.036	0.033	0.035	0.036	0.035	0.035	0.0011	3.1	69.8
BB-10		0.029	0.032	0.029	0.031	0.033	0.032	0.031	0.0017	5.4	61.8
BB-15		0.044	0.045	0.042	0.045	0.030	0.043	0.041	0.0060	14.4	82.8
BB-30		0.060	0.060	0.057	0.060	0.058	0.057	0.058	0.0015	2.5	117
BB-49	0.1	0.12	0.12	0.12	0.12	0.11	0.11	0.12	0.004	3.6	96.5
BB-52		0.12	0.12	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.004	3.6	92.8
BB-77		0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.003	2.5	90.3
BB-101		0.11	0.11	0.11	0.10	0.10	0.11	0.11	0.005	4.6	88.3
BB-103		0.11	0.11	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.004	3.8	84.8
BB-153		0.12	0.12	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.004	3.3	95.0
BB-154		0.12	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.004	3.4	92.3
BB-156		0.09	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.003	4.3	67.7
BB-169		0.08	0.08	0.08	0.08	0.07	0.08	0.08	0.001	1.9	63.5
BB-180		0.08	0.08	0.08	0.08	0.07	0.08	0.08	0.004	5.5	63.4
BB-194		0.11	0.10	0.10	0.10	0.10	0.11	0.10	0.005	4.5	86.9
BB-205	0.09	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.004	4.9	67.2	
BB-206	0.25	0.47	0.46	0.43	0.45	0.48	0.46	0.46	0.016	3.5	183
BB-209		0.30	0.27	0.26	0.26	0.27	0.27	0.27	0.014	5.2	109



表 5-8 空白石英砂中浓度加标样品精密度和准确度

物质名称	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	相对标准 偏差 $RSD_i$ (%)	平均回 收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
BB-1	0.25	0.11	0.13	0.13	0.12	0.14	0.14	0.13	0.009	7.1	51.2
BB-2		0.13	0.16	0.18	0.15	0.22	0.18	0.17	0.031	18.1	68.3
BB-9		0.15	0.16	0.18	0.17	0.19	0.18	0.17	0.015	8.6	68.4
BB-10		0.13	0.14	0.16	0.15	0.18	0.16	0.15	0.018	11.6	61.3
BB-15		0.20	0.19	0.21	0.20	0.21	0.20	0.20	0.008	3.8	80.0
BB-30		0.26	0.28	0.29	0.28	0.29	0.28	0.28	0.009	3.2	112
BB-49	0.5	0.55	0.56	0.55	0.56	0.57	0.55	0.56	0.009	1.6	111
BB-52		0.53	0.52	0.52	0.52	0.53	0.52	0.53	0.006	1.1	105
BB-77		0.57	0.46	0.47	0.48	0.49	0.47	0.49	0.039	7.9	97.7
BB-101		0.53	0.50	0.48	0.51	0.51	0.50	0.50	0.015	3.0	101
BB-103		0.50	0.49	0.47	0.50	0.50	0.48	0.49	0.010	2.0	97.9
BB-153		0.54	0.54	0.54	0.54	0.53	0.54	0.54	0.003	0.6	108
BB-154		0.52	0.51	0.51	0.52	0.51	0.51	0.51	0.006	1.3	102
BB-156		0.44	0.39	0.38	0.37	0.37	0.36	0.38	0.027	7.1	76.6
BB-169		0.42	0.38	0.37	0.36	0.37	0.35	0.38	0.023	6.1	75.1
BB-180		0.39	0.35	0.34	0.34	0.33	0.33	0.35	0.025	7.2	69.3
BB-194		0.49	0.49	0.49	0.49	0.50	0.49	0.49	0.005	0.9	98.0
BB-205		0.41	0.41	0.40	0.40	0.41	0.39	0.40	0.006	1.5	80.9
BB-206		1.25	2.26	2.04	2.00	2.12	2.13	2.13	2.11	0.088	4.2
BB-209	1.29		1.26	1.20	1.30	1.28	1.33	1.28	0.046	3.6	102

表 5-9 空白石英砂高浓度加标样品精密度和准确度

物质名称	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	相对标准 偏差 $RSD_i$ (%)	平均回 收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
BB-1	1	0.41	0.40	0.32	0.37	0.32	0.31	0.59	0.072	12.2	59.1
BB-2		0.47	0.53	0.50	0.47	0.60	0.57	0.52	0.052	10.0	52.4
BB-9		0.58	0.58	0.63	0.55	0.59	0.63	0.59	0.030	5.1	59.2
BB-10		0.54	0.50	0.58	0.53	0.55	0.52	0.54	0.025	4.7	53.5
BB-15		0.69	0.71	0.58	0.76	0.70	0.62	0.68	0.066	9.7	67.6
BB-30		1.06	0.98	0.99	1.04	0.98	0.94	1.00	0.046	4.6	99.8
BB-49	2	2.14	1.94	1.92	2.07	2.06	2.14	2.05	0.096	4.7	102
BB-52		2.10	1.83	1.99	2.13	1.89	1.96	1.98	0.116	5.8	99.2
BB-77		2.26	1.72	1.74	2.25	1.48	1.73	1.86	0.317	17	93.2
BB-101		2.05	1.85	2.03	2.04	2.02	1.74	1.95	0.126	6.5	97.7
BB-103		2.01	1.76	1.68	1.94	1.99	1.57	1.82	0.179	9.8	91.2
BB-153		1.85	1.90	2.00	2.06	2.02	1.80	1.94	0.103	5.3	96.9
BB-154		1.82	1.82	1.89	1.92	1.89	1.91	1.88	0.045	2.4	93.8
BB-156		1.50	1.51	1.48	1.21	1.30	1.19	1.37	0.148	10.9	68.3
BB-169		1.34	1.32	0.77	1.15	1.15	1.08	1.13	0.208	18.3	56.7
BB-180		1.35	1.25	1.25	1.15	1.20	1.00	1.20	0.118	9.8	60.1
BB-194		1.76	1.65	1.92	1.82	1.76	1.62	1.76	0.111	6.3	87.8
BB-205	1.45	1.39	1.70	1.29	1.40	1.36	1.43	0.143	10.0	71.6	
BB-206	5	7.48	7.81	7.48	8.21	8.19	7.56	7.79	0.342	4.4	156
BB-209		4.50	4.55	4.74	4.73	4.55	4.75	4.63	0.117	2.5	92.7

表 5-10 实际土壤低浓度加标样品精密度和准确度

物质名称	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	相对标准偏差 $RSD_i$ (%)	平均回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
BB-1	0.05	0.029	0.029	0.028	0.032	0.027	0.036	0.030	0.00341	11.3	60.2
BB-2		0.038	0.033	0.035	0.031	0.035	0.032	0.034	0.00248	7.4	67.6
BB-9		0.034	0.030	0.030	0.031	0.031	0.030	0.031	0.00161	5.2	62.2
BB-10		0.033	0.034	0.029	0.030	0.029	0.030	0.031	0.00198	6.4	61.7
BB-15		0.040	0.041	0.043	0.042	0.042	0.037	0.041	0.00211	5.2	81.3
BB-30		0.058	0.058	0.056	0.058	0.058	0.055	0.057	0.00105	1.8	114
BB-49	0.1	0.12	0.11	0.11	0.12	0.12	0.12	0.12	0.004	3.3	95.8
BB-52		0.12	0.11	0.12	0.12	0.11	0.12	0.12	0.005	4.3	95.8
BB-77		0.11	0.11	0.11	0.12	0.11	0.11	0.11	0.004	3.7	91.5
BB-101		0.11	0.10	0.11	0.10	0.11	0.12	0.11	0.006	5.6	90.3
BB-103		0.11	0.11	0.10	0.10	0.10	0.11	0.10	0.004	4.3	86.5
BB-153		0.16	0.16	0.15	0.16	0.16	0.16	0.16	0.027	16.6	95.8
BB-154		0.12	0.11	0.12	0.12	0.11	0.11	0.16	0.004	2.3	94.6
BB-156		0.08	0.09	0.08	0.08	0.09	0.08	0.08	0.004	4.9	68.9
BB-169		0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.001	1.5	63.5
BB-180		0.07	0.07	0.08	0.07	0.07	0.07	0.07	0.002	2.8	62.0
BB-194		0.11	0.11	0.11	0.10	0.10	0.10	0.10	0.003	2.8	86.7
BB-205		0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.09	0.08	0.003	4.3	67.2
BB-206	0.25	0.44	0.44	0.42	0.43	0.45	0.41	0.43	0.014	3.3	173
BB-209		0.27	0.28	0.27	0.30	0.29	0.28	0.28	0.009	3.4	113

表 5-11 实际土壤中浓度加标样品精密度和准确度

物质名称	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	相对标准 偏差 $RSD_i$ (%)	平均回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
BB-1	0.25	0.13	0.12	0.18	0.12	0.14	0.13	0.14	0.023	16.6	54.3
BB-2		0.13	0.14	0.14	0.15	0.17	0.18	0.15	0.018	12.0	60.9
BB-9		0.16	0.17	0.16	0.19	0.17	0.18	0.17	0.013	7.6	67.9
BB-10		0.16	0.18	0.15	0.17	0.17	0.16	0.16	0.012	7.0	65.8
BB-15		0.19	0.21	0.20	0.21	0.20	0.20	0.20	0.006	3.0	80.6
BB-30		0.27	0.26	0.25	0.26	0.25	0.28	0.26	0.010	3.8	104
BB-49	0.5	0.57	0.55	0.55	0.57	0.56	0.57	0.56	0.010	1.9	112
BB-52		0.53	0.53	0.55	0.54	0.54	0.55	0.54	0.007	1.3	108
BB-77		0.50	0.49	0.49	0.50	0.51	0.50	0.50	0.007	1.4	99.3
BB-101		0.49	0.49	0.51	0.51	0.49	0.51	0.50	0.011	2.2	100
BB-103		0.47	0.48	0.49	0.48	0.49	0.49	0.48	0.008	1.7	96.5
BB-153		0.53	0.55	0.54	0.55	0.54	0.55	0.54	0.006	1.0	100
BB-154		0.50	0.52	0.51	0.52	0.52	0.51	0.51	0.006	1.3	102
BB-156		0.39	0.44	0.41	0.41	0.44	0.43	0.42	0.022	5.3	83.6
BB-169		0.38	0.35	0.39	0.37	0.37	0.39	0.38	0.015	4.0	74.9
BB-180		0.36	0.35	0.36	0.36	0.36	0.34	0.35	0.008	2.4	70.7
BB-194		0.50	0.49	0.49	0.50	0.49	0.49	0.49	0.005	1.0	98.5
BB-205		0.40	0.40	0.41	0.40	0.40	0.40	0.40	0.005	1.3	80.2
BB-206		1.25	1.94	2.04	1.98	2.03	1.98	1.97	1.99	0.038	1.9
BB-209	1.32		1.26	1.34	1.30	1.27	1.31	1.30	0.027	2.1	104

表 5-12 实际土壤高浓度加标样品精密度和准确度

物质名称	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	相对标准 偏差 $RSD_i$ (%)	平均回 收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
BB-1	1	0.53	0.50	0.55	0.51	0.50	0.49	0.51	0.023	4.5	51.3
BB-2		0.48	0.50	0.47	0.55	0.53	0.48	0.50	0.032	6.3	50.2
BB-9		0.58	0.61	0.60	0.57	0.56	0.60	0.59	0.020	3.3	58.9
BB-10		0.54	0.55	0.51	0.52	0.52	0.53	0.53	0.014	2.7	52.8
BB-15		0.58	0.59	0.66	0.58	0.60	0.65	0.61	0.034	5.6	61.1
BB-30		0.98	0.97	0.98	0.98	0.98	0.97	0.98	0.006	0.6	97.6
BB-49	2	2.01	2.05	2.10	2.00	2.07	2.13	2.06	0.052	2.5	103
BB-52		2.04	2.03	1.97	2.08	2.03	2.13	2.05	0.054	2.7	102
BB-77		1.67	1.58	2.22	1.54	2.03	2.15	1.87	0.304	16.3	93.2
BB-101		2.03	2.00	1.94	2.01	1.97	2.01	1.99	0.033	1.7	99.7
BB-103		1.69	1.67	1.81	1.85	1.75	1.72	1.75	0.071	4.0	87.5
BB-153		2.08	1.91	2.07	1.99	1.94	1.96	1.99	0.071	3.6	97.4
BB-154		1.83	1.84	1.93	1.92	1.92	1.82	1.88	0.050	2.7	93.8
BB-156		1.48	1.48	1.38	1.29	1.35	1.31	1.38	0.084	6.0	69.1
BB-169		1.22	1.18	1.22	1.22	1.24	1.29	1.23	0.036	2.9	61.3
BB-180		1.19	1.04	1.32	1.17	1.12	1.23	1.18	0.096	8.1	58.9
BB-194		1.67	1.67	1.70	1.83	1.79	1.85	1.75	0.078	4.5	87.6
BB-205		1.64	1.65	1.52	1.65	1.43	1.58	1.58	0.089	5.6	78.9
BB-206	5	7.28	7.61	7.38	7.85	7.43	7.94	7.58	0.267	3.5	152
BB-209		4.85	4.59	4.57	4.88	4.70	4.86	4.74	0.141	3.0	94.8

表 5-13 实际沉积物低浓度加标样品精密度和准确度

物质名称	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	相对标准 偏差RSD $_i$ (%)	平均回 收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
BB-1	0.05	0.021	0.028	0.023	0.032	0.033	0.024	0.027	0.0049	18.2	53.6
BB-2		0.036	0.039	0.031	0.033	0.035	0.032	0.034	0.0029	8.5	68.9
BB-9		0.035	0.036	0.036	0.036	0.035	0.035	0.036	0.0002	0.7	71.1
BB-10		0.035	0.034	0.030	0.033	0.034	0.030	0.033	0.0019	5.8	65.1
BB-15		0.042	0.042	0.044	0.044	0.038	0.040	0.042	0.0023	5.6	83.4
BB-30		0.057	0.056	0.056	0.055	0.059	0.060	0.057	0.0019	3.3	114
BB-49	0.1	0.11	0.12	0.11	0.11	0.11	0.12	0.11	0.004	3.5	111
BB-52		0.10	0.11	0.12	0.11	0.11	0.12	0.11	0.007	6.2	110
BB-77		0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.12	0.11	0.004	3.3	111
BB-101		0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.004	3.7	107
BB-103		0.11	0.10	0.11	0.10	0.11	0.10	0.10	0.002	2.3	103
BB-153		0.12	0.12	0.11	0.11	0.11	0.12	0.12	0.003	2.8	115
BB-154		0.11	0.12	0.11	0.10	0.12	0.11	0.11	0.005	4.7	111
BB-156		0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.002	3.1	80.2
BB-169		0.08	0.07	0.07	0.07	0.08	0.07	0.08	0.002	2.8	75.1
BB-180		0.08	0.07	0.08	0.07	0.07	0.07	0.07	0.003	4.0	74.0
BB-194		0.11	0.11	0.10	0.10	0.11	0.11	0.11	0.004	3.9	105
BB-205		0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.002	2.5	80.1
BB-206	0.25	0.44	0.45	0.45	0.45	0.45	0.46	0.45	0.004	1.0	180
BB-209		0.30	0.26	0.28	0.30	0.28	0.27	0.28	0.014	5.1	112

表 5-14 实际沉积物中浓度加标样品精密度和准确度

物质名称	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	相对标准 偏差 $RSD_i$ (%)	平均回收 率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
BB-1	0.25	0.15	0.12	0.13	0.13	0.10	0.14	0.13	0.016	12.4	50.3
BB-2		0.20	0.20	0.21	0.18	0.17	0.18	0.19	0.017	8.8	75.9
BB-9		0.17	0.19	0.18	0.17	0.17	0.18	0.18	0.010	5.70	70.0
BB-10		0.15	0.15	0.18	0.13	0.15	0.16	0.15	0.015	10.1	61.1
BB-15		0.20	0.21	0.21	0.21	0.21	0.20	0.21	0.003	1.3	82.7
BB-30		0.28	0.27	0.28	0.27	0.28	0.27	0.28	0.008	2.8	110
BB-49	0.5	0.55	0.57	0.56	0.56	0.55	0.57	0.56	0.009	1.7	112
BB-52		0.52	0.52	0.53	0.53	0.53	0.53	0.53	0.005	1.0	105
BB-77		0.52	0.53	0.51	0.47	0.49	0.53	0.51	0.025	4.9	101
BB-101		0.51	0.52	0.52	0.51	0.49	0.50	0.51	0.012	2.5	101
BB-103		0.49	0.48	0.48	0.48	0.48	0.49	0.48	0.005	1.1	96.2
BB-153		0.53	0.52	0.53	0.53	0.52	0.54	0.53	0.007	1.4	106
BB-154		0.51	0.51	0.51	0.51	0.51	0.51	0.51	0.002	0.5	102
BB-156		0.52	0.51	0.52	0.51	0.51	0.51	0.51	0.005	1.0	102
BB-169		0.41	0.37	0.42	0.41	0.40	0.37	0.40	0.020	5.1	79.6
BB-180		0.35	0.34	0.33	0.33	0.35	0.32	0.34	0.010	3.1	67.0
BB-194		0.50	0.49	0.50	0.49	0.49	0.50	0.49	0.005	0.9	98.8
BB-205		0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.39	0.40	0.005	1.3	79.9
BB-206		1.25	1.97	1.86	2.00	1.82	1.84	1.97	1.91	0.078	4.1
BB-209	1.25		1.27	1.23	1.33	1.22	1.30	1.27	0.043	3.4	101

表 5-15 实际沉积物高浓度加标样品精密度和准确度

物质名称	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	相对标准 偏差 $RSD_i$ (%)	平均回 收率 (%)
		1	2	3	4	5	6				
BB-1	1	0.64	0.66	0.52	0.56	0.57	0.66	0.36	0.036	10.0	60.1
BB-2		0.50	0.54	0.54	0.51	0.52	0.47	0.60	0.060	10.0	51.2
BB-9		0.55	0.60	0.62	0.57	0.57	0.57	0.58	0.022	3.9	58.0
BB-10		0.55	0.56	0.53	0.57	0.54	0.54	0.55	0.016	2.9	54.8
BB-15		0.64	0.68	0.70	0.60	0.66	0.69	0.66	0.038	5.8	65.9
BB-30		0.94	0.95	0.95	0.94	0.94	0.93	0.94	0.007	0.8	94.2
BB-49	2	1.96	2.06	2.03	2.01	2.08	1.93	2.01	0.059	2.9	100
BB-52		1.96	1.91	1.93	2.06	1.94	2.04	1.97	0.062	3.1	98.6
BB-77		2.08	1.92	2.02	1.89	1.90	1.97	1.96	0.074	3.8	98.1
BB-101		2.02	2.00	1.95	2.01	2.00	1.98	2.00	0.024	1.2	99.8
BB-103		1.83	1.78	1.91	1.96	1.97	1.95	1.90	0.080	4.2	94.9
BB-153		2.05	2.03	2.00	1.87	1.85	1.90	1.95	0.085	4.3	97.5
BB-154		1.91	1.92	1.89	1.88	1.91	1.92	1.90	0.015	0.8	95.2
BB-156		1.38	1.37	1.41	1.43	1.45	1.48	1.42	0.045	3.1	70.9
BB-169		1.33	1.31	1.22	1.22	1.16	1.22	1.24	0.066	5.3	62.2
BB-180		1.34	1.15	1.20	1.21	1.21	1.18	1.21	0.067	5.5	60.7
BB-194		1.87	1.75	1.84	1.77	1.80	1.81	1.81	0.044	2.4	90.3
BB-205		1.34	1.55	1.39	1.34	1.42	1.49	1.42	0.085	6.0	71.1
BB-206	5	7.39	7.18	7.24	7.22	7.06	7.19	7.21	0.107	1.5	144
BB-209		4.54	4.66	4.69	4.68	4.61	4.74	4.65	0.068	1.5	93.1

### 5.10 实际样品及标准参考样品分析

为研究方法的适用性，对不同类别样品进行了分析。选取的样品主要包括电子垃圾拆解地区土壤样品及沉积物样品。分析结果见表 5-16。



表 5-16 实际样品测定结果( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )

化合物	土壤-1	土壤-2	土壤-3	土壤-4	土壤-5	土壤-6	土壤-7	沉积物-1	沉积物-2
BB-1	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL
BB-2	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	0.41
BB-9	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL
BB-10	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL
BB-15	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	0.02	<MDL	0.08	0.09
BB-30	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL
BB-49	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	0.02
BB-52	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL
BB-77	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL
BB-101	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL
BB-103	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	0.02	<MDL
BB-154	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	0.11	<MDL
BB-153	0.02	0.02	0.02	0.04	0.03	<MDL	0.02	0.49	<MDL
BB-156	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	0.04	<MDL
BB-169	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL
BB-180	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL
BB-194	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	0.07	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL
BB-205	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL
BB-206	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL
BB-209	<MDL	0.23	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL
$\Sigma_{20}\text{PBBs}$	0.02	0.25	0.02	0.04	0.10	0.02	0.02	0.74	0.52

## 5.11 质量保证和质量控制

### 5.11.1 空白试验

有研究表明多溴联苯易吸附在玻璃器皿上,可能导致交叉污染。参考 EPA 1614、IEC 62321-2015 及相关文献,制定以下消除空白的策略:所有玻璃器皿(不包括容量瓶)和玻璃棉须在  $450^{\circ}\text{C}$  下烘烤 30 分钟以上,玻璃器皿使用前应用正己烷或丙酮等有机溶剂洗涤 2~3 次,使用完毕后经有机溶剂洗涤 2 次后再送去清洗。

空白实验分为试剂空白与操作空白。试剂空白用于检查分析仪器的污染情况;操作空白用于检查样品制备过程的污染程度。

试剂空白：任何样品的仪器分析都应该同时分析待测样品溶液所使用的溶剂作为试剂空白。所有试剂空白测试结果应低于方法检出限。

操作空白：为评价实验环境的污染干扰水平，应定期进行操作空白实验。除不使用实际样品外，操作空白试验的样品制备、前处理、净化、仪器分析和数据处理步骤与实际样品分析步骤相同，结果应低于评价质量分数的 1/10。

若空白试验未满足以上要求，则应采取措施排除污染并重新分析同批样品。

每批样品应至少进行一次操作空白，样品数量多于 20 个时，每 20 个样品应分析一个试剂空白。

### 5.11.2 平行样

每批样品应进行一次平行样分析，样品数量多于 20 个时，每 20 个样品应进行一个平行样分析。平行样分析时目标化合物的相对偏差应小于 30%。

### 5.11.3 校准和连续校准

制作校准曲线的净化内标相对响应因子  $RRF_{es}$  相对标准偏差需控制在  $\pm 20\%$  以内，超出范围需要重新调整仪器或者重新配置标准系列。

选择标准曲线的中间浓度点，每天至少一次进行 SIM 测定，计算各个异构体对应的净化内标相对响应因子  $RRF_{es}$  和进样内标相对响应因子  $RRF_{rs}$ ，将此结果与标准值进行对比，确认变化值在  $\pm 20\%$  以内。如果超过这个范围，应查找原因，重新测定。如果保留时间在一天内变化超过  $\pm 5\%$ ，或者与内标物的相对保留时间在  $\pm 2\%$  以上，应查找原因，重新测定。

### 5.11.4 内标

按照公式（4）确认净化内标的回收率。 $^{13}C_{12}$ -BB-52、 $^{13}C_{12}$ -BB-153 的回收率应在 25%~150%， $^{13}C_{12}$ -BB-194、 $^{13}C_{12}$ -BB-209 应在 20%~200%，如果净化内标的回收率在要求的范围以外，要重新进行前处理。本方法回收率范围部分参考了 EPA 1614 中相关要求。

$$R_e = \frac{A_{esi}}{A_{rsi}} \times \frac{Q_{rsi}}{RRF_{rs}} \times \frac{100\%}{Q_{esi}} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- $R_e$ ——净化内标的回收率，%；
- $A_{esi}$ ——净化内标的峰面积；
- $A_{rsi}$ ——对应的进样内标的峰面积；
- $Q_{rsi}$ ——对应的进样内标的添加量，ng；
- $RRF_{rs}$ ——对应的进样内标的相对响应因子；
- $Q_{esi}$ ——净化内标的添加量，ng。

### 5.11.5 基体加标样品的测定

按不少于样品数 10% 的比例进行样品加标回收率测定。EPA 1614 中对 PBDEs 的回收率要求为 50%~150%，其中 BDE-209 为 40%~200%。本方法的验证结果表明：六家实验室对含多溴联苯浓度为 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的统一样品进行了分析测定，加标回收率范围为 51.3%~181%。综合以上因素，本方法确定一到七溴代多溴联苯回收率要求为 50%~150%，八到十溴代多溴联苯回收率要求为 40%~200%。

## 6 方法验证

### 6.1 验证单位概况

按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）和《国家环境污染物监测方法标准制修订工作暂行要求》（环科函〔2009〕10号）的要求，本次参与方法验证的单位共六家，分别为台州市环境监测中心站，宁波市环境检测中心，湖北省环境监测中心站，泰州市环境监测中心站，重庆市生态环境监测中心，浙江大学热能工程研究所二噁英实验室，均具有环境样品中多溴联苯的分析资质。验证人员具体情况见表 6-1。根据影响方法的精密度和准确度的主要因素和数理统计学的要求，编制方法验证报告，验证数据主要包括检出限、精密度、准确度等。

表 6-1 验证单位及验证人员概况

序号	姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	参加分析工作年份	单位
1	饶钦全	男	34	工程师	有机化学	9	台州市环境监测中心站
	王晖	男	35	工程师	有机化学	9	
	蔡卫义	男	30	助工	生物工程	8	
2	李申杰	男	39	高级工程师	分析化学	11	宁波市环境监测中心
	陈荣枫	男	30	工程师	环境科学	4	
	薛令楠	男	27	工程师	环境工程	1	
3	郭丽	女	37	高级工程师	环境科学	10	湖北省环境监测中心站
	朱小琴	女	29	助工	环境科学	3	
	朱季红	女	28	助工	分析化学	2	
	帅清昱	女	29	助工	环境工程	3	
4	杨文武	男	39	高级工程师	环境监测	16	泰州市环境监测中心站
	毛慧	女	31	高级工程师	物理化学	10	
	苏文鹏	男	30	工程师	制浆造纸工程	4	
5	郭志顺	男	37	高级工程师	环境科学	13	重庆市生态环境监测中心
	易盼	男	26	助工	应用化学	5	
	唐思羽	女	24	助工	应用化学	4	
6	陈彤	女	46	副教授	环境工程	15	浙江大学热能工程研究所二噁英实验室
	王宇春	男	32	工程师	环境工程	10	
	陈贝	女	28	工程师	分析化学	2	
	陈淋淋	女	48	初级	化学	18	

### 6.2 方法验证方案

#### 6.2.1 方法检出限、测定下限的验证

根据 HJ 168-2010，分别称取 7 份 10.0 g 的石英砂（石英砂中未检出多溴联苯），分别添加 0.5~

2.5 ng (加标浓度: BB-1 至 BB-30 为 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-49 至 BB-205 为 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-206 至 BB-209 为 0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) 的多溴联苯标准物质进行加标平行分析, 净化内标添加量为 2.5~12.5 ng ( $^{13}\text{C}_{12}\text{-BB-52}$  为 2.5 ng,  $^{13}\text{C}_{12}\text{-BB-153}$  和  $^{13}\text{C}_{12}\text{-BB-194}$  为 5.0 ng,  $^{13}\text{C}_{12}\text{-BB-209}$  为 12.5 ng), 样品经索式提取、多层硅胶柱净化, 净化后的浓缩样品分别加入 2.5 ng 多溴联苯醚标准物质定容至 50  $\mu\text{L}$ , 制备后的样品经仪器测定。7 次平行测定的结果的标准偏差的 3.143 倍为方法检出限, 以 4 倍检出限作为方法测定下限。

### 6.2.2 方法精密度验证

对 10.0 g 的空白石英砂加标 (低、中、高)、土壤实际样品加标 (低、中、高)、沉积物实际样品加标 (低、中、高) 进行了精密度测定, 低水平加标浓度: BB-1 至 BB-30 为 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-49 至 BB-205 为 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-206 至 BB-209 为 0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 中水平加标浓度: BB-1 至 BB-30 为 0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-49 至 BB-205 为 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-206 至 BB-209 为 1.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 高水平加标浓度: BB-1 至 BB-30 为 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-49 至 BB-205 为 2  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-206 至 BB-209 为 5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 三水平净化内标加标量为 2.5~12.5 ng ( $^{13}\text{C}_{12}\text{-BB-52}$  为 2.5 ng,  $^{13}\text{C}_{12}\text{-BB-153}$  和  $^{13}\text{C}_{12}\text{-BB-194}$  为 5 ng,  $^{13}\text{C}_{12}\text{-BB-209}$  为 12.5 ng), 三水平进样内标加标量为 2.5 ng。以上样品平行 6 次, 按相同的样品分析步骤进行分析, 计算各类型加标样品的平均值、标准偏差及相对标准偏差。编制组对各验证实验室的数据进行汇总统计分析, 计算实验室间相对标准偏差、重复性限和再现性限。

### 6.2.3 方法准确度测试

对 10.0 g 的空白石英砂加标 (低、中、高)、土壤实际样品加标 (低、中、高)、沉积物实际样品加标 (低、中、高) 进行了准确度测定, 低水平加标浓度: BB-1 至 BB-30 为 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-49 至 BB-205 为 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-206 至 BB-209 为 0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 中水平加标浓度: BB-1 至 BB-30 为 0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-49 至 BB-205 为 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-206 至 BB-209 为 1.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 高水平加标浓度: BB-1 至 BB-30 为 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-49 至 BB-205 为 2  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-206 至 BB-209 为 5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 三水平净化内标加标量为 2.5~12.5 ng ( $^{13}\text{C}_{12}\text{-BB-52}$  为 2.5 ng,  $^{13}\text{C}_{12}\text{-BB-153}$  和  $^{13}\text{C}_{12}\text{-BB-194}$  为 5 ng,  $^{13}\text{C}_{12}\text{-BB-209}$  为 12.5 ng), 三水平进样内标加标量为 2.5 ng。以上样品平行 6 次, 按相同的样品分析步骤进行分析, 计算各类型加标样品的平均值和加标回收率。编制组对各验证实验室的数据进行汇总统计分析, 计算加标回收率的均值及偏差。

## 6.3 方法验证过程

通过筛选确定方法验证单位。按照《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》的方法验证方案准备实验用品, 与验证单位确定验证时间。在方法验证前, 参加验证的操作人员熟悉并掌握了方法原理、操作步骤及流程。方法验证过程中所用的试剂和材料、仪器和设备及分析步骤应符合方法相关要求。方法检出限、测定下限、精密度、准确度等方法特性指标均按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010) 的相关规定进行验证测试。编制组对方法验证实验数据进行汇总, 给出验证结论, 具体的《方法验证报告》见附件一。

## 6.4 方法验证结论

### 6.4.1 方法的检出限及测定下限。

按照 HJ 168 的检出限确定方法, 六家实验室根据《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气

相色谱-高分辨质谱法》要求，对 20 种多溴联苯的方法检出限和测定下限进行验证，结果见表 6-2。当取样量为 10.0 g，采用索氏提取、多层硅胶柱净化，浓缩定容体积为 50  $\mu\text{L}$  时，20 种多溴联苯的方法检出限为 0.01  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.04  $\mu\text{g}/\text{kg}$ (BB-206、BB-209 的检出限为 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.08  $\mu\text{g}/\text{kg}$ )，测定下限为 0.04  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.16  $\mu\text{g}/\text{kg}$  (BB-206、BB-209 的测定下限为 0.4  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.32  $\mu\text{g}/\text{kg}$ )。

表 6-2 方法检出限和测定下限汇总表

化合物	方法检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-1	0.02	0.08
BB-2	0.02	0.08
BB-9	0.01	0.04
BB-10	0.01	0.04
BB-15	0.03	0.12
BB-30	0.02	0.08
BB-49	0.03	0.12
BB-52	0.04	0.16
BB-77	0.03	0.12
BB-101	0.03	0.12
BB-103	0.03	0.12
BB-153	0.03	0.12
BB-154	0.03	0.12
BB-156	0.02	0.08
BB-169	0.02	0.08
BB-180	0.03	0.12
BB-194	0.03	0.12
BB-205	0.03	0.12
BB-206	0.1	0.4
BB-209	0.08	0.32

#### 6.4.2 方法精密度

六家实验室分别对含有 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~1.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$  和 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的样品进行 6 次重复测定，其实验室内相对标准偏差范围分别为 2.1%~28%、1.4%~20%、1.3%~21%，重复性限（r）分别为 0.0067  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.12  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.029  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.47  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.049  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.85  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，再现性限（R）分别为 0.0064  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.14  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.032  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.46  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.052  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.82  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

表 6-3 方法精密度汇总表

序号	化合物名称	介质	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
1	BB-1	空白基质	0.05	12~22	17	0.013	0.013
		实际土壤		10~20	14	0.013	0.013
		实际沉积物		12~19	15	0.012	0.012
		空白基质	0.25	12~20	17	0.065	0.066
		实际土壤		15~20	17	0.066	0.066
		实际沉积物		8.8~18	12	0.045	0.045
		空白基质	1.0	3.9~11	7.6	0.11	0.11
		实际土壤		5.6~15	14	0.13	0.21
		实际沉积物		8.3~12	10	0.18	0.18
2	BB-2	空白基质	0.05	8.8~18	15	0.012	0.012
		实际土壤		6.7~14	11	0.010	0.010
		实际沉积物		8.7~15	12	0.012	0.012
		空白基质	0.25	8.7~19	17	0.11	0.11
		实际土壤		12~20	15	0.070	0.070
		实际沉积物		5.7~13	9.8	0.055	0.055
		空白基质	1.0	8.7~14	11	0.17	0.26
		实际土壤		4.7~7.9	6.9	0.099	0.099
		实际沉积物		3.4~7.4	5.8	0.087	0.087
3	BB-9	空白基质	0.05	2.4~18	11	0.010	0.0100
		实际土壤		7.4~15	11	0.010	0.010
		实际沉积物		2.4~10	6.5	0.0067	0.0067
		空白基质	0.25	6.9~20	9.8	0.099	0.099
		实际土壤		5.4~15	11	0.056	0.056
		实际沉积物		4.2~9.8	6.6	0.033	0.033
		空白基质	1.0	4.2~11	6.6	0.11	0.13
		实际土壤		4.1~6.0	5.1	0.087	0.087
		实际沉积物		2.9~6.3	4.5	0.078	0.078
4	BB-10	空白基质	0.05	2.5~22	12	0.010	0.0102
		实际土壤		6.2~13	9.9	0.0086	0.0086
		实际沉积物		6.9~12	9.3	0.0079	0.0084
		空白基质	0.25	6.6~13	11	0.082	0.082
		实际土壤		9.8~13	11	0.057	0.057
		实际沉积物		6.6~14	9.8	0.043	0.043
		空白基质	1.0	5.1~12	7.0	0.11	0.12
		实际土壤		1.3~4.8	3.5	0.049	0.052
		实际沉积物		2.4~6.1	4.4	0.068	0.068

续表

序号	化合物名称	介质	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	实验室内相 对标准偏差 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
5	BB-15	空白基质	0.05	13~28	19	0.021	0.021
		实际土壤		4.5~14	11	0.012	0.013
		实际沉积物		6.4~14	9.6	0.011	0.011
		空白基质	0.25	4.1~12	6.1	0.10	0.11
		实际土壤		6.3~17	13	0.070	0.073
		实际沉积物		3.2~7.6	5.3	0.029	0.031
		空白基质	1.0	8.1~10	8.9	0.18	0.23
		实际土壤		3.5~6.4	4.7	0.085	0.085
		实际沉积物		4.9~7.2	5.8	0.12	0.12
6	BB-30	空白基质	0.05	2.4~22	11	0.017	0.017
		实际土壤		2.8~17	10	0.017	0.017
		实际沉积物		2.5~11	8.3	0.013	0.013
		空白基质	0.25	4.0~9.6	5.4	0.13	0.15
		实际土壤		4.1~19	11	0.080	0.084
		实际沉积物		1.4~8.3	6.1	0.044	0.047
		空白基质	1.0	1.8~6.7	5.3	0.15	0.42
		实际土壤		1.7~3.5	2.7	0.074	0.074
		实际沉积物		2.3~4.1	3.5	0.094	0.094
7	BB-49	空白基质	0.1	4.0~17	10	0.034	0.034
		实际土壤		6.9~14	10	0.033	0.034
		实际沉积物		2.1~12	8.0	0.024	0.025
		空白基质	0.5	2.1~11	5.6	0.15	0.34
		实际土壤		7.3~14	9.6	0.16	0.16
		实际沉积物		4.0~7.8	6.7	0.10	0.10
		空白基质	2.0	2.6~9.2	6.2	0.38	0.38
		实际土壤		3.3~5.3	4.4	0.26	0.26
		实际沉积物		2.5~4.9	4.1	0.21	0.24
8	BB-52	空白基质	0.1	4.9~14	8.7	0.026	0.027
		实际土壤		2.8~17	11	0.034	0.037
		实际沉积物		6.9~15	11	0.034	0.034
		空白基质	0.5	2.9~8.9	5.3	0.14	0.14
		实际土壤		6.2~15	10	0.16	0.16
		实际沉积物		3.2~8.4	6.2	0.085	0.091
		空白基质	2.0	5.2~13	7.9	0.46	0.46
		实际土壤		1.9~5.3	4.2	0.25	0.25
		实际沉积物		1.5~6.7	4.0	0.23	0.23
9	BB-77	空白基质	0.1	3.1~10	9.4	0.019	0.027
		实际土壤		3.9~19	11	0.034	0.034
		实际沉积物		3.4~12	8.1	0.027	0.027
		空白基质	0.5	1.4~20	9.6	0.17	0.17
		实际土壤		5.6~15	10	0.15	0.15
		实际沉积物		3.3~11	6.2	0.088	0.088
		空白基质	2.0	16~21	18	1.0	1.01
		实际土壤		14~18	15	0.85	0.85
		实际沉积物		3.1~6.1	4.8	0.27	0.27

续表

序号	化合物名称	介质	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	实验室内相 对标准偏差 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
10	BB-101	空白基质	0.1	3.4~20	11	0.031	0.031
		实际土壤		6.8~17	13	0.040	0.040
		实际沉积物		4.0~12	7.9	0.025	0.025
		空白基质	0.5	4.2~12	5.9	0.15	0.15
		实际土壤		6.2~15	12	0.15	0.18
		实际沉积物		4.6~8.6	6.9	0.097	0.098
		空白基质	2.0	5.8~12	8.2	0.48	0.48
		实际土壤		2.8~5.1	3.6	0.21	0.21
		实际沉积物		2.4~4.1	3.1	0.18	0.18
11	BB-103	空白基质	0.1	3.7~9.8	9.3	0.021	0.027
		实际土壤		5.7~12.9	10	0.031	0.031
		实际沉积物		3.1~13	7.3	0.021	0.021
		空白基质	0.5	2.5~10	4.4	0.13	0.13
		实际土壤		6.0~18.2	11	0.15	0.16
		实际沉积物		4.2~5.9	4.8	0.067	0.067
		空白基质	2.0	9.2~13	9.8	0.53	0.53
		实际土壤		2.6~6.6	5.0	0.26	0.26
		实际沉积物		3.4~6.3	4.6	0.25	0.25
12	BB-153	空白基质	0.1	2.9~20	13	0.038	0.038
		实际土壤		4.1~10	7.6	0.035	0.035
		实际沉积物		3.2~14	9.0	0.026	0.029
		空白基质	0.5	2.4~13	5.9	0.15	0.15
		实际土壤		7.1~10	10	0.14	0.16
		实际沉积物		5.0~7.1	6.3	0.088	0.095
		空白基质	2.0	4.8~11	7.1	0.41	0.41
		实际土壤		3.5~5.6	4.6	0.26	0.26
		实际沉积物		2.8~7.1	4.6	0.26	0.26
13	BB-154	空白基质	0.1	3.3~20	12	0.033	0.034
		实际土壤		6.5~17	17	0.038	0.061
		实际沉积物		4.0~13	8.5	0.028	0.028
		空白基质	0.5	2.0~16	6.6	0.15	0.15
		实际土壤		5.5~16.1	12	0.15	0.19
		实际沉积物		2.7~8.0	6.3	0.093	0.093
		空白基质	2.0	4.0~7.2	5.6	0.30	0.30
		实际土壤		3.9~5.7	4.3	0.24	0.24
		实际沉积物		3.3~4.5	3.5	0.20	0.20
14	BB-156	空白基质	0.1	4.3~17	9.9	0.022	0.023
		实际土壤		3.9~17	12	0.026	0.028
		实际沉积物		4.4~14	9.7	0.021	0.022
		空白基质	0.5	2.3~10	8.0	0.12	0.18
		实际土壤		7.1~13	11	0.12	0.13
		实际沉积物		4.4~6.9	6.2	0.075	0.089
		空白基质	2.0	9.9~13	11	0.44	0.71
		实际土壤		5.5~8.7	6.7	0.27	0.27
		实际沉积物		2.7~6.6	4.6	0.18	0.18



续表

序号	化合物名称	介质	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	实验室内相 对标准偏差 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
15	BB-169	空白基质	0.1	2.1~19	11	0.020	0.022
		实际土壤		3.2~16	10	0.024	0.024
		实际沉积物		3.3~10	8.0	0.018	0.018
		空白基质	0.5	4.7~17	8.6	0.12	0.12
		实际土壤		1.7~13	9.5	0.10	0.10
		实际沉积物		2.3~9.4	6.2	0.069	0.069
		空白基质	2.0	17~20	17	0.57	0.59
		实际土壤		3.0~5.2	4.0	0.15	0.15
		实际沉积物		5.4~7.0	6.1	0.23	0.23
16	BB-180	空白基质	0.1	4.9~25	12	0.025	0.025
		实际土壤		2.8~16	10	0.021	0.022
		实际沉积物		2.4~8.4	6.4	0.012	0.014
		空白基质	0.5	5.1~10	7.6	0.11	0.11
		实际土壤		6.0~18	12	0.12	0.12
		实际沉积物		3.9~8.4	6.4	0.062	0.062
		空白基质	2.0	7.9~11	9.0	0.33	0.33
		实际土壤		6.9~11	8.7	0.31	0.31
		实际沉积物		3.6~8.1	6.0	0.21	0.21
17	BB-194	空白基质	0.1	2.3~17	11	0.032	0.032
		实际土壤		4.6~16	11	0.028	0.032
		实际沉积物		3.8~10	7.7	0.022	0.023
		空白基质	0.5	2.9~7.5	4.9	0.13	0.20
		实际土壤		2.9~12	8.2	0.12	0.12
		实际沉积物		1.9~8.5	6.5	0.086	0.091
		空白基质	2.0	4.6~9.0	6.7	0.35	0.73
		实际土壤		4.0~6.0	4.7	0.24	0.24
		实际沉积物		3.2~4.2	3.9	0.19	0.20
18	BB-205	空白基质	0.1	4.3~11	10	0.018	0.021
		实际土壤		3.0~20	11	0.026	0.026
		实际沉积物		2.3~11	7.5	0.018	0.018
		空白基质	0.5	2.8~12	5.4	0.11	0.14
		实际土壤		6.7~15	11	0.13	0.13
		实际沉积物		3.6~6.5	5.4	0.057	0.062
		空白基质	2.0	7.3~12	9.3	0.39	0.51
		实际土壤		5.1~6.7	5.9	0.27	0.27
		实际沉积物		3.4~8.9	6.2	0.26	0.26
19	BB-206	空白基质	0.25	3.6~18	10	0.13	0.13
		实际土壤		4.1~18	12	0.12	0.14
		实际沉积物		2.4~7.0	6.1	0.058	0.076
		空白基质	1.25	2.9~10	6.2	0.40	0.40
		实际土壤		3.5~11	7.9	0.47	0.47
		实际沉积物		4.4~12	7.7	0.42	0.42
		空白基质	5.0	2.7~7.5	4.8	1.1	1.1
		实际土壤		2.9~4.7	3.9	0.85	0.85
		实际沉积物		2.6~5.4	3.8	0.80	0.80

续表

序号	化合物名称	介质	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	实验室内相 对标准偏差 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
20	BB-209	空白基质	0.25	5.5~19	10	0.079	0.15
		实际土壤		4.0~18	10	0.081	0.081
		实际沉积物		6.0~14	9.4	0.075	0.075
		空白基质	1.25	3.2~9.2	6.9	0.26	0.99
		实际土壤		5.1~16	11	0.41	0.42
		实际沉积物		4.4~8.9	6.8	0.24	0.24
		空白基质	5.0	3.2~9.4	5.6	0.78	0.78
		实际土壤		2.6~5.8	4.0	0.54	0.54
		实际沉积物		1.7~4.9	3.8	0.47	0.50

### 6.4.3 方法准确度

六家实验室分别对三个浓度水平的空白加标样品、实际土壤加标样品、实际沉积物加标样品进行6次重复测定，空白基质三水平加标回收率为52.6%±1.0%~181%±10.2%，土壤实际样品三水平加标回收率为51.0%±2.7%~172%±24.0%，沉积物实际样品三水平加标回收率为51.2%±1.5%~173±16.2%，见表6-4。

表 6-4 方法准确度汇总表

序号	化合物名称	介质	加标浓度 (μg/kg)	加标回收率范围 P (%)	$\bar{P}/\%$	$S_{\bar{P}}/\%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
1	BB-1	空白基质	0.05	50.8~57.6	53.3	3.1	53.3±6.2
		实际土壤		57.7~64.6	60.8	2.9	60.8±5.8
		实际沉积物		50.5~55.9	53.0	1.8	53.0±3.6
		空白基质	0.25	51.4~62.6	56.9	4.1	56.8±8.2
		实际土壤		52.5~63.7	56.9	3.7	56.9±7.4
		实际沉积物		50.6~52.6	51.3	0.75	51.2±1.5
		空白基质	1.0	50.9~55.1	53.5	1.6	53.5±3.2
		实际土壤		40.4~59.8	51.3	6.2	51.3±13.4
		实际沉积物		59.1~60.5	60.0	0.50	60.0±1.0
2	BB-2	空白基质	0.05	62.4~76.1	68.7	4.4	68.6±8.8
		实际土壤		65.6~72.9	69.1	3.1	69.1±6.2
		实际沉积物		67.4~74.8	70.8	2.9	70.8±5.8
		空白基质	0.25	67.5~69.6	68.3	0.83	68.3±1.66
		实际土壤		58.5~65.7	62.5	2.6	62.5±5.2
		实际沉积物		73.2~77.5	75.7	1.8	75.6±3.6
		空白基质	1.0	52.1~53.3	52.6	0.48	52.6±1.0
		实际土壤		50.2~53.7	51.0	1.3	51.0±2.7
		实际沉积物		50.1~52.9	51.3	0.90	51.3±1.8
3	BB-9	空白基质	0.05	68.9~73.5	71.1	1.6	71.1±3.2
		实际土壤		61.2~67.9	64.2	2.7	64.1±5.4
		实际沉积物		68.8~72.3	70.7	1.3	70.6±2.6
		空白基质	0.25	67.2~70.1	68.7	1.2	68.6±2.4
		实际土壤		68.3~76.7	71.7	3.0	71.7±6.0
		实际沉积物		67.8~71.5	69.8	1.3	69.8±2.6
		空白基质	1.0	56.2~59.5	58.3	1.2	58.3±2.4
		实际土壤		57.7~60.2	58.9	1.0	58.9±2.0
		实际沉积物		57.3~58.8	57.9	0.56	57.9±1.12
4	BB-10	空白基质	0.05	60.9~65.7	62.8	1.7	62.8±3.4
		实际土壤		59.6~65.4	62.1	2.5	62.1±5.0
		实际沉积物		58.3~66.6	63.6	3.1	63.6±6.2
		空白基质	0.25	59.5~66.4	61.7	2.4	61.7±4.8
		实际土壤		64.9~69.5	67.9	1.7	67.9±3.4
		实际沉积物		58.5~63.7	60.2	1.8	60.2±3.6
		空白基质	1.0	53.4~55.0	54.1	0.59	54.1±1.18
		实际土壤		51.1~53.7	52.7	1.0	52.7±2.0
		实际沉积物		53.4~55.8	54.7	0.80	54.6±1.6

续表

序号	化合物名称	介质	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率范围 $P$ (%)	$\bar{P}$ /%	$S_{\bar{P}}$ /%	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ /%
5	BB-15	空白基质	0.05	79.9~89.6	84.5	3.7	84.5 $\pm$ 7.4
		实际土壤		79.4~91.6	83.8	4.2	83.8 $\pm$ 8.4
		实际沉积物		77.9~85.1	82.1	2.4	82.1 $\pm$ 4.8
		空白基质	0.25	77.5~81.3	80.0	1.4	80.0 $\pm$ 2.8
		实际土壤		75.9~90.9	82.0	5.1	82.0 $\pm$ 10.2
		实际沉积物		80.1~86.3	82.1	2.3	82.1 $\pm$ 4.6
		空白基质	1.0	66.1~68.9	67.2	1.0	67.2 $\pm$ 2.0
		实际土壤		60.4~62.1	61.3	0.74	61.2 $\pm$ 1.48
		实际沉积物		66.0~67.6	66.8	0.57	66.8 $\pm$ 1.14
6	BB-30	空白基质	0.05	112~124	118	3.9	118 $\pm$ 7.8
		实际土壤		112~118	115	2.1	115 $\pm$ 4.2
		实际沉积物		105~115	113	3.9	113 $\pm$ 7.8
		空白基质	0.25	107~113	110	2.2	110 $\pm$ 4.4
		实际土壤		98.3~114	107	5.9	107 $\pm$ 11.8
		实际沉积物		105~113	109	3.7	109 $\pm$ 7.4
		空白基质	1.0	98.5~104	101	2.0	101 $\pm$ 4.0
		实际土壤		96.0~98.6	97.3	1.1	97.2 $\pm$ 2.2
		实际沉积物		92.8~95.9	94.0	1.0	94.0 $\pm$ 2.10
7	BB-49	空白基质	0.1	114~120	116	2.3	116 $\pm$ 4.6
		实际土壤		113~128	119	5.4	119 $\pm$ 10.8
		实际沉积物		104~114	111	3.8	111 $\pm$ 7.6
		空白基质	0.5	103~112	110	3.4	110 $\pm$ 6.8
		实际土壤		112~123	116	4.0	116 $\pm$ 8.0
		实际沉积物		108~116	112	3.3	112 $\pm$ 6.6
		空白基质	2.0	100~103	102	1.0	102 $\pm$ 2.0
		实际土壤		101~104	102	1.4	102 $\pm$ 2.7
		实际沉积物		97.6~104	101	2.6	101 $\pm$ 5.2
8	BB-52	空白基质	0.1	110~121	114	4.5	114 $\pm$ 9.0
		实际土壤		107~124	115	7.0	115 $\pm$ 14
		实际沉积物		104~118	111	5.0	111 $\pm$ 10
		空白基质	0.5	103~111	106	3.4	106 $\pm$ 6.7
		实际土壤		107~121	112	5.0	112 $\pm$ 10
		实际沉积物		99.2~108	104	3.3	104 $\pm$ 6.6
		空白基质	2.0	97.3~102	98.9	1.7	98.9 $\pm$ 3.4
		实际土壤		101~103	102	1.0	102 $\pm$ 2.0
		实际沉积物		96.0~100	98.4	1.4	98.3 $\pm$ 2.7
9	BB-77	空白基质	0.1	107~125	114	7.5	114 $\pm$ 15
		实际土壤		104~117	110	4.8	110 $\pm$ 9.5
		实际沉积物		111~116	113	1.9	113 $\pm$ 3.8
		空白基质	0.5	95.7~99.6	98.0	1.3	98.0 $\pm$ 2.6
		实际土壤		96.8~107	104	3.7	104 $\pm$ 7.4
		实际沉积物		99.7~107	102	2.6	102 $\pm$ 5.2
		空白基质	2.0	90.4~95.5	93.4	1.7	93.4 $\pm$ 3.4
		实际土壤		92.1~95.1	93.3	1.1	93.3 $\pm$ 2.2
		实际沉积物		96.1~100	98.6	1.4	98.6 $\pm$ 2.8

续表

序号	化合物名称	介质	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率范围 $P$ (%)	$\bar{P}$ /%	$S_{\bar{P}}$ /%	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ /%
10	BB-101	空白基质	0.1	105~111	108	2.2	108 $\pm$ 4.4
		实际土壤		104~117	109	4.6	109 $\pm$ 9.2
		实际沉积物		103~107	106	1.6	106 $\pm$ 3.2
		空白基质	0.5	98.0~103	101	1.7	101 $\pm$ 3.4
		实际土壤		96.0~120	106	8.1	106 $\pm$ 16.2
		实际沉积物		98.0~106	102	3.1	102 $\pm$ 6.2
		空白基质	2.0	95.6~99.0	97.7	1.3	97.7 $\pm$ 2.6
		实际土壤		98.4~101	100	1.0	100 $\pm$ 2.0
		实际沉积物		99.0~101	100	0.81	100 $\pm$ 1.62
11	BB-103	空白基质	0.1	101~119	105	6.9	105 $\pm$ 13.8
		实际土壤		104~115	108	4.0	108 $\pm$ 8.0
		实际沉积物		99.0~106	103	2.8	103 $\pm$ 5.6
		空白基质	0.5	96.5~99.7	98.2	1.2	98.2 $\pm$ 2.4
		实际土壤		90.0~109	100	6.3	100 $\pm$ 12.6
		实际沉积物		93.9~97.8	96.0	1.7	95.9 $\pm$ 3.4
		空白基质	2.0	89.5~91.4	90.5	0.74	90.4 $\pm$ 1.48
		实际土壤		86.1~89.5	87.6	1.3	87.6 $\pm$ 2.6
		实际沉积物		93.3~96.5	94.7	1.3	94.7 $\pm$ 2.6
12	BB-153	空白基质	0.1	110~125	117	5.9	117 $\pm$ 11.8
		实际土壤		109~119	115	3.7	115 $\pm$ 7.4
		实际沉积物		106~123	113	5.9	113 $\pm$ 11.8
		空白基质	0.5	106~112	109	2.3	109 $\pm$ 4.6
		实际土壤		105~119	108	5.4	108 $\pm$ 10.8
		实际沉积物		100~111	106	3.7	106 $\pm$ 7.4
		空白基质	2.0	95.1~98.6	96.8	1.4	96.7 $\pm$ 2.8
		实际土壤		95.4~100	97.4	1.7	97.4 $\pm$ 3.4
		实际沉积物		95.6~98.1	97.4	0.94	97.4 $\pm$ 1.88
13	BB-154	空白基质	0.1	107~122	111	5.5	111 $\pm$ 11
		实际土壤		113~122	116	3.4	116 $\pm$ 6.8
		实际沉积物		109~118	113	3.3	113 $\pm$ 6.6
		空白基质	0.5	102~105	104	1.0	104 $\pm$ 2.0
		实际土壤		95.4~121	107	8.5	107 $\pm$ 17
		实际沉积物		99.5~104	101	1.7	101 $\pm$ 3.4
		空白基质	2.0	91.4~96.2	93.4	1.7	93.4 $\pm$ 3.4
		实际土壤		93.5~95.2	94.2	0.72	94.2 $\pm$ 1.44
		实际沉积物		94.1~95.3	94.8	0.44	94.7 $\pm$ 0.88
14	BB-156	空白基质	0.1	78.7~87.4	82.9	3.7	82.9 $\pm$ 7.4
		实际土壤		82.6~94.6	85.9	4.8	85.8 $\pm$ 9.6
		实际沉积物		76.0~84.5	80.0	3.4	80.0 $\pm$ 6.8
		空白基质	0.5	75.0~77.2	76.5	0.9	76.4 $\pm$ 1.8
		实际土壤		81.5~95.4	85.1	5.4	85.1 $\pm$ 10.8
		实际沉积物		96.4~106	102	4.0	102 $\pm$ 8.0
		空白基质	2.0	67.3~69.1	68.4	0.80	68.4 $\pm$ 1.6
		实际土壤		67.8~69.9	68.8	0.74	68.8 $\pm$ 1.48
		实际沉积物		68.9~72.1	71.2	1.2	71.1 $\pm$ 2.4

续表

序号	化合物名称	介质	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率范围 $P$ (%)	$\bar{P}$ /%	$S_{\bar{P}}$ /%	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ /%
15	BB-169	空白基质	0.1	74.8~86.5	78.3	4.4	78.3±8.8
		实际土壤		75.4~81.1	77.6	2.1	77.6±4.2
		实际沉积物		72.6~76.7	75.5	1.6	75.5±3.2
		空白基质	0.5	74.3~79.9	76.2	2.1	76.1±4.1
		实际土壤		73.1~82.7	77.3	3.3	77.3±6.6
		实际沉积物		76.3~80.8	78.5	1.9	78.4±3.8
		空白基质	2.0	55.7~58.4	56.7	1.0	56.7±2.0
		实际土壤		60.8~61.8	61.5	0.35	61.5±0.7
实际沉积物	61.2~62.5	62.0		0.49	62.0±0.98		
16	BB-180	空白基质	0.1	75.0~83.9	77.7	3.3	77.7±6.6
		实际土壤		74.2~83.3	76.5	3.5	76.5±7.0
		实际沉积物		73.1~80.3	75.3	2.8	75.3±5.6
		空白基质	0.5	68.4~71.3	69.7	0.93	69.7±1.86
		实际土壤		69.4~76.2	71.8	2.4	71.7±4.8
		实际沉积物		66.3~69.7	67.9	1.5	67.9±3.0
		空白基质	2.0	58.8~60.6	59.9	0.64	59.8±1.28
		实际土壤		58.1~59.8	58.8	0.69	58.8±1.38
实际沉积物	59.0~61.6	60.3		0.87	60.3±1.74		
17	BB-194	空白基质	0.1	103~113	106	3.8	106±7.6
		实际土壤		99.3~120	106	7.3	106±14.6
		实际沉积物		98.5~111	105	4.4	105±8.8
		空白基质	0.5	92.1~100	97.5	2.8	97.4±5.6
		实际土壤		98.1~105	101	2.8	101±5.6
		实际沉积物		94.3~103	99.1	3.2	99.1±6.4
		空白基质	2.0	87.4~91.8	88.7	1.7	88.7±3.4
		实际土壤		85.4~88.9	87.5	1.3	87.5±2.6
实际沉积物	88.4~92.6	90.6		1.7	90.5±3.4		
18	BB-205	空白基质	0.1	75.7~89.8	81.8	4.6	81.7±9.2
		实际土壤		77.5~85.1	80.4	2.8	80.3±5.6
		实际沉积物		78.5~81.9	80.1	1.2	80.1±2.4
		空白基质	0.5	79.1~81.5	80.3	0.93	80.3±1.86
		实际土壤		82.6~92.5	85.8	3.7	85.7±7.4
		实际沉积物		77.8~83.4	79.9	2.3	79.8±4.6
		空白基质	2.0	69.4~74.5	71.8	1.7	71.7±3.4
		实际土壤		76.8~79.4	78.2	1.2	78.2±2.4
实际沉积物	69.7~72.7	70.8		1.0	70.8±2.0		
19	BB-206	空白基质	0.25	171~185	181	5.1	181±10.2
		实际土壤		150~186	172	12	172±24.0
		实际沉积物		160~181	173	7.9	173±15.8
		空白基质	1.25	168~173	171	2.0	171±4.0
		实际土壤		159~170	165	3.9	165±7.8
		实际沉积物		147~157	154	3.9	154±7.8
		空白基质	5.0	153~156	155	1.0	155±2.0
		实际土壤		150~155	153	2.1	153±4.2
实际沉积物	142~145	143		1.0	143±2.0		

续表

序号	化合物名称	介质	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率范围 $P$ (%)	$\bar{P}$ /%	$S_p$ /%	$\bar{P} \pm 2S_p$ /%
20	BB-209	空白基质	0.25	108~113	110	1.6	110 $\pm$ 3.2
		实际土壤		105~118	112	4.2	112 $\pm$ 8.4
		实际沉积物		105~111	109	2.3	109 $\pm$ 4.6
		空白基质	1.25	100~111	103	4.0	103 $\pm$ 8.0
		实际土壤		102~115	108	5.3	108 $\pm$ 10.6
		实际沉积物		98.1~105	101	2.5	101 $\pm$ 5.0
		空白基质	5.0	91.1~93.8	92.7	1.0	92.7 $\pm$ 2.0
		实际土壤		92.7~96.4	94.5	1.4	94.5 $\pm$ 2.8
		实际沉积物		91.5~96.5	93.7	1.9	93.7 $\pm$ 3.8

方法验证实验数据及相关问题见附《方法验证报告》。

## 7 与开题报告的差异说明

本方法任务下达时名称为《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 气相色谱-质谱法》。2017 年月，本方法在北京召开了开题论证会议，专家建议将标准名称改为《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》。

## 8 参考文献

- [1] 刘国瑞, 李丽, 孙素芳, 等. 多溴联苯的污染来源、分析方法和环境污染特征[J]. 化学进展, 2014, 1(8):1434-1444.
- [2] 余彬彬, 方铖, 饶钦全, 等. 气相色谱质谱法分析土壤中多溴联苯和多溴联苯醚类化合物[J]. 分析化学, 2011, 39(6):833-838.
- [3] 王丽琴, 蒋京鑫, 柯桢. 气相色谱-质谱联用仪测定电子产品中多溴联苯和多溴联苯醚[J]. 分析仪器, 2009, 2:21-24.
- [4] 周相娟, 赵玉琪, 常宇文, 等. 凝胶渗透色谱净化-GC-MS 测定食品包装印刷油墨中多溴联苯及多溴联苯醚[J]. 现代仪器, 2007, 6:29-32.
- [5] 赖莺, 王鸿辉, 蔡鹭欣, et al. 高效液相色谱法测定电子电气产品中多溴联苯和多溴联苯醚[J]. 理化检验(化学分册), 2012(12):64-67.
- [6] 涂逢樟, 林竹光, 姚辉梅, 等. 气相色谱-负离子化学源-质谱法分析禽蛋食品中 10 种多溴联苯和多溴联苯醚残留[J]. 分析试验室. 2010, 29(8):18-23.
- [7] Adgent M A, Hoffman K, Goldman B D, et al. Brominated Flame Retardants in Breast Milk and Behavioural and Cognitive Development at 36 Months[J]. Paediatric and Perinatal EPidemiology, 2014, 28(1):48-57.
- [8] Wang M S, Chen S J, Huang K L, et al. Determination of levels of persistent organic pollutants (PCDD/Fs, PBDD/Fs, PBDEs, PCBs, and PBBs) in atmosphere near a municipal solid waste incinerator[J]. Chemosphere, 2010, 80(10):1220-1226.

- [9] Shin S K, Kim T S, Hwang S Y, et al. Method for the Analysis of Polybrominated Biphenyls(PBBs) in Environmental Samples[J].Analytical science & technology, 2002, 15(3):300-316.
- [10] 中华人民共和国生态环境部. 土壤和沉积物 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法: HJ 77.4-2008 [S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2009.
- [11] 中华人民共和国生态环境部.土壤和沉积物 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法: HJ 743-2015 [S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2015.
- [12] 美国环保署, Brominated Diphenyl Ethers in Water, Soil, Sediment, and Tissue by HRGC/HRMS: EPA Method 1614A [S]. 美国, 2010.
- [13] 国际电工委员会, Determination of certain substances in electrotechnical products-Part 6: Polybrominated Biphenyls and polybrominated diphenyl ethers in polymers by gas chromatography-mass spectrometry(GC-MS): IEC 62321-6:2015[S]. 日内瓦, 2015.
- [14] 美国环保署, Analysis for Polybrominated Biphenyls(PBBs) in environmental samples: EPA 560/13-79-001[S]. 美国, 1978.
- [15] 美国环保署, A survey of Polybrominated Biphenyls(PBBs) near sites of manufacture and use in northeastern New jersey: EPA 560/13-79-002[S]. 美国, 1977.
- [16] 美国环保署, Sampling and analysis of selected toxic substances Task 1: Polybrominated Biphenyls in air and soil at user sites: EPA 560/13-80-005[S]. 美国, 1980.
- [17] 美国环保署, Analysis of a series of samles for Polybrominated Biphenyls: EPA 560/6-77-020[S]. 美国, 1977.
- [18] 中华人民共和国生态环境部, 水质 多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法: HJ 909-2017[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2017.
- [19] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 橡胶制品 多溴联苯和多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法: GB/T 29610-2013[S]. 北京: 中国标准出版社, 2013.
- [20] 全国电工电子产品与系统的环境标准化技术委员会, 电子电气产品 六种限用物质(铅、汞、镉、六价铬、多溴联苯和多溴二苯醚)的测定: GB/T 26125-2011[S]. 北京: 中国标准出版社, 2011.
- [21] 全国染料标准化技术委员会, 纺织染整助剂中有害物质的测定 第1部分: 多溴联苯和多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法: GB/T 29493.1-2013[S]. 北京: 中国标准出版社, 2013.
- [22] 美国环保署, RSLs (2018), Regional Screening Levels for Chemical Contaminants at Superfund Sites[EB/OL]. (2018-03-18)[2018-06-23]. <https://www.epa.gov/risk/regional-screening-levels-rsls>.



附

# 方法验证报告

方法名称：土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法

项目承担单位：浙江省环境监测中心

验证单位：台州市环境监测中心站、宁波市环境监测中心、湖北省环境监测中心站、泰州市环境监测中心站、重庆市生态环境监测中心、浙江大学热能工程研究所二噁英实验室

项目负责人及职称：朱国华（高级工程师）

通讯地址及电话：杭州市学院路 117 号 电话：0571-88975391

报告编写人及职称：朱国华（高级工程师）

报告日期：2018 年 04 月 12 日

## 1 原始测试数据

本方法的六家验证实验室依次为：实验室编号1-台州市环境监测中心站，实验室编号2-宁波市环境监测中心，实验室编号3-湖北省环境监测中心站，实验室编号4-泰州市环境监测中心站，实验室编号5-重庆市生态环境监测中心，实验室编号6-浙江大学热能工程研究所二噁英实验室。对《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》方法验证的结果进行汇总及统计分析。

### 1.1 实验室基本情况

附表 1-1 参加验证的人员情况登记表

序号	姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	参加分析工作年份	单位
1	饶钦全	男	34	工程师	有机化学	9	台州市环境监测中心站
	王 晖	男	35	工程师	有机化学	9	
	蔡卫义	男	30	助工	生物工程	8	
2	李申杰	男	39	高级工程师	分析化学	11	宁波市环境监测中心
	陈荣枫	男	30	工程师	环境科学	4	
	薛令楠	男	27	工程师	环境工程	1	
3	郭 丽	女	37	高级工程师	环境科学	10	湖北省环境监测中心站
	朱小琴	女	29	助工	环境科学	3	
	朱季红	女	28	助工	分析化学	2	
	帅清昱	女	29	助工	环境工程	3	
4	杨文武	男	39	高级工程师	环境监测	16	泰州市环境监测中心站
	毛 慧	女	31	高级工程师	物理化学	10	
	苏文鹏	男	30	工程师	制浆造纸工程	4	
5	郭志顺	男	37	高级工程师	环境科学	13	重庆市生态环境监测中心
	易 盼	男	26	助工	应用化学	5	
	唐思羽	女	24	助工	应用化学	4	
6	陈 彤	女	46	副教授	环境工程	15	浙江大学热能工程研究所二噁英实验室
	王宇春	男	32	工程师	环境工程	10	
	陈 贝	女	28	工程师	分析化学	2	
	陈淋淋	女	48	初级	化学	18	

附表 1-2 使用仪器情况登记表

单 位	仪器名称	规格型号	仪器编号	性能状况
台州市环境监测中心 站	高分辨气相色谱- 高分辨质谱仪	DFS	SN03198M	正常
宁波市环境监测中心	高分辨气相色谱- 高分辨质谱仪	Autospec Premier	P743	良好, 检定合格
湖北省环境监测中心 站	高分辨气相色谱- 高分辨质谱仪	AutoSpec Premier	/	良好
泰州市环境监测中心 站	高分辨气相色谱- 高分辨质谱仪	DFS	/	良好
重庆市生态环境监测 中心	高分辨气相色谱- 高分辨质谱仪	AutoSpec Premier	/	良好, 检定合格
浙江大学热能工程研 究所二噁英实验室热 能工程研究所二噁英 实验室	高分辨气相色谱- 高分辨质谱仪	JMS-800D	/	正常

附表 1-3 使用试剂及溶剂登记表

名称	厂家、规格	纯化处理方法	备注
甲苯	JTBaker、天地, 农残级	/	/
二氯甲烷	JTBaker、天地, 农残级	/	/
正己烷	JTBaker、天地, 农残级	/	/
丙酮	JTBaker、天地, 农残级	/	/
浓硫酸	JTBaker、天地, 农残级	/	/
硅胶	默克、日本和光、日本关东化学, 色谱纯	/	/
无水硫酸钠	默克、上海四有, 分析纯	高温焙烧	/
超纯水	Millipore 纯水机出水	/	/

## 1.2 方法检出限 (MDL)、测定下限 (RQL) 测试数据

按照HJ 168-2010的检出限确定方法, 六家实验室参照验证方案测定《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》中目标化合物的检出限, 测试数据见附表1-2-1至1-2-6。

附表 1-2-1 台州市环境监测中心站方法检出限、测定下限测试数据表

多溴联苯	BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209	
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.033	0.036	0.034	0.031	0.042	0.058	0.12	0.12	0.12	0.10	0.11	0.13	0.12	0.08	0.07	0.07	0.11	0.09	0.44	0.31
	2	0.025	0.033	0.038	0.030	0.047	0.056	0.12	0.11	0.11	0.11	0.11	0.12	0.12	0.09	0.07	0.08	0.11	0.09	0.45	0.29
	3	0.023	0.030	0.035	0.030	0.044	0.055	0.12	0.11	0.11	0.12	0.11	0.11	0.11	0.09	0.08	0.07	0.10	0.07	0.46	0.26
	4	0.022	0.032	0.037	0.030	0.043	0.058	0.11	0.10	0.11	0.11	0.11	0.12	0.12	0.09	0.07	0.08	0.11	0.08	0.45	0.26
	5	0.026	0.036	0.039	0.035	0.031	0.057	0.11	0.11	0.11	0.09	0.10	0.10	0.10	0.08	0.07	0.07	0.09	0.08	0.45	0.28
	6	0.025	0.034	0.036	0.031	0.045	0.057	0.10	0.11	0.10	0.11	0.09	0.11	0.10	0.08	0.07	0.08	0.10	0.08	0.45	0.28
	7	0.024	0.032	0.037	0.033	0.041	0.059	0.12	0.12	0.10	0.11	0.09	0.12	0.11	0.08	0.07	0.08	0.10	0.09	0.47	0.28
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.025	0.033	0.037	0.031	0.042	0.057	0.12	0.11	0.11	0.11	0.10	0.12	0.11	0.08	0.07	0.08	0.10	0.08	0.45	0.28	
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.004	0.002	0.002	0.002	0.005	0.001	0.008	0.005	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	0.005	0.001	0.006	0.006	0.005	0.011	0.018	
$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.01	0.01	0.01	0.01	0.02	0.004	0.02	0.01	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.01	0.005	0.02	0.02	0.01	0.03	0.06	
测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.04	0.04	0.04	0.04	0.08	0.016	0.08	0.04	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.04	0.02	0.08	0.08	0.04	0.12	0.24	

附表 1-2-2 宁波市环境监测中心方法检出限、测定下限测试数据表

多溴联苯	BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209	
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.034	0.039	0.035	0.030	0.045	0.059	0.13	0.12	0.12	0.11	0.11	0.12	0.11	0.09	0.08	0.07	0.11	0.09	0.44	0.31
	2	0.024	0.032	0.035	0.030	0.042	0.060	0.12	0.12	0.12	0.10	0.11	0.12	0.11	0.09	0.08	0.08	0.10	0.08	0.45	0.27
	3	0.023	0.032	0.034	0.030	0.044	0.055	0.12	0.10	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.08	0.08	0.07	0.10	0.08	0.42	0.26
	4	0.020	0.030	0.035	0.030	0.048	0.057	0.12	0.11	0.10	0.11	0.11	0.12	0.11	0.08	0.08	0.08	0.11	0.08	0.44	0.26
	5	0.027	0.039	0.037	0.033	0.027	0.054	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.11	0.11	0.08	0.07	0.07	0.10	0.08	0.46	0.29
	6	0.022	0.031	0.037	0.030	0.042	0.058	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.08	0.08	0.08	0.11	0.08	0.49	0.26
	7	0.022	0.033	0.033	0.031	0.043	0.059	0.12	0.10	0.11	0.10	0.09	0.10	0.11	0.07	0.07	0.08	0.10	0.08	0.49	0.27
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.025	0.034	0.035	0.031	0.042	0.057	0.12	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.08	0.08	0.08	0.10	0.08	0.46	0.27	
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.005	0.004	0.001	0.001	0.007	0.002	0.007	0.010	0.009	0.007	0.007	0.008	0.002	0.005	0.004	0.005	0.004	0.004	0.004	0.027	0.017
t 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.01	0.01	0.004	0.004	0.02	0.01	0.02	0.03	0.03	0.02	0.02	0.02	0.01	0.01	0.01	0.02	0.01	0.01	0.08	0.05	
测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.04	0.04	0.016	0.016	0.08	0.04	0.08	0.12	0.12	0.08	0.08	0.08	0.04	0.04	0.04	0.08	0.04	0.04	0.32	0.2	

附表 1-2-3 湖北省环境监测中心站方法检出限、测定下限测试数据表

多溴联苯	BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209	
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.031	0.035	0.037	0.027	0.042	0.058	0.11	0.12	0.12	0.11	0.11	0.12	0.12	0.09	0.08	0.08	0.12	0.09	0.48	0.29
	2	0.026	0.033	0.035	0.031	0.044	0.061	0.12	0.11	0.12	0.12	0.10	0.11	0.11	0.08	0.08	0.08	0.11	0.09	0.44	0.27
	3	0.024	0.031	0.033	0.028	0.041	0.060	0.11	0.11	0.12	0.11	0.11	0.11	0.11	0.08	0.08	0.07	0.11	0.08	0.42	0.24
	4	0.020	0.032	0.033	0.033	0.044	0.063	0.12	0.11	0.11	0.11	0.11	0.12	0.11	0.08	0.08	0.07	0.10	0.07	0.44	0.25
	5	0.026	0.037	0.036	0.033	0.028	0.061	0.12	0.11	0.10	0.09	0.10	0.11	0.11	0.08	0.08	0.07	0.10	0.08	0.48	0.27
	6	0.023	0.034	0.036	0.032	0.042	0.057	0.11	0.10	0.10	0.11	0.10	0.11	0.12	0.08	0.07	0.08	0.10	0.08	0.44	0.27
	7	0.025	0.031	0.035	0.033	0.045	0.056	0.11	0.10	0.11	0.10	0.11	0.11	0.10	0.08	0.08	0.08	0.10	0.08	0.49	0.26
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.025	0.033	0.035	0.031	0.041	0.059	0.12	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.08	0.08	0.08	0.10	0.08	0.46	0.26	
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.004	0.002	0.001	0.003	0.006	0.003	0.005	0.007	0.008	0.008	0.003	0.005	0.006	0.005	0.004	0.006	0.007	0.005	0.028	0.014	
$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.01	0.01	0.005	0.01	0.02	0.01	0.01	0.02	0.03	0.03	0.01	0.02	0.02	0.02	0.01	0.02	0.02	0.02	0.02	0.09	0.05
测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.04	0.04	0.02	0.04	0.08	0.04	0.04	0.08	0.12	0.12	0.04	0.08	0.08	0.08	0.04	0.08	0.08	0.08	0.08	0.36	0.2

附表 1-2-4 泰州市环境监测中心站方法检出限、测定下限测试数据表

多溴联苯	BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209	
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.033	0.038	0.036	0.031	0.046	0.062	0.12	0.12	0.10	0.11	0.11	0.13	0.12	0.09	0.08	0.07	0.11	0.09	0.46	0.32
	2	0.027	0.032	0.034	0.030	0.048	0.057	0.12	0.12	0.11	0.11	0.10	0.12	0.12	0.08	0.07	0.08	0.11	0.08	0.49	0.26
	3	0.024	0.030	0.033	0.029	0.039	0.053	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.12	0.11	0.08	0.08	0.07	0.10	0.08	0.46	0.28
	4	0.021	0.032	0.034	0.030	0.048	0.058	0.12	0.11	0.10	0.10	0.10	0.12	0.11	0.08	0.08	0.08	0.11	0.08	0.47	0.25
	5	0.025	0.037	0.035	0.031	0.029	0.058	0.12	0.10	0.11	0.10	0.10	0.12	0.11	0.08	0.07	0.07	0.09	0.07	0.47	0.27
	6	0.025	0.032	0.034	0.033	0.042	0.055	0.10	0.11	0.10	0.11	0.10	0.11	0.11	0.08	0.07	0.08	0.10	0.09	0.45	0.29
	7	0.023	0.034	0.033	0.034	0.042	0.057	0.11	0.10	0.11	0.10	0.10	0.12	0.12	0.07	0.07	0.09	0.11	0.09	0.48	0.27
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.025	0.034	0.034	0.031	0.042	0.057	0.11	0.11	0.11	0.10	0.10	0.12	0.11	0.08	0.08	0.08	0.10	0.08	0.47	0.28	
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.004	0.003	0.001	0.002	0.007	0.003	0.007	0.008	0.005	0.005	0.005	0.005	0.006	0.005	0.003	0.007	0.006	0.007	0.014	0.022	
$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.01	0.01	0.003	0.01	0.02	0.01	0.02	0.03	0.02	0.01	0.01	0.02	0.02	0.01	0.011	0.02	0.02	0.02	0.04	0.07	
测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.04	0.04	0.012	0.04	0.08	0.04	0.08	0.12	0.08	0.04	0.04	0.08	0.08	0.04	0.044	0.08	0.08	0.08	0.16	0.28	

附表 1-2-5 重庆市生态环境监测中心方法检出限、测定下限测试数据表

多溴联苯	BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209	
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.032	0.040	0.034	0.028	0.046	0.058	0.11	0.12	0.12	0.10	0.11	0.13	0.12	0.08	0.08	0.08	0.11	0.09	0.49	0.31
	2	0.027	0.033	0.038	0.030	0.046	0.064	0.11	0.12	0.11	0.11	0.11	0.12	0.12	0.08	0.08	0.08	0.11	0.09	0.42	0.27
	3	0.024	0.029	0.035	0.028	0.042	0.053	0.12	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.09	0.08	0.08	0.11	0.08	0.45	0.25
	4	0.020	0.033	0.036	0.030	0.048	0.063	0.12	0.11	0.10	0.11	0.10	0.12	0.11	0.09	0.08	0.08	0.11	0.08	0.43	0.25
	5	0.027	0.039	0.038	0.035	0.028	0.059	0.11	0.11	0.11	0.10	0.09	0.11	0.11	0.08	0.07	0.07	0.10	0.07	0.45	0.27
	6	0.023	0.034	0.034	0.031	0.042	0.056	0.11	0.11	0.11	0.10	0.10	0.11	0.10	0.08	0.08	0.08	0.11	0.08	0.46	0.27
	7	0.022	0.032	0.033	0.034	0.046	0.054	0.11	0.11	0.10	0.10	0.10	0.11	0.12	0.08	0.08	0.08	0.10	0.08	0.46	0.28
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.025	0.034	0.035	0.031	0.043	0.058	0.11	0.11	0.11	0.10	0.10	0.12	0.11	0.08	0.08	0.08	0.11	0.08	0.45	0.27	
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.004	0.004	0.002	0.003	0.007	0.004	0.005	0.006	0.006	0.006	0.005	0.007	0.005	0.004	0.004	0.003	0.003	0.005	0.021	0.023	
$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.01	0.01	0.01	0.01	0.02	0.01	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.06	0.07
测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.04	0.04	0.04	0.04	0.08	0.04	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.24	0.28



附表 1-2-6 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室方法检出限、测定下限测试数据表

多溴联苯	BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209	
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.034	0.039	0.032	0.029	0.046	0.059	0.12	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.11	0.09	0.08	0.08	0.11	0.08	0.46	0.30
	2	0.026	0.033	0.039	0.032	0.048	0.059	0.13	0.12	0.12	0.10	0.10	0.12	0.12	0.08	0.08	0.07	0.11	0.08	0.45	0.27
	3	0.021	0.029	0.033	0.028	0.042	0.055	0.11	0.12	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.09	0.08	0.08	0.10	0.08	0.42	0.27
	4	0.020	0.029	0.034	0.031	0.048	0.056	0.12	0.11	0.11	0.10	0.10	0.12	0.10	0.09	0.07	0.08	0.10	0.08	0.44	0.25
	5	0.028	0.037	0.036	0.032	0.030	0.055	0.11	0.11	0.11	0.10	0.10	0.12	0.11	0.08	0.07	0.07	0.10	0.08	0.51	0.28
	6	0.025	0.033	0.033	0.030	0.041	0.058	0.11	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.07	0.08	0.08	0.11	0.08	0.44	0.27
	7	0.023	0.035	0.036	0.032	0.044	0.056	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.12	0.07	0.08	0.08	0.10	0.09	0.47	0.25
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.025	0.034	0.035	0.031	0.043	0.057	0.12	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.11	0.08	0.08	0.08	0.10	0.08	0.46	0.27	
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.005	0.004	0.002	0.002	0.006	0.002	0.007	0.007	0.002	0.003	0.004	0.005	0.006	0.006	0.003	0.005	0.005	0.003	0.030	0.017	
$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.01	0.01	0.01	0.01	0.02	0.01	0.02	0.02	0.01	0.01	0.01	0.02	0.02	0.02	0.01	0.02	0.01	0.01	0.09	0.05	
测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.04	0.04	0.04	0.04	0.08	0.04	0.08	0.08	0.04	0.04	0.04	0.08	0.08	0.08	0.04	0.08	0.04	0.04	0.36	0.2	

结论：通过对 6 家实验室的目标化合物检出限数据进行汇总，该方法当取样量为 10.0 g，定容体积为 50  $\mu\text{l}$  时，本标准测定的一至八溴代联苯的方法检出限为 0.01~0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，测定下限为 0.04~0.4  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，方法检出限满足《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB36600-2018）中规定土壤中多溴联苯筛选限值为 0.02  $\text{mg}/\text{kg}$ （一类用地）、0.06  $\text{mg}/\text{kg}$ （二类用地），管控限值为 0.2  $\text{mg}/\text{kg}$ （一类用地）、0.6  $\text{mg}/\text{kg}$ （二类用地）的要求。

### 1.3 方法精密度测试数据

六家实验室按照《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》中样品分析的全部步骤进行处理和测定，按全程序每个样品平行测定 6 次，分别计算低中高三个不同浓度或含量样品的平均值、标准偏差和相对标准偏差，测试数据见附表 1-3-1 至 1-3-54。

附表 1-3-1 台州市环境监测中心站精密度测试数据（空白基质低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.030	0.041	0.030	0.034	0.037	0.071	0.10	0.12	0.10	0.13	0.11	0.12	0.14	0.08	0.09	0.07	0.11	0.10	0.43	0.35
	2	0.022	0.029	0.043	0.027	0.042	0.056	0.11	0.12	0.10	0.10	0.11	0.14	0.13	0.07	0.09	0.06	0.12	0.09	0.46	0.28
	3	0.027	0.027	0.029	0.032	0.034	0.060	0.13	0.13	0.10	0.12	0.11	0.09	0.09	0.08	0.07	0.08	0.08	0.09	0.36	0.24
	4	0.017	0.025	0.040	0.033	0.039	0.062	0.14	0.10	0.11	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.08	0.09	0.12	0.06	0.45	0.25
	5	0.022	0.042	0.040	0.040	0.024	0.061	0.11	0.11	0.13	0.11	0.09	0.12	0.10	0.09	0.07	0.08	0.10	0.08	0.51	0.31
	6	0.023	0.032	0.030	0.029	0.050	0.062	0.11	0.12	0.10	0.09	0.12	0.11	0.13	0.09	0.06	0.09	0.11	0.09	0.46	0.27
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.026	0.034	0.036	0.031	0.042	0.059	0.12	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.08	0.07	0.08	0.10	0.08	0.46	0.28
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.005	0.004	0.001	0.002	0.006	0.002	0.007	0.007	0.004	0.005	0.005	0.007	0.005	0.005	0.003	0.004	0.007	0.005	0.029	0.021
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		18.2	12.3	3.4	7.7	13.5	3.9	6.3	6.1	3.4	4.7	5.2	6.3	4.5	6.2	3.7	4.9	6.9	6.3	6.2	7.6

附表 1-3-2 宁波市环境监测中心精密度测试数据（空白基质低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 0.1 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 0.25 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 (μg/kg)	1	0.038	0.045	0.042	0.032	0.039	0.051	0.15	0.12	0.13	0.10	0.11	0.15	0.10	0.10	0.09	0.08	0.13	0.10	0.38	0.28
	2	0.031	0.042	0.034	0.028	0.050	0.070	0.11	0.11	0.13	0.10	0.10	0.14	0.11	0.09	0.08	0.09	0.12	0.09	0.47	0.31
	3	0.023	0.032	0.029	0.029	0.046	0.066	0.13	0.11	0.13	0.14	0.10	0.10	0.12	0.08	0.09	0.09	0.09	0.10	0.39	0.27
	4	0.030	0.036	0.034	0.036	0.045	0.065	0.10	0.12	0.13	0.12	0.10	0.13	0.10	0.08	0.10	0.08	0.11	0.07	0.42	0.28
	5	0.030	0.044	0.042	0.038	0.036	0.063	0.10	0.13	0.13	0.11	0.11	0.13	0.09	0.08	0.08	0.08	0.09	0.09	0.51	0.25
	6	0.020	0.030	0.040	0.028	0.052	0.057	0.11	0.12	0.10	0.10	0.10	0.11	0.12	0.09	0.08	0.09	0.10	0.08	0.39	0.32
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.029	0.038	0.037	0.032	0.045	0.062	0.12	0.12	0.12	0.11	0.11	0.13	0.11	0.09	0.09	0.08	0.11	0.09	0.48	0.38
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.006	0.007	0.006	0.004	0.006	0.007	0.020	0.006	0.012	0.013	0.008	0.019	0.011	0.009	0.006	0.006	0.018	0.010	0.052	0.025
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		18.2	12.3	3.4	7.7	13.5	3.9	6.3	6.1	3.4	4.7	5.2	6.3	4.5	6.2	3.7	4.9	6.9	6.3	6.2	7.6

附表 1-3-3 湖北省环境监测中心站精密度测试数据（空白基质低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.035	0.037	0.035	0.032	0.042	0.065	0.12	0.12	0.12	0.12	0.11	0.12	0.12	0.08	0.08	0.08	0.11	0.09	0.49	0.31
	2	0.025	0.037	0.034	0.031	0.044	0.057	0.11	0.12	0.10	0.11	0.10	0.11	0.11	0.08	0.08	0.08	0.09	0.08	0.42	0.27
	3	0.022	0.030	0.035	0.029	0.039	0.053	0.12	0.12	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.09	0.08	0.08	0.11	0.08	0.42	0.27
	4	0.023	0.030	0.035	0.030	0.041	0.055	0.12	0.10	0.11	0.10	0.10	0.10	0.11	0.08	0.08	0.08	0.10	0.08	0.43	0.27
	5	0.028	0.033	0.033	0.030	0.028	0.062	0.11	0.10	0.11	0.10	0.09	0.11	0.10	0.08	0.07	0.07	0.10	0.07	0.48	0.29
	6	0.023	0.037	0.035	0.031	0.046	0.058	0.11	0.11	0.11	0.10	0.10	0.11	0.11	0.08	0.07	0.08	0.10	0.07	0.48	0.26
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.026	0.034	0.034	0.031	0.040	0.058	0.11	0.11	0.11	0.10	0.10	0.11	0.11	0.08	0.07	0.08	0.10	0.08	0.45	0.28
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.005	0.003	0.001	0.001	0.007	0.004	0.005	0.009	0.006	0.008	0.010	0.005	0.007	0.004	0.005	0.006	0.007	0.007	0.035	0.021
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		18.2	12.3	3.4	7.7	13.5	3.9	6.3	6.1	3.4	4.7	5.2	6.3	4.5	6.2	3.7	4.9	6.9	6.3	6.2	7.6

附表 1-3-4 泰州市环境监测中心站精密度测试数据（空白基质低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.032	0.039	0.034	0.030	0.044	0.059	0.12	0.12	0.12	0.11	0.11	0.12	0.12	0.08	0.08	0.08	0.11	0.08	0.48	0.30
	2	0.025	0.033	0.035	0.033	0.046	0.060	0.13	0.11	0.11	0.11	0.10	0.12	0.11	0.09	0.08	0.07	0.11	0.09	0.44	0.27
	3	0.024	0.031	0.033	0.029	0.041	0.060	0.12	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.12	0.08	0.07	0.08	0.11	0.08	0.42	0.26
	4	0.022	0.033	0.037	0.032	0.044	0.060	0.12	0.11	0.11	0.11	0.10	0.12	0.11	0.08	0.08	0.08	0.11	0.08	0.44	0.27
	5	0.026	0.037	0.036	0.032	0.029	0.056	0.11	0.10	0.11	0.10	0.10	0.11	0.11	0.08	0.08	0.07	0.10	0.07	0.50	0.28
	6	0.024	0.032	0.036	0.033	0.042	0.060	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.08	0.08	0.08	0.10	0.08	0.46	0.27
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.026	0.034	0.035	0.031	0.041	0.059	0.12	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.08	0.08	0.08	0.11	0.08	0.46	0.28
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.003	0.003	0.002	0.002	0.006	0.002	0.008	0.005	0.003	0.004	0.004	0.003	0.004	0.005	0.002	0.006	0.002	0.004	0.028	0.015
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		18.2	12.3	3.4	7.7	13.5	3.9	6.3	6.1	3.4	4.7	5.2	6.3	4.5	6.2	3.7	4.9	6.9	6.3	6.2	7.6

附表 1-3-5 重庆市生态环境监测中心站精密度测试数据（空白基质低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.032	0.040	0.036	0.030	0.043	0.060	0.12	0.12	0.11	0.12	0.11	0.12	0.12	0.08	0.08	0.08	0.11	0.08	0.46	0.29
	2	0.025	0.034	0.037	0.033	0.043	0.058	0.13	0.12	0.11	0.11	0.11	0.12	0.11	0.08	0.08	0.08	0.10	0.09	0.47	0.27
	3	0.024	0.030	0.034	0.030	0.042	0.059	0.11	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.08	0.08	0.07	0.10	0.08	0.43	0.26
	4	0.021	0.032	0.033	0.030	0.047	0.061	0.11	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.08	0.08	0.07	0.10	0.08	0.46	0.25
	5	0.028	0.037	0.037	0.032	0.031	0.060	0.11	0.11	0.10	0.10	0.10	0.12	0.11	0.08	0.07	0.07	0.10	0.08	0.46	0.29
	6	0.022	0.035	0.036	0.030	0.042	0.057	0.11	0.10	0.11	0.11	0.10	0.11	0.10	0.07	0.08	0.08	0.11	0.08	0.48	0.26
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.025	0.035	0.036	0.031	0.041	0.059	0.11	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.08	0.08	0.08	0.10	0.08	0.46	0.27
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.004	0.003	0.001	0.001	0.006	0.001	0.007	0.005	0.005	0.006	0.005	0.006	0.007	0.004	0.002	0.004	0.004	0.004	0.016	0.015
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		18.2	12.3	3.4	7.7	13.5	3.9	6.3	6.1	3.4	4.7	5.2	6.3	4.5	6.2	3.7	4.9	6.9	6.3	6.2	7.6

附表 1-3-6 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室精密度测试数据（空白基质低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.030	0.029	0.034	0.029	0.044	0.064	0.13	0.13	0.13	0.12	0.11	0.12	0.09	0.10	0.09	0.07	0.15	0.09	0.50	0.23
	2	0.034	0.028	0.041	0.037	0.058	0.076	0.14	0.14	0.13	0.09	0.11	0.12	0.10	0.09	0.06	0.08	0.10	0.08	0.39	0.32
	3	0.027	0.029	0.029	0.028	0.041	0.045	0.10	0.12	0.11	0.13	0.11	0.15	0.15	0.09	0.07	0.09	0.11	0.08	0.41	0.20
	4	0.024	0.029	0.029	0.036	0.043	0.060	0.09	0.09	0.12	0.10	0.13	0.15	0.15	0.10	0.08	0.06	0.11	0.07	0.40	0.28
	5	0.026	0.038	0.044	0.044	0.023	0.049	0.13	0.12	0.13	0.13	0.13	0.12	0.13	0.09	0.07	0.05	0.10	0.07	0.61	0.29
	6	0.030	0.034	0.038	0.024	0.055	0.044	0.13	0.14	0.13	0.08	0.13	0.09	0.12	0.06	0.10	0.11	0.11	0.07	0.46	0.34
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.029	0.031	0.036	0.033	0.044	0.056	0.12	0.12	0.13	0.11	0.12	0.12	0.12	0.09	0.08	0.08	0.11	0.08	0.46	0.28
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.003	0.004	0.006	0.007	0.012	0.012	0.018	0.017	0.007	0.021	0.011	0.025	0.024	0.015	0.015	0.019	0.019	0.006	0.083	0.053
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		11.7	12.5	17.6	21.5	28.1	22.1	15.3	14.2	5.9	19.5	9.1	20.1	19.6	16.8	19.4	24.8	16.9	7.3	18.1	19.3



附表 1-3-7 台州市环境监测中心站精密度测试数据（空白基质中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 1.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.12	0.13	0.16	0.12	0.20	0.25	0.58	0.51	0.58	0.52	0.49	0.54	0.50	0.46	0.44	0.38	0.47	0.39	2.35	1.28
	2	0.14	0.16	0.16	0.14	0.19	0.28	0.53	0.55	0.49	0.49	0.48	0.52	0.49	0.40	0.37	0.36	0.48	0.41	2.08	1.25
	3	0.17	0.19	0.18	0.16	0.21	0.28	0.56	0.50	0.47	0.50	0.47	0.54	0.53	0.36	0.39	0.33	0.51	0.41	2.04	1.18
	4	0.13	0.15	0.17	0.15	0.21	0.27	0.53	0.50	0.50	0.53	0.52	0.52	0.54	0.37	0.34	0.32	0.47	0.38	2.04	1.27
	5	0.20	0.23	0.20	0.18	0.22	0.29	0.56	0.56	0.48	0.54	0.48	0.51	0.50	0.36	0.37	0.32	0.51	0.43	2.24	1.25
	6	0.13	0.18	0.19	0.16	0.19	0.27	0.55	0.50	0.47	0.51	0.47	0.55	0.53	0.37	0.34	0.35	0.51	0.41	2.07	1.38
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.15	0.17	0.17	0.15	0.20	0.27	0.55	0.52	0.50	0.52	0.49	0.53	0.52	0.39	0.38	0.34	0.49	0.41	2.14	1.27
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.030	0.069	0.070	0.060	0.081	0.110	0.110	0.103	0.100	0.103	0.097	0.106	0.103	0.077	0.075	0.068	0.099	0.081	0.171	0.101
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		20.3	8.7	6.9	6.6	10.3	6.2	7.4	5.2	19.8	6.7	10	5.2	4.1	10	17.4	10.2	4.6	7.9	4.5	3.2

附表 1-3-8 宁波市环境监测中心精密度测试数据（空白基质中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.25 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 0.5 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 1.25 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 (μg/kg)	1	0.12	0.13	0.15	0.13	0.21	0.26	0.56	0.54	0.54	0.52	0.51	0.56	0.50	0.42	0.41	0.39	0.47	0.42	2.28	1.24
	2	0.11	0.15	0.16	0.14	0.19	0.28	0.56	0.54	0.46	0.51	0.50	0.52	0.50	0.40	0.36	0.36	0.48	0.42	2.04	1.25
	3	0.13	0.18	0.17	0.16	0.21	0.28	0.53	0.54	0.49	0.49	0.49	0.55	0.53	0.38	0.36	0.34	0.48	0.41	2.06	1.14
	4	0.12	0.15	0.16	0.15	0.20	0.27	0.54	0.55	0.47	0.48	0.51	0.51	0.51	0.37	0.36	0.35	0.49	0.39	2.10	1.25
	5	0.16	0.23	0.19	0.18	0.20	0.28	0.60	0.53	0.50	0.51	0.47	0.52	0.51	0.38	0.38	0.33	0.50	0.41	2.11	1.30
	6	0.13	0.18	0.18	0.16	0.21	0.27	0.54	0.55	0.48	0.47	0.46	0.54	0.52	0.36	0.37	0.33	0.51	0.41	2.19	1.33
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.13	0.12	0.17	0.17	0.15	0.20	0.27	0.55	0.54	0.49	0.50	0.49	0.53	0.51	0.39	0.37	0.35	0.49	0.41	2.13
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.017	0.022	0.035	0.014	0.017	0.008	0.011	0.024	0.007	0.028	0.020	0.019	0.017	0.012	0.023	0.019	0.023	0.014	0.012	0.089
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		13.1	18.5	20.4	8.5	10.9	4.1	4.1	4.3	1.4	5.7	3.9	4	3.3	2.3	6	5.1	6.6	2.9	2.9	4.2

附表 1-3-9 湖北省环境监测中心站精密度测试数据（空白基质中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 1.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.12	0.15	0.16	0.15	0.21	0.24	0.45	0.48	0.62	0.46	0.43	0.56	0.49	0.41	0.34	0.33	0.47	0.37	2.48	1.44
	2	0.14	0.18	0.15	0.16	0.22	0.27	0.53	0.60	0.46	0.46	0.44	0.64	0.43	0.38	0.44	0.35	0.50	0.34	2.20	1.25
	3	0.17	0.19	0.15	0.19	0.21	0.29	0.59	0.52	0.39	0.46	0.49	0.49	0.59	0.31	0.44	0.40	0.49	0.43	2.33	1.39
	4	0.13	0.13	0.20	0.15	0.19	0.27	0.57	0.57	0.40	0.57	0.47	0.62	0.59	0.39	0.32	0.37	0.41	0.46	2.10	1.25
	5	0.17	0.21	0.21	0.18	0.17	0.24	0.47	0.54	0.55	0.43	0.52	0.45	0.44	0.42	0.45	0.38	0.42	0.42	1.88	1.44
	6	0.15	0.19	0.19	0.17	0.16	0.31	0.49	0.60	0.56	0.55	0.54	0.58	0.61	0.35	0.40	0.32	0.47	0.35	1.98	1.58
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.15	0.17	0.18	0.17	0.19	0.27	0.52	0.55	0.50	0.49	0.48	0.56	0.52	0.38	0.40	0.36	0.46	0.40	2.16	1.39
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.022	0.030	0.026	0.016	0.024	0.026	0.055	0.049	0.094	0.057	0.042	0.073	0.081	0.039	0.055	0.032	0.035	0.048	0.222	0.128
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		14.7	17.3	14.8	9.6	12.3	9.6	10.7	8.9	19.0	11.7	8.6	13.0	15.5	10.2	13.8	9.0	7.5	12.1	10.3	9.2

附表 1-3-10 泰州市环境监测中心站精密度测试数据（空白基质中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 1.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.12	0.13	0.15	0.13	0.21	0.27	0.56	0.56	0.55	0.55	0.50	0.57	0.51	0.45	0.43	0.39	0.48	0.41	2.28	1.35
	2	0.15	0.16	0.17	0.15	0.20	0.27	0.55	0.54	0.49	0.47	0.48	0.56	0.54	0.40	0.39	0.37	0.48	0.42	2.10	1.23
	3	0.18	0.18	0.18	0.15	0.21	0.28	0.53	0.55	0.46	0.50	0.49	0.56	0.51	0.38	0.39	0.35	0.51	0.40	1.90	1.15
	4	0.14	0.16	0.17	0.15	0.19	0.28	0.57	0.52	0.48	0.49	0.50	0.54	0.54	0.36	0.37	0.33	0.52	0.40	2.02	1.36
	5	0.21	0.22	0.19	0.19	0.21	0.29	0.57	0.54	0.50	0.52	0.52	0.53	0.50	0.35	0.39	0.31	0.52	0.39	2.22	1.30
	6	0.13	0.18	0.18	0.17	0.20	0.29	0.56	0.50	0.45	0.52	0.49	0.56	0.50	0.37	0.35	0.34	0.47	0.38	2.07	1.29
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.16	0.17	0.17	0.16	0.20	0.28	0.56	0.53	0.49	0.51	0.50	0.55	0.52	0.38	0.39	0.35	0.50	0.40	2.10	1.28
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.031	0.031	0.015	0.019	0.008	0.011	0.017	0.021	0.034	0.027	0.013	0.015	0.018	0.037	0.029	0.030	0.023	0.015	0.136	0.079
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		19.9	18.3	8.6	12.5	4.1	4.0	3.0	3.9	7.0	5.4	2.5	2.7	3.4	9.6	7.4	8.6	4.6	3.8	6.5	6.2

附表 1-3-11 重庆市生态环境监测中心精密度测试数据（空白基质中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.25 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 0.5 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 1.25 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 (μg/kg)	1	0.12	0.13	0.15	0.13	0.19	0.26	0.57	0.53	0.57	0.54	0.51	0.56	0.54	0.44	0.40	0.41	0.47	0.41	2.30	1.31
	2	0.13	0.15	0.16	0.14	0.20	0.29	0.54	0.50	0.47	0.49	0.48	0.55	0.54	0.40	0.39	0.35	0.50	0.41	2.12	1.23
	3	0.13	0.18	0.18	0.17	0.20	0.28	0.58	0.53	0.46	0.49	0.48	0.53	0.53	0.37	0.38	0.33	0.51	0.38	2.04	1.20
	4	0.12	0.16	0.17	0.14	0.21	0.29	0.56	0.50	0.50	0.50	0.50	0.56	0.51	0.35	0.36	0.35	0.50	0.40	2.08	1.27
	5	0.17	0.22	0.19	0.17	0.22	0.28	0.56	0.51	0.50	0.53	0.52	0.53	0.49	0.37	0.38	0.34	0.52	0.41	2.22	1.26
	6	0.13	0.18	0.17	0.17	0.19	0.27	0.57	0.52	0.46	0.49	0.50	0.55	0.53	0.35	0.35	0.31	0.48	0.41	2.24	1.40
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.14	0.17	0.17	0.15	0.20	0.28	0.56	0.52	0.49	0.51	0.50	0.55	0.52	0.38	0.38	0.35	0.50	0.40	2.17	1.28
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.016	0.031	0.016	0.019	0.010	0.012	0.012	0.015	0.043	0.023	0.018	0.013	0.018	0.036	0.018	0.033	0.018	0.011	0.100	0.069
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		12.1	18.0	9.5	12.5	4.9	4.3	2.1	2.9	8.8	4.5	3.6	2.4	3.5	9.5	4.7	9.5	3.7	2.8	4.6	5.4

附表 1-3-12 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室精密度测试数据（空白基质中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.25 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 0.5 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 1.25 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 (μg/kg)	1	0.12	0.14	0.15	0.13	0.20	0.25	0.57	0.53	0.54	0.53	0.51	0.55	0.50	0.42	0.43	0.40	0.47	0.39	2.35	1.27
	2	0.14	0.16	0.16	0.14	0.19	0.29	0.58	0.50	0.46	0.50	0.50	0.56	0.53	0.39	0.39	0.36	0.50	0.40	2.08	1.20
	3	0.15	0.19	0.18	0.16	0.20	0.29	0.53	0.53	0.47	0.47	0.47	0.55	0.52	0.38	0.37	0.34	0.48	0.39	1.98	1.18
	4	0.12	0.15	0.16	0.14	0.20	0.29	0.55	0.50	0.47	0.52	0.49	0.52	0.53	0.37	0.38	0.35	0.47	0.38	2.08	1.35
	5	0.17	0.22	0.20	0.18	0.21	0.28	0.54	0.53	0.50	0.51	0.49	0.53	0.52	0.37	0.38	0.32	0.50	0.42	2.18	1.26
	6	0.13	0.17	0.18	0.16	0.19	0.29	0.58	0.51	0.44	0.52	0.48	0.56	0.53	0.38	0.34	0.32	0.50	0.40	2.02	1.32
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.14	0.17	0.17	0.15	0.20	0.28	0.56	0.52	0.48	0.51	0.49	0.55	0.52	0.38	0.38	0.35	0.49	0.40	2.12	1.26
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.018	0.029	0.017	0.019	0.009	0.015	0.022	0.015	0.033	0.021	0.015	0.018	0.010	0.019	0.030	0.028	0.014	0.014	0.131	0.065
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		12.8	17.4	10.0	12.7	4.4	5.2	3.9	3.0	7.0	4.2	3.0	3.2	2.0	4.9	7.9	8.1	2.9	3.4	6.2	5.2

附表 1-3-13 台州市环境监测中心站精密度测试数据（空白基质高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 2 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 5 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 (μg/kg)	1	0.62	0.48	0.60	0.57	0.71	1.02	2.09	2.12	2.33	2.13	1.97	1.85	1.81	1.51	1.28	1.37	1.72	1.50	7.25	4.68
	2	0.60	0.55	0.56	0.48	0.68	0.93	1.86	1.91	1.79	1.83	1.79	1.98	1.89	1.44	1.30	1.20	1.73	1.40	7.97	4.55
	3	0.51	0.48	0.64	0.58	0.56	1.02	1.88	2.09	1.73	1.97	1.65	2.10	1.87	1.45	0.76	1.23	1.86	1.67	7.63	4.55
	4	0.56	0.49	0.53	0.54	0.75	1.05	2.13	2.02	2.34	1.98	1.92	2.08	1.83	1.20	1.16	1.10	1.84	1.35	8.13	4.78
	5	0.51	0.59	0.62	0.56	0.71	1.00	2.13	1.85	1.44	2.08	2.01	1.96	1.81	1.24	1.13	1.26	1.69	1.41	8.02	4.64
	6	0.52	0.55	0.60	0.53	0.63	0.89	2.25	1.98	1.65	1.80	1.56	1.87	2.01	1.24	1.11	1.02	1.67	1.40	7.48	4.94
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.55	0.52	0.59	0.54	0.67	0.99	2.06	2.00	1.88	1.96	1.82	1.97	1.87	1.35	1.12	1.20	1.75	1.46	7.75	4.69
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.048	0.045	0.041	0.036	0.070	0.061	0.153	0.104	0.372	0.131	0.182	0.103	0.077	0.135	0.195	0.122	0.080	0.115	0.346	0.149
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		8.7	8.7	6.9	6.6	10.3	6.2	7.4	5.2	19.8	6.7	10.0	5.2	4.1	10.0	17.4	10.2	4.6	7.9	4.5	3.2

附表 1-3-14 宁波市环境监测中心精密度测试数据（空白基质高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.51	0.50	0.57	0.54	0.67	1.06	2.24	2.04	2.33	2.05	2.01	1.77	1.81	1.57	1.30	1.30	1.67	1.38	7.55	4.41
	2	0.55	0.52	0.59	0.50	0.68	0.98	1.94	1.76	1.64	1.87	1.69	1.81	1.73	1.44	1.34	1.30	1.57	1.46	7.50	4.55
	3	0.50	0.48	0.60	0.57	0.57	0.95	1.90	2.07	1.76	1.97	1.75	2.10	1.99	1.45	0.80	1.26	2.02	1.67	7.70	4.74
	4	0.49	0.46	0.55	0.55	0.76	1.06	2.07	2.04	2.27	1.93	1.88	2.04	1.92	1.21	1.12	1.19	1.81	1.24	8.05	4.68
	5	0.51	0.61	0.61	0.55	0.66	0.95	2.04	1.84	1.45	1.98	2.05	1.96	1.96	1.36	1.16	1.16	1.78	1.45	7.94	4.45
	6	0.59	0.57	0.62	0.51	0.63	0.93	2.18	2.06	1.72	1.67	1.51	1.76	1.82	1.24	1.05	1.05	1.65	1.37	7.71	4.98
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.53	0.35	0.52	0.59	0.54	0.66	0.99	2.06	1.97	1.86	1.91	1.81	1.91	1.87	1.38	1.13	1.21	1.75	1.43	7.74
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.038	0.055	0.025	0.028	0.062	0.059	0.134	0.134	0.356	0.130	0.204	0.145	0.102	0.137	0.196	0.096	0.158	0.142	0.215	0.213
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		7.2	10.6	4.2	5.1	9.3	6.0	6.5	6.8	19.2	6.8	11.3	7.6	5.5	9.9	17.4	7.9	9.0	10.0	2.8	4.6



附表 1-3-15 湖北省环境监测中心站精密度测试数据（空白基质高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 2 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 5 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 (μg/kg)	1	0.51	0.45	0.57	0.58	0.74	1.04	2.07	2.02	2.44	1.90	1.97	1.96	1.99	1.41	1.30	1.26	1.81	1.35	7.55	4.36
	2	0.57	0.50	0.56	0.47	0.72	1.03	2.10	2.00	1.83	1.78	1.91	2.09	1.69	1.62	1.42	1.30	1.75	1.28	7.19	4.64
	3	0.55	0.51	0.60	0.63	0.61	1.08	2.03	1.79	1.59	2.13	1.75	1.90	1.76	1.51	0.79	1.28	2.07	1.60	8.00	5.17
	4	0.54	0.52	0.50	0.55	0.79	1.03	2.01	2.34	2.05	2.24	1.78	1.87	1.77	1.24	1.16	1.13	1.72	1.37	7.64	4.54
	5	0.54	0.66	0.59	0.51	0.65	1.05	2.06	2.01	1.36	2.06	2.07	2.22	2.00	1.32	1.16	1.09	1.92	1.31	7.86	4.27
	6	0.48	0.57	0.56	0.47	0.63	1.03	1.95	2.06	1.59	1.59	1.42	1.62	1.76	1.20	1.17	0.99	1.75	1.43	7.64	4.75
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.53	0.53	0.56	0.54	0.69	1.04	2.04	2.03	1.81	1.95	1.82	1.94	1.83	1.38	1.17	1.18	1.84	1.39	7.64	4.62
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.031	0.070	0.034	0.062	0.071	0.018	0.054	0.177	0.387	0.241	0.229	0.206	0.131	0.162	0.212	0.124	0.138	0.115	0.280	0.319
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		5.8	13.2	6.0	11.6	10.2	1.8	2.6	8.7	21.4	12.4	12.6	10.6	7.2	11.7	18.2	10.6	7.5	8.3	3.7	6.9

附表 1-3-16 泰州市环境监测中心站精密度测试数据（空白基质高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 2 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 5 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 (μg/kg)	1	0.59	0.45	0.56	0.54	0.72	1.11	2.18	2.00	2.26	2.05	1.95	1.89	1.75	1.51	1.28	1.33	1.84	1.41	7.77	4.68
	2	0.52	0.52	0.57	0.51	0.68	0.94	2.00	1.74	1.65	1.87	1.77	1.90	1.78	1.57	1.33	1.19	1.66	1.35	7.89	4.41
	3	0.42	0.51	0.63	0.58	0.56	1.00	1.94	2.05	1.81	2.01	1.75	2.08	1.85	1.51	0.80	1.31	1.86	1.74	7.48	4.84
	4	0.48	0.47	0.55	0.52	0.72	1.07	1.97	2.11	2.30	2.14	1.90	2.04	1.91	1.15	1.16	1.15	1.88	1.26	7.88	4.97
	5	0.54	0.61	0.62	0.55	0.73	0.95	2.13	1.80	1.47	1.94	1.89	2.02	1.79	1.25	1.14	1.14	1.84	1.34	7.78	4.64
	6	0.51	0.57	0.64	0.51	0.65	0.97	2.03	2.02	1.70	1.83	1.49	1.85	1.93	1.22	1.05	1.02	1.67	1.40	7.41	4.60
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.51	0.52	0.59	0.53	0.67	1.01	2.04	1.95	1.86	1.97	1.79	1.96	1.84	1.37	1.13	1.19	1.79	1.42	7.70	4.69
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.058	0.058	0.037	0.027	0.065	0.067	0.094	0.147	0.339	0.114	0.165	0.094	0.073	0.183	0.186	0.113	0.098	0.166	0.207	0.194
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		11.3	11.1	6.2	5.1	9.6	6.7	4.6	7.5	18.2	5.8	9.2	4.8	4.0	13.3	16.5	9.5	5.5	11.7	2.7	4.1

附表 1-3-17 重庆市生态环境监测中心精密度测试数据（空白基质高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.57	0.45	0.54	0.53	0.69	1.02	2.35	2.29	2.48	2.13	2.03	1.79	1.82	1.54	1.36	1.23	1.70	1.38	7.85	4.86
	2	0.56	0.58	0.52	0.50	0.67	1.04	1.96	1.69	1.71	1.80	1.60	1.98	1.84	1.44	1.30	1.34	1.66	1.46	8.44	4.27
	3	0.54	0.55	0.66	0.61	0.62	1.07	1.80	1.79	1.73	2.19	1.72	2.18	1.76	1.53	0.72	1.22	2.00	1.69	6.80	4.65
	4	0.55	0.44	0.53	0.51	0.77	1.04	2.11	2.26	2.34	2.16	1.76	1.89	2.04	1.14	1.14	1.20	1.82	1.40	7.64	4.26
	5	0.55	0.62	0.65	0.60	0.63	0.96	1.94	1.84	1.56	1.94	1.95	1.86	1.98	1.19	1.12	1.20	1.66	1.52	8.27	4.09
	6	0.51	0.54	0.59	0.52	0.60	0.95	2.08	1.82	1.65	1.67	1.68	1.71	2.11	1.26	1.04	1.01	1.67	1.49	7.94	5.22
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.55	0.53	0.58	0.54	0.66	1.01	2.04	1.95	1.91	1.98	1.79	1.90	1.92	1.35	1.11	1.20	1.75	1.49	7.82	4.56
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.021	0.073	0.062	0.048	0.061	0.047	0.187	0.259	0.396	0.212	0.165	0.163	0.137	0.176	0.226	0.106	0.135	0.109	0.577	0.430
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		3.9	13.8	10.7	8.8	9.2	4.6	9.2	13.3	20.8	10.7	9.2	8.6	7.1	13.0	20.3	8.8	7.7	7.3	7.4	9.4

附表 1-3-18 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室精密度测试数据（空白基质高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.57	0.49	0.57	0.57	0.68	1.04	2.12	2.04	2.28	1.99	1.95	1.77	1.79	1.50	1.38	1.33	1.81	1.44	7.33	4.32
	2	0.59	0.53	0.56	0.51	0.68	0.99	1.85	1.78	1.76	1.91	1.72	1.90	1.75	1.47	1.28	1.22	1.68	1.35	7.89	4.73
	3	0.50	0.49	0.61	0.60	0.61	1.03	1.82	1.93	1.81	1.93	1.74	2.08	1.93	1.56	0.80	1.30	1.98	1.77	7.10	4.88
	4	0.58	0.46	0.53	0.53	0.77	1.06	2.01	2.09	2.25	2.12	1.98	2.04	2.02	1.18	1.14	1.21	1.75	1.31	8.62	4.59
	5	0.52	0.61	0.59	0.56	0.67	0.93	2.17	1.91	1.53	2.04	2.05	2.00	1.87	1.37	1.18	1.23	1.71	1.47	8.02	4.32
	6	0.51	0.60	0.61	0.54	0.63	0.94	2.08	2.06	1.72	1.66	1.54	1.78	1.95	1.23	1.08	0.95	1.64	1.29	7.26	4.94
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.55	0.53	0.58	0.55	0.67	1.00	2.01	1.97	1.89	1.94	1.83	1.93	1.88	1.38	1.14	1.21	1.76	1.44	7.70	4.63
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.039	0.064	0.031	0.030	0.054	0.054	0.144	0.116	0.306	0.158	0.193	0.131	0.104	0.153	0.200	0.132	0.121	0.177	0.580	0.270
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		7.2	12.0	5.4	5.4	8.1	5.4	7.2	5.9	16.2	8.2	10.6	6.8	5.5	11.1	17.5	10.9	6.9	12.3	7.5	5.8

附表 1-3-19 台州市环境监测中心站精密度测试数据（土壤实际样品低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.02	0.04	0.03	0.03	0.04	0.06	0.14	0.09	0.09	0.10	0.11	0.14	0.13	0.07	0.09	0.07	0.12	0.08	0.42	0.25
	2	0.03	0.03	0.03	0.03	0.04	0.05	0.13	0.09	0.09	0.11	0.11	0.16	0.12	0.08	0.07	0.08	0.10	0.09	0.43	0.27
	3	0.03	0.03	0.03	0.03	0.04	0.06	0.10	0.10	0.11	0.11	0.12	0.16	0.13	0.08	0.09	0.09	0.13	0.08	0.41	0.27
	4	0.04	0.04	0.03	0.03	0.03	0.06	0.11	0.13	0.14	0.08	0.09	0.16	0.11	0.10	0.07	0.07	0.09	0.09	0.44	0.27
	5	0.03	0.04	0.03	0.03	0.04	0.06	0.13	0.11	0.11	0.13	0.09	0.14	0.10	0.10	0.08	0.07	0.12	0.09	0.51	0.28
	6	0.04	0.03	0.04	0.03	0.04	0.05	0.12	0.13	0.09	0.12	0.10	0.17	0.09	0.08	0.06	0.07	0.09	0.07	0.40	0.23
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.03	0.03	0.03	0.03	0.04	0.06	0.12	0.11	0.10	0.11	0.10	0.15	0.11	0.08	0.08	0.07	0.11	0.08	0.43	0.26
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.006	0.003	0.004	0.003	0.004	0.005	0.014	0.018	0.020	0.018	0.013	0.013	0.016	0.012	0.010	0.008	0.017	0.006	0.039	0.019
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		19.7	8.8	13.9	8.7	10.1	9.5	11.3	16.8	19.1	16.3	12.9	8.4	14.4	14.1	13.1	11.3	15.5	7.7	9.0	7.1

附表 1-3-20 宁波市环境监测中心精密度测试数据（土壤实际样品低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.034	0.042	0.029	0.035	0.047	0.050	0.12	0.11	0.12	0.11	0.12	0.18	0.18	0.10	0.10	0.08	0.11	0.09	0.35	0.24
	2	0.030	0.032	0.027	0.031	0.050	0.058	0.14	0.13	0.12	0.11	0.12	0.17	0.17	0.08	0.07	0.09	0.13	0.10	0.34	0.34
	3	0.034	0.039	0.036	0.027	0.052	0.050	0.11	0.14	0.11	0.12	0.12	0.16	0.16	0.08	0.09	0.09	0.12	0.09	0.38	0.25
	4	0.040	0.031	0.036	0.035	0.040	0.059	0.13	0.13	0.13	0.09	0.09	0.16	0.16	0.10	0.06	0.07	0.11	0.08	0.42	0.36
	5	0.027	0.035	0.027	0.028	0.049	0.064	0.14	0.11	0.12	0.14	0.12	0.15	0.15	0.10	0.08	0.09	0.12	0.07	0.36	0.26
	6	0.030	0.039	0.032	0.037	0.036	0.065	0.14	0.12	0.10	0.11	0.10	0.14	0.14	0.07	0.08	0.08	0.12	0.09	0.40	0.25
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.032	0.036	0.031	0.032	0.046	0.058	0.13	0.12	0.12	0.11	0.11	0.16	0.16	0.09	0.08	0.08	0.12	0.09	0.37	0.28
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.004	0.004	0.004	0.004	0.006	0.007	0.011	0.013	0.011	0.017	0.013	0.016	0.016	0.015	0.013	0.008	0.007	0.011	0.032	0.052
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		13.8	11.9	13.7	13.1	14.1	12.0	8.8	10.7	9.8	15.5	11.8	10.2	10.2	16.9	16.1	9.4	5.7	13.0	8.4	18.4

附表 1-3-21 湖北省环境监测中心站精密度测试数据（土壤实际样品低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度： BB-1 至 BB-30 为 50.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ， BB-49 至 BB-205 为 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ， BB-206 至 BB-209 为 250 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.028	0.034	0.035	0.030	0.039	0.060	0.12	0.11	0.11	0.11	0.11	0.17	0.11	0.08	0.08	0.07	0.12	0.07	0.44	0.26
	2	0.029	0.034	0.029	0.035	0.042	0.064	0.11	0.10	0.10	0.10	0.12	0.15	0.11	0.09	0.08	0.08	0.10	0.08	0.41	0.26
	3	0.025	0.035	0.030	0.028	0.040	0.051	0.10	0.11	0.11	0.10	0.10	0.14	0.12	0.08	0.07	0.08	0.11	0.09	0.46	0.30
	4	0.034	0.030	0.032	0.032	0.041	0.056	0.11	0.13	0.11	0.09	0.11	0.15	0.13	0.08	0.07	0.08	0.09	0.07	0.42	0.29
	5	0.025	0.035	0.034	0.027	0.039	0.062	0.11	0.10	0.11	0.11	0.10	0.16	0.12	0.08	0.07	0.08	0.10	0.08	0.43	0.30
	6	0.033	0.029	0.030	0.027	0.037	0.051	0.12	0.11	0.10	0.13	0.10	0.16	0.10	0.08	0.08	0.07	0.11	0.08	0.41	0.28
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.029	0.033	0.032	0.030	0.040	0.057	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.15	0.12	0.08	0.08	0.08	0.10	0.08	0.43	0.28
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.004	0.003	0.003	0.003	0.002	0.006	0.009	0.011	0.004	0.012	0.010	0.011	0.010	0.003	0.004	0.006	0.009	0.006	0.021	0.019
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		12.3	8.0	7.9	11.1	4.5	9.7	7.5	10.2	3.9	11.3	9.3	6.9	8.3	3.9	4.7	7.7	8.5	7.1	4.9	6.9

附表 1-3-22 泰州市环境监测中心站精密度测试数据（土壤实际样品低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.029	0.039	0.036	0.032	0.038	0.058	0.12	0.12	0.12	0.10	0.11	0.16	0.12	0.08	0.07	0.07	0.10	0.08	0.46	0.26
	2	0.030	0.033	0.030	0.033	0.039	0.059	0.11	0.11	0.10	0.10	0.12	0.16	0.11	0.09	0.08	0.07	0.11	0.08	0.45	0.27
	3	0.026	0.033	0.031	0.028	0.045	0.055	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.15	0.12	0.08	0.08	0.07	0.11	0.08	0.43	0.28
	4	0.033	0.032	0.031	0.029	0.043	0.059	0.12	0.12	0.12	0.10	0.10	0.16	0.12	0.09	0.08	0.07	0.10	0.08	0.42	0.31
	5	0.028	0.034	0.033	0.029	0.043	0.056	0.12	0.11	0.11	0.12	0.10	0.16	0.11	0.09	0.07	0.08	0.10	0.08	0.45	0.30
	6	0.034	0.033	0.029	0.031	0.037	0.057	0.12	0.11	0.10	0.11	0.11	0.15	0.10	0.08	0.08	0.08	0.10	0.08	0.41	0.27
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.030	0.034	0.032	0.030	0.041	0.057	0.12	0.11	0.11	0.11	0.11	0.16	0.11	0.08	0.08	0.07	0.10	0.08	0.44	0.28
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.003	0.002	0.002	0.002	0.003	0.002	0.008	0.003	0.008	0.009	0.006	0.006	0.008	0.005	0.002	0.002	0.005	0.002	0.018	0.019
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		10.0	6.7	7.4	6.2	7.5	2.8	6.9	2.8	7.0	8.9	5.7	4.1	6.8	5.7	3.2	2.8	4.6	3.0	4.1	6.7



附表 1-3-23 重庆市生态环境监测中心精密度测试数据（土壤实际样品低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 0.1 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 0.25 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 (μg/kg)	1	0.026	0.044	0.041	0.031	0.048	0.063	0.12	0.14	0.12	0.10	0.10	0.15	0.12	0.09	0.08	0.07	0.10	0.10	0.37	0.27
	2	0.027	0.041	0.034	0.028	0.035	0.047	0.09	0.11	0.09	0.12	0.12	0.18	0.11	0.10	0.07	0.06	0.10	0.07	0.53	0.28
	3	0.033	0.033	0.035	0.028	0.042	0.046	0.13	0.10	0.12	0.10	0.13	0.17	0.10	0.10	0.08	0.08	0.11	0.07	0.35	0.28
	4	0.026	0.038	0.030	0.033	0.041	0.062	0.13	0.12	0.11	0.09	0.12	0.17	0.14	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.49	0.33
	5	0.028	0.031	0.026	0.025	0.050	0.052	0.11	0.13	0.10	0.09	0.10	0.16	0.14	0.11	0.09	0.07	0.09	0.06	0.55	0.27
	6	0.033	0.032	0.037	0.035	0.040	0.069	0.11	0.11	0.11	0.13	0.12	0.14	0.09	0.09	0.08	0.09	0.11	0.07	0.50	0.35
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.029	0.037	0.034	0.030	0.043	0.056	0.12	0.12	0.11	0.10	0.12	0.16	0.12	0.09	0.08	0.08	0.10	0.08	0.47	0.29
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.003	0.005	0.005	0.004	0.005	0.010	0.016	0.015	0.015	0.017	0.012	0.015	0.020	0.010	0.009	0.012	0.010	0.016	0.083	0.033
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		11.1	14.1	15.2	11.9	12.7	17.0	13.7	12.8	13.6	16.7	10.3	9.5	17.1	10.7	11.6	15.6	9.7	20.2	17.8	11.3

附表 1-3-24 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室精密度测试数据（土壤实际样品低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.031	0.038	0.035	0.034	0.045	0.052	0.13	0.12	0.12	0.11	0.12	0.17	0.12	0.08	0.09	0.07	0.11	0.09	0.46	0.30
	2	0.033	0.037	0.034	0.034	0.042	0.063	0.11	0.11	0.12	0.11	0.12	0.16	0.12	0.08	0.07	0.09	0.11	0.08	0.49	0.29
	3	0.026	0.032	0.029	0.033	0.039	0.053	0.11	0.12	0.11	0.12	0.10	0.16	0.11	0.08	0.07	0.07	0.10	0.07	0.39	0.27
	4	0.036	0.033	0.033	0.029	0.046	0.066	0.11	0.13	0.11	0.12	0.09	0.17	0.13	0.09	0.08	0.07	0.09	0.08	0.40	0.28
	5	0.025	0.038	0.036	0.033	0.039	0.059	0.14	0.13	0.12	0.13	0.10	0.15	0.12	0.08	0.07	0.08	0.10	0.07	0.46	0.28
	6	0.040	0.030	0.035	0.034	0.035	0.061	0.12	0.12	0.11	0.11	0.10	0.15	0.11	0.07	0.09	0.07	0.11	0.08	0.45	0.27
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.032	0.035	0.034	0.033	0.041	0.059	0.12	0.12	0.11	0.12	0.11	0.16	0.12	0.08	0.08	0.07	0.11	0.08	0.44	0.28
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.006	0.004	0.003	0.002	0.004	0.006	0.012	0.007	0.007	0.008	0.011	0.010	0.008	0.007	0.008	0.006	0.008	0.008	0.039	0.011
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		18.2	10.3	7.7	6.6	10.0	9.7	9.9	5.8	6.0	6.8	10.2	6.0	6.5	7.9	9.7	8.0	7.5	9.9	8.8	4.0

附表 1-3-25 台州市环境监测中心站精密度测试数据（土壤实际样品中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 1.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.13	0.13	0.16	0.18	0.19	0.27	0.55	0.49	0.50	0.45	0.50	0.53	0.48	0.42	0.41	0.41	0.54	0.36	1.76	1.19
	2	0.12	0.14	0.18	0.19	0.24	0.30	0.54	0.54	0.44	0.50	0.47	0.51	0.59	0.49	0.41	0.38	0.48	0.37	1.85	1.21
	3	0.18	0.15	0.16	0.15	0.22	0.25	0.52	0.57	0.52	0.56	0.55	0.57	0.58	0.38	0.39	0.36	0.47	0.45	2.14	1.36
	4	0.14	0.17	0.19	0.19	0.22	0.25	0.59	0.55	0.55	0.51	0.51	0.58	0.48	0.37	0.35	0.35	0.48	0.45	2.31	1.31
	5	0.16	0.16	0.18	0.18	0.19	0.24	0.53	0.51	0.54	0.53	0.45	0.60	0.53	0.40	0.39	0.34	0.53	0.39	2.10	1.29
	6	0.13	0.19	0.17	0.16	0.20	0.26	0.65	0.61	0.50	0.55	0.51	0.61	0.50	0.38	0.36	0.33	0.49	0.45	2.23	1.31
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.14	0.16	0.17	0.17	0.21	0.26	0.56	0.55	0.51	0.52	0.50	0.57	0.53	0.41	0.39	0.36	0.50	0.41	2.07	1.28
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.021	0.019	0.010	0.017	0.022	0.019	0.049	0.043	0.039	0.040	0.036	0.041	0.050	0.045	0.025	0.031	0.028	0.045	0.215	0.066
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		14.7	12.1	5.8	9.8	10.7	7.1	8.8	7.9	7.6	7.7	7.1	7.1	9.5	11.1	6.6	8.6	5.7	10.9	10.4	5.1

附表 1-3-26 宁波市环境监测中心精密度测试数据（土壤实际样品中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度: BB-1 至 BB-30 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-49 至 BB-205 为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-206 至 BB-209 为 1.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.133	0.129	0.164	0.141	0.192	0.245	0.612	0.517	0.551	0.559	0.428	0.596	0.528	0.344	0.405	0.351	0.478	0.418	1.858	1.399
	2	0.119	0.138	0.185	0.18	0.19	0.243	0.619	0.591	0.472	0.504	0.51	0.543	0.459	0.382	0.332	0.315	0.55	0.374	2.016	1.163
	3	0.182	0.137	0.139	0.155	0.181	0.273	0.624	0.549	0.418	0.575	0.504	0.602	0.462	0.446	0.404	0.396	0.422	0.429	1.999	1.362
	4	0.129	0.128	0.198	0.15	0.196	0.247	0.514	0.513	0.546	0.474	0.425	0.555	0.45	0.41	0.366	0.335	0.539	0.452	1.867	1.288
	5	0.133	0.187	0.177	0.186	0.207	0.219	0.578	0.5	0.582	0.537	0.415	0.503	0.478	0.479	0.349	0.388	0.513	0.401	2.156	1.414
	6	0.138	0.192	0.161	0.162	0.172	0.248	0.505	0.525	0.564	0.568	0.417	0.601	0.484	0.388	0.338	0.296	0.441	0.446	2.01	1.28
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.139	0.152	0.171	0.162	0.19	0.246	0.575	0.532	0.522	0.536	0.45	0.567	0.477	0.408	0.365	0.347	0.491	0.42	1.984	1.318
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.022	0.029	0.021	0.018	0.012	0.017	0.054	0.033	0.063	0.040	0.044	0.040	0.028	0.048	0.032	0.040	0.052	0.029	0.111	0.094
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		15.8	19.3	12.2	10.9	6.3	7.0	9.3	6.2	12.1	7.4	9.9	7.1	5.9	11.8	8.8	11.5	10.7	7.0	5.6	7.1

附表 1-3-27 湖北省环境监测中心站精密度测试数据（土壤实际样品中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度: BB-1 至 BB-30 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-49 至 BB-205 为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-206 至 BB-209 为 1.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.134	0.147	0.16	0.152	0.184	0.299	0.561	0.56	0.541	0.48	0.512	0.48	0.524	0.379	0.39	0.355	0.543	0.442	2.09	1.452
	2	0.118	0.166	0.193	0.206	0.215	0.282	0.586	0.511	0.472	0.489	0.524	0.571	0.61	0.48	0.385	0.353	0.531	0.414	2.138	1.251
	3	0.2	0.147	0.159	0.144	0.215	0.253	0.52	0.631	0.52	0.56	0.524	0.485	0.525	0.429	0.376	0.343	0.52	0.47	2.098	1.388
	4	0.129	0.145	0.217	0.16	0.212	0.244	0.616	0.562	0.551	0.485	0.464	0.584	0.625	0.394	0.392	0.377	0.529	0.444	2.11	1.34
	5	0.136	0.172	0.162	0.169	0.205	0.247	0.639	0.57	0.521	0.493	0.483	0.507	0.55	0.421	0.393	0.384	0.538	0.405	2.057	1.452
	6	0.141	0.192	0.182	0.181	0.192	0.314	0.607	0.618	0.549	0.527	0.548	0.546	0.585	0.422	0.38	0.326	0.5	0.391	1.872	1.345
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.143	0.161	0.179	0.169	0.204	0.273	0.588	0.575	0.526	0.506	0.509	0.529	0.57	0.421	0.386	0.356	0.527	0.428	2.061	1.372
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.029	0.019	0.024	0.022	0.013	0.029	0.043	0.044	0.029	0.032	0.031	0.044	0.044	0.035	0.007	0.022	0.015	0.030	0.096	0.077
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		20.3	11.6	13.1	13.3	6.4	10.8	7.3	7.6	5.6	6.2	6.0	8.4	7.6	8.2	1.7	6.0	2.9	6.9	4.7	5.6

附表 1-3-28 泰州市环境监测中心站精密度测试数据（土壤实际样品中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度: BB-1 至 BB-30 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-49 至 BB-205 为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-206 至 BB-209 为 1.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.127	0.154	0.161	0.19	0.169	0.264	0.532	0.634	0.526	0.436	0.484	0.582	0.563	0.464	0.416	0.337	0.448	0.442	2.167	1.505
	2	0.125	0.137	0.193	0.16	0.245	0.292	0.641	0.505	0.472	0.534	0.544	0.505	0.495	0.404	0.318	0.308	0.55	0.458	1.975	1.125
	3	0.171	0.125	0.167	0.141	0.211	0.278	0.651	0.478	0.583	0.433	0.583	0.568	0.554	0.365	0.384	0.361	0.516	0.442	2.058	1.482
	4	0.112	0.127	0.197	0.193	0.198	0.275	0.576	0.599	0.471	0.459	0.516	0.608	0.496	0.374	0.362	0.424	0.499	0.457	2.07	1.483
	5	0.127	0.158	0.167	0.179	0.175	0.279	0.634	0.603	0.577	0.473	0.566	0.503	0.458	0.487	0.437	0.337	0.543	0.437	2.037	1.35
	6	0.125	0.177	0.207	0.154	0.228	0.294	0.641	0.525	0.584	0.558	0.577	0.647	0.504	0.366	0.338	0.347	0.51	0.379	1.971	1.489
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.131	0.146	0.182	0.17	0.204	0.28	0.612	0.557	0.535	0.482	0.545	0.569	0.512	0.41	0.376	0.352	0.511	0.436	2.046	1.406
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.020	0.020	0.019	0.021	0.030	0.011	0.048	0.063	0.054	0.052	0.039	0.057	0.040	0.053	0.046	0.039	0.036	0.029	0.072	0.149
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		15.6	14.0	10.6	12.4	14.5	4.1	7.8	11.3	10.1	10.8	7.1	10.0	7.8	13.0	12.2	11.1	7.1	6.7	3.5	10.6

附表 1-3-29 重庆市生态环境监测中心精密度测试数据（土壤实际样品中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度: BB-1 至 BB-30 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-49 至 BB-205 为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-206 至 BB-209 为 1.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.123	0.132	0.18	0.173	0.177	0.266	0.589	0.608	0.471	0.568	0.465	0.614	0.594	0.383	0.424	0.333	0.578	0.35	1.78	1.333
	2	0.126	0.132	0.161	0.213	0.23	0.235	0.614	0.606	0.458	0.543	0.495	0.601	0.506	0.422	0.385	0.367	0.506	0.386	1.955	1.074
	3	0.169	0.137	0.186	0.15	0.223	0.276	0.514	0.516	0.51	0.489	0.454	0.61	0.544	0.478	0.408	0.407	0.462	0.364	2.335	1.535
	4	0.145	0.17	0.181	0.175	0.177	0.242	0.48	0.475	0.536	0.546	0.454	0.576	0.527	0.455	0.428	0.303	0.494	0.473	2.272	1.548
	5	0.162	0.153	0.182	0.166	0.179	0.281	0.6	0.554	0.491	0.561	0.586	0.607	0.562	0.461	0.378	0.409	0.469	0.445	2.136	1.096
	6	0.11	0.211	0.188	0.165	0.194	0.248	0.646	0.558	0.439	0.481	0.504	0.466	0.55	0.388	0.338	0.306	0.47	0.47	2.208	1.175
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.139	0.156	0.18	0.174	0.196	0.258	0.574	0.553	0.484	0.531	0.493	0.579	0.547	0.431	0.393	0.354	0.497	0.415	2.114	1.294
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.023	0.031	0.010	0.021	0.024	0.019	0.063	0.052	0.036	0.037	0.050	0.057	0.03	0.040	0.034	0.048	0.043	0.054	0.21	0.213
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		16.8	19.7	5.4	12.3	12.3	7.4	11.1	9.3	7.3	7.0	10.1	9.9	5.5	9.2	8.6	13.5	8.7	13.2	9.9	16.4

附表 1-3-30 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室精密度测试数据（土壤实际样品中浓度加标）

		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 1.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.122	0.15	0.184	0.157	0.196	0.237	0.635	0.56	0.446	0.622	0.447	0.662	0.458	0.472	0.42	0.326	0.483	0.501	2.287	1.478
	2	0.152	0.14	0.2	0.195	0.282	0.347	0.553	0.511	0.64	0.538	0.645	0.647	0.506	0.497	0.353	0.304	0.521	0.535	2.406	1.365
	3	0.198	0.167	0.142	0.144	0.191	0.25	0.667	0.609	0.544	0.652	0.608	0.686	0.671	0.462	0.423	0.332	0.643	0.487	1.762	1.495
	4	0.157	0.153	0.225	0.156	0.235	0.224	0.509	0.524	0.441	0.678	0.445	0.702	0.677	0.418	0.351	0.424	0.479	0.481	2.012	1.444
	5	0.163	0.156	0.211	0.179	0.261	0.311	0.489	0.69	0.602	0.449	0.532	0.541	0.645	0.505	0.444	0.46	0.509	0.337	2.074	1.108
	6	0.164	0.22	0.189	0.196	0.198	0.338	0.493	0.733	0.514	0.671	0.422	0.596	0.672	0.507	0.489	0.439	0.485	0.435	2.244	1.75
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.159	0.164	0.192	0.171	0.227	0.285	0.558	0.604	0.531	0.602	0.516	0.639	0.605	0.477	0.413	0.381	0.52	0.463	2.131	1.44
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.024	0.029	0.028	0.022	0.038	0.054	0.076	0.091	0.081	0.090	0.094	0.060	0.097	0.034	0.053	0.067	0.063	0.069	0.231	0.208
相对标准 偏差 $RSD_i$ (%)		15.4	17.4	14.9	12.8	16.9	19.0	13.7	15.0	15.2	15.0	18.2	9.5	16.1	7.1	12.9	17.7	12.0	15.0	10.8	14.4



附表 1-3-31 台州市环境监测中心站精密度测试数据（土壤实际样品高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 2 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 5 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 (μg/kg)	1	0.622	0.577	0.572	0.517	0.599	0.934	1.965	1.936	1.616	2.013	1.744	2.137	1.831	1.556	1.179	1.151	1.723	1.56	7.278	4.851
	2	0.615	0.52	0.644	0.518	0.566	1.001	2.11	1.931	1.564	2.08	1.723	1.928	1.837	1.424	1.201	0.985	1.741	1.564	7.305	4.449
	3	0.629	0.553	0.632	0.508	0.659	1.001	2.075	1.973	2.112	1.882	1.795	2.014	1.868	1.362	1.208	1.252	1.685	1.472	7.752	4.797
	4	0.619	0.526	0.579	0.508	0.57	1.004	2.015	2.12	1.586	2.027	1.835	2.03	2.011	1.255	1.217	1.127	1.807	1.671	8.245	4.925
	5	0.533	0.506	0.561	0.501	0.596	0.997	2.107	2.006	1.987	1.951	1.834	1.917	1.98	1.386	1.206	1.175	1.791	1.388	7.73	4.845
	6	0.569	0.539	0.624	0.517	0.635	0.937	2.149	2.198	2.259	2.033	1.804	2.054	1.839	1.255	1.285	1.293	1.92	1.563	7.863	4.763
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.598	0.537	0.602	0.511	0.604	0.979	2.07	2.027	1.854	1.998	1.789	2.013	1.894	1.373	1.216	1.164	1.778	1.536	7.695	4.772
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.038	0.025	0.035	0.007	0.036	0.034	0.068	0.108	0.303	0.070	0.047	0.082	0.080	0.113	0.036	0.108	0.083	0.096	0.364	0.167
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		6.4	4.7	5.9	1.3	6.0	3.5	3.3	5.3	16.4	3.5	2.6	4.1	4.2	8.3	3.0	9.2	4.6	6.3	4.7	3.5

附表 1-3-32 宁波市环境监测中心精密度测试数据（土壤实际样品高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 2 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 5 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 (μg/kg)	1	0.522	0.477	0.555	0.544	0.594	0.954	1.905	2.018	1.716	2.135	1.778	2.037	1.904	1.408	1.264	1.151	1.723	1.658	7.569	4.851
	2	0.583	0.512	0.638	0.55	0.561	0.991	2.11	1.952	1.612	2	1.589	1.931	1.855	1.439	1.177	0.996	1.707	1.679	7.305	4.495
	3	0.552	0.476	0.626	0.528	0.679	0.981	2.012	1.914	2.29	1.862	1.867	1.97	2.022	1.307	1.159	1.278	1.617	1.442	7.235	4.341
	4	0.591	0.553	0.596	0.528	0.599	0.965	1.975	2.14	1.463	2.007	1.835	2.007	1.838	1.242	1.278	1.197	1.807	1.654	7.616	4.778
	5	0.43	0.506	0.555	0.517	0.62	0.997	1.963	2.127	2.089	1.892	1.677	1.9	1.96	1.413	1.218	1.13	1.773	1.46	7.656	4.798
	6	0.407	0.494	0.6	0.538	0.616	0.966	2.171	2.027	2.237	1.912	1.632	1.857	1.839	1.372	1.311	1.293	1.809	1.611	8.021	4.714
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.514	0.503	0.595	0.534	0.611	0.976	2.023	2.03	1.901	1.968	1.73	1.95	1.903	1.364	1.234	1.174	1.739	1.584	7.567	4.663
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.078	0.029	0.035	0.012	0.039	0.017	0.010	0.091	0.349	0.100	0.114	0.067	0.075	0.075	0.060	0.109	0.073	0.106	0.281	0.201
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		15.2	5.7	5.8	2.3	6.4	1.7	4.9	4.5	18.4	5.1	6.6	3.5	3.9	5.5	4.8	9.3	4.2	6.7	3.7	4.3

附表 1-3-33 湖北省环境监测中心站精密度测试数据（土壤实际样品高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.539	0.472	0.561	0.544	0.611	0.983	1.965	2.12	1.666	2.033	1.676	2.06	1.849	1.482	1.239	1.14	1.64	1.56	7.642	4.9
	2	0.511	0.522	0.619	0.529	0.596	0.933	2.131	1.992	1.596	2.08	1.623	1.833	1.874	1.498	1.165	0.985	1.657	1.597	7.457	4.77
	3	0.57	0.453	0.578	0.518	0.659	0.961	2.18	1.894	2.112	1.921	1.886	2.049	1.83	1.39	1.196	1.371	1.753	1.594	7.752	4.386
	4	0.487	0.564	0.573	0.523	0.605	0.956	1.935	2.036	1.586	1.987	1.854	2.064	1.972	1.281	1.241	1.197	1.898	1.671	8.088	4.681
	5	0.543	0.528	0.567	0.517	0.626	0.948	2.087	1.965	2.069	1.991	1.764	1.845	1.98	1.4	1.231	1.097	1.719	1.445	7.582	4.704
	6	0.472	0.503	0.63	0.56	0.629	0.976	2.149	2.113	2.086	2.053	1.804	2.048	1.73	1.333	1.298	1.182	1.772	1.658	7.863	4.811
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.52	0.507	0.588	0.532	0.621	0.959	2.074	2.02	1.852	2.011	1.768	1.983	1.872	1.397	1.228	1.162	1.74	1.587	7.73	4.709
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.037	0.040	0.029	0.017	0.022	0.018	0.101	0.088	0.261	0.057	0.102	0.112	0.094	0.084	0.045	0.127	0.093	0.081	0.224	0.176
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		7.1	7.9	5.0	3.2	3.6	1.9	4.9	4.3	14.1	2.8	5.8	5.6	5.0	6.0	3.7	11.0	5.4	5.1	2.9	3.7

附表 1-3-34 泰州市环境监测中心站精密度测试数据（土壤实际样品高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 2 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 5 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 (μg/kg)	1	0.533	0.487	0.566	0.528	0.611	0.944	1.965	2.058	1.666	2.114	1.693	2.017	1.831	1.526	1.239	1.187	1.589	1.56	7.642	5.045
	2	0.519	0.497	0.613	0.545	0.62	0.943	2.008	1.972	1.627	2.06	1.673	1.816	1.837	1.498	1.142	1.089	1.674	1.695	7.381	4.587
	3	0.548	0.467	0.572	0.528	0.666	0.961	2.159	2.012	2.134	2.018	1.886	2.006	1.907	1.445	1.232	1.292	1.634	1.457	7.383	4.797
	4	0.509	0.564	0.602	0.508	0.605	0.985	1.915	1.995	1.602	1.947	1.817	2.063	1.992	1.281	1.193	1.115	1.734	1.637	7.931	4.632
	5	0.514	0.522	0.539	0.512	0.602	0.938	2.025	2.046	1.927	2.01	1.66	1.881	1.864	1.292	1.28	1.108	1.737	1.474	7.73	4.61
	6	0.457	0.474	0.588	0.538	0.622	0.976	2.192	2.07	2.216	1.993	1.804	1.997	1.785	1.255	1.324	1.231	1.883	1.5	8.339	4.811
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.513	0.502	0.58	0.526	0.621	0.958	2.044	2.026	1.862	2.024	1.755	1.963	1.869	1.383	1.235	1.17	1.709	1.554	7.734	4.747
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.031	0.036	0.027	0.014	0.023	0.019	0.109	0.039	0.270	0.058	0.093	0.094	0.072	0.121	0.064	0.080	0.103	0.096	0.364	0.175
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		6.0	7.2	4.6	2.8	3.7	2.0	5.3	1.9	14.5	2.8	5.3	4.8	3.9	8.7	5.2	6.9	6.0	6.1	4.7	3.7

附表 1-3-35 重庆市生态环境监测中心精密度测试数据（土壤实际样品高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 2 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 5 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 (μg/kg)	1	0.513	0.472	0.578	0.555	0.594	0.993	1.905	2.018	1.733	1.972	1.608	2.162	1.813	1.452	1.251	1.234	1.656	1.593	7.06	4.705
	2	0.583	0.482	0.595	0.561	0.62	0.953	2.029	2.074	1.548	2.08	1.64	1.89	1.764	1.483	1.118	1.068	1.741	1.662	7.837	4.404
	3	0.534	0.49	0.632	0.534	0.633	1.02	2.054	1.894	2.312	2.018	1.759	2.135	1.965	1.362	1.257	1.384	1.702	1.488	7.678	4.752
	4	0.507	0.575	0.579	0.508	0.576	1.014	2.095	2.182	1.586	2.107	1.891	2.086	1.953	1.242	1.254	1.127	1.825	1.571	7.538	4.681
	5	0.543	0.538	0.567	0.512	0.59	0.938	1.963	1.985	1.987	1.892	1.712	1.956	1.922	1.333	1.218	1.119	1.881	1.374	7.73	4.657
	6	0.504	0.489	0.612	0.549	0.616	0.995	2.064	2.091	2.151	1.973	1.718	2.049	1.912	1.268	1.298	1.243	1.791	1.532	7.783	4.617
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.531	0.508	0.594	0.536	0.605	0.985	2.018	2.041	1.886	2.007	1.721	2.046	1.888	1.357	1.233	1.196	1.766	1.537	7.604	4.636
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.03	0.040	0.024	0.023	0.021	0.033	0.071	0.099	0.313	0.079	0.1	0.105	0.081	0.097	0.062	0.115	0.082	0.099	0.286	0.123
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		5.6	7.9	4.1	4.2	3.5	3.4	3.5	4.8	16.6	3.9	5.8	5.1	4.3	7.1	5.0	9.6	4.7	6.5	3.8	2.6

附表 1-3-36 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室精密度测试数据（土壤实际样品高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 2 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 5 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 (μg/kg)	1	0.422	0.496	0.555	0.544	0.605	1.022	1.965	1.977	1.733	2.114	1.727	2.018	1.758	1.497	1.227	1.223	1.757	1.609	7.642	4.9
	2	0.395	0.482	0.644	0.55	0.608	0.991	1.988	2.013	1.501	1.92	1.74	1.947	1.819	1.483	1.189	1.037	1.674	1.662	7.609	4.816
	3	0.466	0.481	0.578	0.487	0.666	0.932	2.18	1.953	2.156	1.882	1.886	2.151	1.984	1.362	1.183	1.344	1.719	1.503	7.162	4.432
	4	0.399	0.564	0.562	0.502	0.559	0.975	1.915	2.14	1.463	2.047	1.78	1.89	1.858	1.294	1.266	1.209	1.752	1.737	7.773	5.12
	5	0.337	0.538	0.55	0.512	0.626	0.957	2.128	2.127	2.008	2.03	1.66	1.998	2.018	1.373	1.231	1.074	1.791	1.46	7.136	4.563
	6	0.407	0.46	0.57	0.533	0.622	0.976	2.043	2.198	2.194	2.033	1.684	1.915	1.785	1.281	1.285	1.256	1.883	1.532	7.624	5.103
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.404	0.504	0.576	0.522	0.614	0.976	2.036	2.068	1.842	2.004	1.746	1.986	1.87	1.382	1.23	1.191	1.763	1.584	7.491	4.822
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.042	0.040	0.034	0.025	0.035	0.031	0.101	0.1	0.323	0.087	0.080	0.094	0.107	0.092	0.040	0.115	0.071	0.105	0.272	0.280
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		10.4	7.9	6.0	4.8	5.7	3.1	5.0	4.8	17.5	4.3	4.6	4.7	5.7	6.6	3.3	9.7	4.0	6.6	3.6	5.8

附表 1-3-37 台州市环境监测中心站精密度测试数据（沉积物实际样品低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.024	0.036	0.036	0.030	0.036	0.062	0.114	0.115	0.098	0.119	0.098	0.132	0.123	0.092	0.070	0.081	0.124	0.076	0.484	0.282
	2	0.030	0.045	0.037	0.037	0.045	0.060	0.107	0.103	0.102	0.093	0.098	0.135	0.125	0.070	0.077	0.070	0.118	0.081	0.394	0.261
	3	0.020	0.035	0.034	0.027	0.050	0.050	0.112	0.115	0.106	0.108	0.092	0.103	0.102	0.085	0.082	0.083	0.091	0.081	0.426	0.311
	4	0.030	0.038	0.037	0.037	0.046	0.059	0.116	0.119	0.106	0.118	0.089	0.106	0.103	0.093	0.084	0.078	0.109	0.088	0.422	0.251
	5	0.033	0.030	0.030	0.033	0.037	0.061	0.117	0.098	0.123	0.093	0.103	0.097	0.117	0.069	0.071	0.079	0.109	0.080	0.418	0.276
	6	0.023	0.032	0.036	0.033	0.037	0.053	0.105	0.133	0.131	0.096	0.114	0.111	0.119	0.081	0.070	0.073	0.114	0.075	0.424	0.238
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.0265	0.027	0.036	0.035	0.033	0.042	0.058	0.112	0.114	0.111	0.104	0.099	0.114	0.115	0.082	0.076	0.077	0.111	0.080	0.428	
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.00495	0.005	0.005	0.002	0.004	0.006	0.005	0.005	0.013	0.013	0.012	0.009	0.016	0.010	0.010	0.006	0.005	0.011	0.005	0.030	
相对标准偏差 $RSD_i(\%)$	18.7	14.4	6.8	11.5	13.9	8.7	4.2	11.0	11.8	11.4	8.7	13.8	8.8	12.4	8.4	6.6	10.3	5.8	7.0	9.5	

附表 1-3-38 宁波市环境监测中心精密度测试数据（沉积物实际样品低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.023	0.038	0.031	0.037	0.040	0.049	0.111	0.113	0.108	0.109	0.105	0.103	0.104	0.069	0.067	0.087	0.095	0.069	0.462	0.330
	2	0.027	0.044	0.039	0.029	0.037	0.048	0.122	0.090	0.114	0.098	0.090	0.107	0.130	0.085	0.075	0.075	0.113	0.087	0.444	0.232
	3	0.025	0.033	0.034	0.032	0.038	0.054	0.094	0.132	0.117	0.098	0.096	0.124	0.111	0.079	0.085	0.086	0.114	0.070	0.462	0.239
	4	0.029	0.036	0.036	0.032	0.042	0.048	0.092	0.099	0.128	0.118	0.105	0.099	0.118	0.076	0.065	0.071	0.112	0.084	0.449	0.319
	5	0.037	0.032	0.035	0.033	0.033	0.057	0.094	0.105	0.100	0.116	0.109	0.100	0.127	0.073	0.077	0.077	0.103	0.078	0.431	0.273
	6	0.027	0.037	0.031	0.030	0.045	0.059	0.110	0.132	0.127	0.104	0.110	0.112	0.116	0.074	0.067	0.085	0.110	0.089	0.474	0.276
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.028	0.028	0.037	0.034	0.032	0.039	0.053	0.104	0.112	0.116	0.107	0.102	0.108	0.118	0.076	0.073	0.080	0.108	0.079	0.454
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.005	0.005	0.004	0.003	0.003	0.004	0.005	0.012	0.017	0.011	0.008	0.008	0.009	0.010	0.006	0.008	0.007	0.008	0.008	0.015
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		17.9	11.9	9.2	9.0	11.0	9.5	11.9	15.4	9.1	7.8	7.8	8.7	8.2	7.2	10.8	8.4	7.1	10.7	3.4	14.3



附表 1-3-39 湖北省环境监测中心站精密度测试数据（沉积物实际样品低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 0.1 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 0.25 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 (μg/kg)	1	0.033	0.034	0.032	0.047	0.062	0.093	0.112	0.119	0.103	0.110	0.121	0.118	0.093	0.080	0.070	0.094	0.075	0.395	0.261	0.033
	2	0.042	0.033	0.030	0.037	0.050	0.127	0.114	0.121	0.101	0.102	0.136	0.131	0.067	0.073	0.075	0.099	0.072	0.390	0.288	0.042
	3	0.029	0.041	0.034	0.042	0.060	0.112	0.137	0.103	0.113	0.104	0.129	0.114	0.073	0.067	0.078	0.097	0.084	0.417	0.250	0.029
	4	0.031	0.033	0.028	0.046	0.050	0.116	0.108	0.111	0.101	0.107	0.124	0.093	0.093	0.084	0.077	0.091	0.090	0.458	0.289	0.031
	5	0.039	0.041	0.032	0.038	0.058	0.119	0.109	0.100	0.107	0.099	0.118	0.116	0.089	0.087	0.073	0.111	0.080	0.440	0.257	0.039
	6	0.033	0.036	0.030	0.038	0.066	0.119	0.130	0.129	0.094	0.104	0.109	0.108	0.093	0.069	0.071	0.100	0.090	0.420	0.225	0.033
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.0345	0.035	0.036	0.031	0.041	0.057	0.114	0.119	0.114	0.103	0.104	0.123	0.113	0.085	0.077	0.074	0.099	0.082	0.420	0.262
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.005	0.005	0.004	0.002	0.004	0.007	0.011	0.012	0.011	0.007	0.004	0.009	0.013	0.011	0.008	0.003	0.007	0.008	0.026	0.024
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		11.9	14.7	10.1	6.9	10.8	11.4	10.0	10.0	9.7	6.4	3.8	7.6	11.1	13.5	10.8	4.3	7.2	9.4	6.2	9.2

附表 1-3-40 泰州市环境监测中心站精密度测试数据（沉积物实际样品低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.021	0.038	0.035	0.036	0.042	0.057	0.106	0.099	0.109	0.113	0.102	0.113	0.114	0.086	0.080	0.079	0.106	0.080	0.440	0.282
	2	0.027	0.038	0.035	0.036	0.041	0.059	0.110	0.110	0.106	0.108	0.098	0.119	0.113	0.081	0.074	0.070	0.102	0.082	0.430	0.267
	3	0.023	0.030	0.036	0.029	0.045	0.058	0.110	0.121	0.108	0.106	0.102	0.115	0.110	0.080	0.077	0.074	0.098	0.077	0.448	0.264
	4	0.030	0.034	0.038	0.033	0.046	0.055	0.108	0.107	0.106	0.101	0.100	0.112	0.106	0.085	0.078	0.070	0.094	0.085	0.458	0.301
	5	0.031	0.036	0.034	0.035	0.039	0.056	0.108	0.102	0.117	0.108	0.105	0.108	0.120	0.077	0.077	0.073	0.104	0.084	0.431	0.279
	6	0.023	0.031	0.036	0.031	0.042	0.058	0.112	0.123	0.120	0.100	0.096	0.117	0.112	0.085	0.073	0.074	0.110	0.077	0.442	0.254
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.026	0.026	0.034	0.036	0.033	0.043	0.057	0.109	0.110	0.111	0.106	0.100	0.114	0.113	0.082	0.077	0.073	0.102	0.081	0.442
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.004	0.004	0.004	0.001	0.003	0.003	0.001	0.002	0.010	0.006	0.005	0.003	0.004	0.004	0.004	0.003	0.003	0.006	0.004	0.011
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		16.6	10.6	3.1	8.0	6.4	2.5	2.1	9.0	5.3	4.6	3.2	3.5	4.0	4.4	3.3	4.6	5.6	4.3	2.4	6.0

附表 1-3-41 重庆市生态环境监测中心精密度测试数据（沉积物实际样品低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.022	0.035	0.035	0.036	0.041	0.058	0.109	0.098	0.114	0.109	0.102	0.114	0.113	0.086	0.079	0.076	0.112	0.079	0.435	0.306
	2	0.028	0.038	0.037	0.036	0.042	0.055	0.120	0.102	0.105	0.108	0.106	0.116	0.117	0.081	0.075	0.075	0.105	0.078	0.435	0.253
	3	0.022	0.030	0.034	0.029	0.046	0.055	0.105	0.114	0.112	0.104	0.110	0.116	0.103	0.076	0.076	0.075	0.105	0.077	0.439	0.270
	4	0.031	0.033	0.035	0.032	0.042	0.054	0.110	0.108	0.114	0.108	0.102	0.112	0.106	0.079	0.075	0.072	0.100	0.082	0.445	0.301
	5	0.031	0.035	0.036	0.033	0.036	0.056	0.109	0.104	0.114	0.106	0.107	0.109	0.114	0.077	0.081	0.072	0.105	0.079	0.459	0.285
	6	0.025	0.031	0.035	0.029	0.040	0.061	0.118	0.117	0.115	0.098	0.104	0.119	0.106	0.078	0.075	0.074	0.108	0.078	0.470	0.257
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.0264	0.026	0.034	0.035	0.033	0.041	0.056	0.112	0.107	0.112	0.106	0.105	0.114	0.110	0.080	0.077	0.074	0.106	0.079	0.447
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.004	0.004	0.003	0.001	0.003	0.003	0.003	0.006	0.007	0.004	0.004	0.003	0.004	0.006	0.004	0.003	0.002	0.004	0.002	0.014
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		15.8	8.7	2.4	9.3	7.7	4.5	5.1	6.9	3.4	4.0	3.1	3.2	5.2	4.5	3.4	2.4	3.8	2.3	3.2	8.0

附表 1-3-42 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室精密度测试数据（沉积物实际样品低浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.023	0.039	0.037	0.031	0.036	0.062	0.109	0.095	0.104	0.130	0.097	0.119	0.097	0.087	0.073	0.071	0.105	0.091	0.389	0.300
	2	0.026	0.044	0.038	0.031	0.039	0.050	0.127	0.095	0.113	0.113	0.096	0.109	0.119	0.069	0.073	0.076	0.108	0.074	0.381	0.285
	3	0.023	0.033	0.033	0.026	0.046	0.050	0.121	0.120	0.119	0.100	0.113	0.102	0.094	0.086	0.071	0.069	0.118	0.073	0.375	0.242
	4	0.031	0.036	0.036	0.030	0.042	0.059	0.104	0.102	0.116	0.097	0.119	0.108	0.100	0.073	0.070	0.081	0.093	0.084	0.423	0.307
	5	0.028	0.036	0.034	0.030	0.041	0.060	0.102	0.113	0.127	0.109	0.120	0.095	0.123	0.071	0.090	0.071	0.108	0.070	0.420	0.243
	6	0.021	0.036	0.036	0.027	0.039	0.058	0.123	0.101	0.100	0.096	0.089	0.105	0.123	0.071	0.070	0.073	0.105	0.088	0.417	0.276
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.0253	0.025	0.037	0.036	0.029	0.041	0.056	0.114	0.104	0.113	0.108	0.106	0.106	0.109	0.076	0.075	0.074	0.106	0.080	0.401
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.004	0.004	0.004	0.002	0.002	0.003	0.005	0.011	0.010	0.010	0.013	0.013	0.008	0.014	0.008	0.008	0.004	0.008	0.009	0.022
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		14.9	10.1	5.2	7.0	7.7	9.4	9.2	10.0	8.7	12.1	12.5	7.8	12.6	10.5	10.1	6.1	7.7	10.8	5.4	10.1

附表 1-3-43 台州市环境监测中心站精密度测试数据（沉积物实际样品中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度: BB-1 至 BB-30 为 0.25 μg/kg, BB-49 至 BB-205 为 0.5 μg/kg, BB-206 至 BB-209 为 1.25 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 (μg/kg)	1	0.152	0.191	0.16	0.133	0.196	0.28 4	0.569	0.494	0.511	0.525	0.469	0.571	0.51 6	0.53	0.415	0.352	0.515	0.408	1.99 3	1.12 1
	2	0.124	0.188	0.189	0.164	0.199	0.26 9	0.56	0.507	0.552	0.553	0.454	0.481	0.50 3	0.474	0.408	0.348	0.466	0.436	1.97 2	1.17 9
	3	0.128	0.204	0.191	0.163	0.204	0.3	0.57	0.584	0.471	0.567	0.505	0.503	0.56	0.469	0.405	0.323	0.542	0.385	2.03 7	1.30 1
	4	0.138	0.163	0.152	0.135	0.2	0.26 4	0.619	0.515	0.5	0.526	0.487	0.569	0.49 8	0.469	0.408	0.317	0.454	0.406	1.98 6	1.36 8
	5	0.122	0.165	0.165	0.152	0.211	0.27 7	0.512	0.474	0.457	0.438	0.452	0.523	0.54 8	0.465	0.382	0.344	0.458	0.424	1.67	1.09 8
	6	0.125	0.192	0.159	0.151	0.193	0.28 7	0.621	0.571	0.502	0.536	0.451	0.505	0.46 7	0.5	0.344	0.305	0.545	0.406	2.02 5	1.28 9
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.132	0.184	0.169	0.15	0.2	0.28	0.575	0.524	0.499	0.524	0.47	0.525	0.51 5	0.485	0.394	0.331	0.497	0.411	1.94 7	1.22 6
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.011 5	0.016 3	0.016 7	0.013 2	0.0064 5	0.01 3	0.040 8	0.043 8	0.033 3	0.045 1	0.021 9	0.037 2	0.03 4	0.025 8	0.026 9	0.019 2	0.042 2	0.017 6	0.13 8	0.10 9
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		8.8	8.9	9.8	8.8	3.2	4.6	7.1	8.4	6.7	8.6	4.7	7.1	6.6	5.3	6.8	5.8	8.5	4.3	7.1	8.9

附表 1-3-44 宁波市环境监测中心精密度测试数据（沉积物实际样品中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 1.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.157	0.195	0.178	0.145	0.192	0.301	0.508	0.478	0.542	0.495	0.455	0.513	0.531	0.530	0.370	0.345	0.535	0.364	1.894	1.358
	2	0.119	0.186	0.189	0.139	0.196	0.269	0.521	0.518	0.526	0.486	0.454	0.523	0.492	0.546	0.378	0.358	0.457	0.420	2.009	1.243
	3	0.118	0.220	0.177	0.175	0.200	0.267	0.520	0.579	0.481	0.504	0.495	0.518	0.458	0.484	0.439	0.313	0.482	0.389	2.057	1.288
	4	0.127	0.177	0.167	0.119	0.229	0.243	0.591	0.567	0.495	0.557	0.496	0.575	0.549	0.490	0.433	0.324	0.459	0.410	1.895	1.248
	5	0.092	0.151	0.173	0.141	0.207	0.258	0.556	0.538	0.510	0.463	0.509	0.570	0.482	0.511	0.430	0.354	0.497	0.420	1.835	1.147
	6	0.146	0.169	0.182	0.168	0.185	0.242	0.599	0.566	0.517	0.496	0.524	0.548	0.472	0.515	0.363	0.298	0.540	0.367	1.887	1.263
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.126	0.126	0.183	0.178	0.148	0.201	0.263	0.549	0.541	0.512	0.500	0.489	0.541	0.497	0.513	0.402	0.332	0.495	0.395	1.930
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.023	0.023	0.024	0.008	0.021	0.015	0.022	0.039	0.038	0.022	0.031	0.029	0.027	0.035	0.024	0.035	0.024	0.036	0.026	0.084
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		18.1	12.9	4.3	14.0	7.6	8.3	7.1	7.0	4.2	6.2	5.9	5.0	7.1	4.6	8.8	7.3	7.3	6.5	4.4	5.5

附表 1-3-45 湖北省环境监测中心站精密度测试数据（沉积物实际样品中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 1.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.141	0.213	0.178	0.136	0.222	0.304	0.580	0.510	0.505	0.530	0.494	0.566	0.521	0.510	0.411	0.376	0.545	0.380	2.151	1.271
	2	0.129	0.204	0.191	0.145	0.211	0.271	0.589	0.528	0.558	0.548	0.478	0.476	0.534	0.536	0.360	0.368	0.476	0.412	2.046	1.255
	3	0.138	0.212	0.173	0.181	0.208	0.289	0.565	0.504	0.481	0.572	0.457	0.487	0.519	0.505	0.435	0.310	0.492	0.409	2.197	1.104
	4	0.121	0.172	0.177	0.128	0.214	0.278	0.546	0.504	0.439	0.511	0.482	0.479	0.493	0.561	0.375	0.314	0.543	0.378	1.676	1.448
	5	0.102	0.151	0.184	0.141	0.226	0.258	0.600	0.490	0.447	0.516	0.514	0.476	0.527	0.557	0.370	0.326	0.521	0.372	1.688	1.269
	6	0.131	0.192	0.170	0.147	0.213	0.258	0.610	0.534	0.565	0.511	0.461	0.505	0.523	0.525	0.337	0.356	0.485	0.402	2.045	1.211
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.127	0.127	0.191	0.179	0.146	0.216	0.276	0.581	0.512	0.499	0.531	0.481	0.498	0.520	0.532	0.381	0.342	0.510	0.392	1.967
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.014	0.014	0.025	0.008	0.018	0.007	0.018	0.023	0.016	0.054	0.025	0.021	0.035	0.014	0.024	0.036	0.029	0.030	0.018	0.228
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		11.0	13.0	4.2	12.4	3.2	6.5	4.0	3.2	10.8	4.6	4.4	7.0	2.7	4.4	9.4	8.4	5.9	4.5	11.6	8.8

附表 1-3-46 泰州市环境监测中心站精密度测试数据（沉积物实际样品中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 1.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.152	0.197	0.180	0.161	0.214	0.258	0.502	0.468	0.500	0.505	0.513	0.518	0.552	0.546	0.382	0.362	0.455	0.384	2.012	1.121
	2	0.126	0.210	0.178	0.141	0.192	0.260	0.526	0.518	0.531	0.522	0.478	0.518	0.462	0.546	0.375	0.341	0.506	0.396	1.804	1.205
	3	0.121	0.198	0.177	0.168	0.206	0.267	0.570	0.504	0.512	0.468	0.486	0.566	0.478	0.474	0.380	0.329	0.452	0.417	2.197	1.227
	4	0.126	0.190	0.163	0.131	0.202	0.267	0.529	0.530	0.514	0.455	0.443	0.580	0.538	0.525	0.408	0.353	0.489	0.378	2.004	1.355
	5	0.097	0.180	0.160	0.157	0.188	0.263	0.589	0.532	0.491	0.536	0.466	0.565	0.542	0.506	0.402	0.364	0.477	0.384	1.780	1.305
	6	0.145	0.178	0.184	0.149	0.223	0.261	0.536	0.539	0.533	0.461	0.446	0.570	0.472	0.525	0.396	0.343	0.520	0.390	1.986	1.237
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.128	0.128	0.192	0.174	0.151	0.204	0.263	0.542	0.515	0.514	0.491	0.472	0.553	0.508	0.520	0.391	0.349	0.483	0.391	1.964
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.019	0.019	0.012	0.010	0.014	0.013	0.004	0.032	0.026	0.017	0.034	0.026	0.027	0.041	0.027	0.013	0.014	0.027	0.014	0.154
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		15.2	6.3	5.6	9.1	6.4	1.4	5.8	5.1	3.3	7.0	5.6	5.0	8.0	5.2	3.4	3.9	5.6	3.6	7.8	6.5



附表 1-3-47 重庆市生态环境监测中心精密度测试数据（沉积物实际样品中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 1.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.152	0.197	0.158	0.155	0.186	0.295	0.591	0.515	0.521	0.485	0.499	0.497	0.455	0.494	0.407	0.380	0.470	0.364	1.835	1.258
	2	0.118	0.222	0.181	0.168	0.207	0.285	0.549	0.518	0.537	0.512	0.478	0.560	0.549	0.479	0.397	0.365	0.530	0.384	1.953	1.255
	3	0.120	0.223	0.188	0.172	0.206	0.278	0.615	0.526	0.512	0.562	0.471	0.524	0.540	0.546	0.418	0.342	0.542	0.365	1.837	1.313
	4	0.131	0.179	0.182	0.144	0.200	0.270	0.524	0.525	0.509	0.476	0.525	0.564	0.498	0.551	0.391	0.356	0.519	0.410	1.640	1.275
	5	0.110	0.175	0.153	0.152	0.197	0.308	0.496	0.574	0.471	0.468	0.471	0.549	0.512	0.480	0.406	0.316	0.487	0.400	1.725	1.220
	6	0.131	0.167	0.181	0.164	0.211	0.261	0.570	0.566	0.491	0.536	0.466	0.489	0.478	0.550	0.404	0.330	0.540	0.410	2.025	1.380
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.127	0.127	0.194	0.174	0.159	0.201	0.283	0.557	0.537	0.507	0.506	0.485	0.530	0.505	0.517	0.404	0.348	0.515	0.389	1.836
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.015	0.015	0.024	0.014	0.011	0.009	0.017	0.044	0.026	0.023	0.037	0.023	0.032	0.036	0.036	0.009	0.023	0.030	0.021	0.142
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		11.6	12.5	8.2	6.6	4.5	6.1	7.8	4.8	4.5	7.3	4.7	6.1	7.1	6.9	2.3	6.7	5.7	5.4	7.7	4.4

附表 1-3-48 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室精密度测试数据（沉积物实际样品中浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 1.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.139	0.203	0.153	0.147	0.206	0.284	0.546	0.484	0.573	0.505	0.489	0.503	0.476	0.468	0.374	0.328	0.470	0.416	1.993	1.296
	2	0.119	0.202	0.181	0.161	0.205	0.258	0.600	0.481	0.521	0.553	0.459	0.575	0.513	0.459	0.378	0.368	0.481	0.440	1.693	1.255
	3	0.134	0.191	0.182	0.166	0.204	0.281	0.520	0.483	0.512	0.468	0.466	0.545	0.534	0.469	0.393	0.336	0.462	0.405	1.997	1.264
	4	0.134	0.192	0.165	0.140	0.200	0.259	0.540	0.488	0.514	0.476	0.516	0.532	0.544	0.485	0.391	0.320	0.479	0.442	1.895	1.434
	5	0.111	0.173	0.173	0.133	0.215	0.255	0.496	0.501	0.525	0.536	0.495	0.544	0.472	0.485	0.370	0.312	0.477	0.420	1.817	1.232
	6	0.138	0.188	0.188	0.149	0.217	0.258	0.581	0.539	0.560	0.506	0.485	0.505	0.467	0.525	0.385	0.350	0.460	0.378	1.986	1.393
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.129	0.129	0.192	0.174	0.149	0.208	0.266	0.547	0.496	0.534	0.507	0.485	0.534	0.501	0.482	0.382	0.336	0.472	0.417	1.897
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.011	0.011	0.011	0.013	0.012	0.007	0.013	0.038	0.022	0.026	0.033	0.020	0.027	0.034	0.024	0.009	0.021	0.009	0.024	0.123
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		8.8	5.7	7.3	8.3	3.3	4.9	7.0	4.5	4.8	6.5	4.2	5.1	6.8	4.9	2.5	6.1	1.9	5.7	6.5	6.3

附表 1-3-49 台州市环境监测中心站精密度测试数据（沉积物实际样品高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 2 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 5 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 (μg/kg)	1	0.624	0.495	0.529	0.526	0.671	0.976	1.919	2.057	1.994	1.936	1.789	2.065	1.833	1.404	1.398	1.396	1.865	1.276	7.461	4.362
	2	0.682	0.565	0.602	0.536	0.711	0.974	1.994	1.924	1.878	1.943	1.814	1.931	1.995	1.407	1.246	1.135	1.699	1.538	7.255	4.473
	3	0.495	0.548	0.627	0.516	0.736	0.924	2.066	1.952	2.078	2.051	1.848	1.937	1.929	1.423	1.230	1.154	1.770	1.344	6.879	4.451
	4	0.591	0.492	0.556	0.552	0.625	0.989	1.905	2.159	1.817	2.033	1.943	1.908	1.823	1.439	1.182	1.158	1.730	1.392	7.147	4.823
	5	0.562	0.517	0.596	0.549	0.643	0.988	1.978	1.902	1.993	2.001	1.935	1.947	1.812	1.492	1.168	1.218	1.821	1.407	7.268	4.517
	6	0.654	0.464	0.565	0.522	0.671	0.903	1.850	2.043	2.046	1.963	1.869	1.959	1.972	1.484	1.175	1.167	1.721	1.504	6.899	4.834
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.602	0.602	0.513	0.579	0.534	0.676	0.959	1.952	2.006	1.967	1.988	1.866	1.958	1.894	1.442	1.233	1.205	1.768	1.410	7.151
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.067	0.067	0.038	0.036	0.015	0.042	0.036	0.076	0.098	0.100	0.048	0.063	0.055	0.081	0.038	0.087	0.098	0.064	0.098	0.227
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		11.2	7.3	6.2	2.7	6.1	3.8	3.9	4.9	5.1	2.4	3.4	2.8	4.3	2.7	7.0	8.1	3.6	6.9	3.2	4.4

附表 1-3-50 宁波市环境监测中心精密度测试数据（沉积物实际样品高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.611	0.470	0.557	0.564	0.665	0.900	1.938	2.037	1.973	2.098	1.843	2.065	1.928	1.431	1.344	1.302	1.809	1.343	7.535	4.771
	2	0.656	0.532	0.572	0.553	0.684	0.993	2.035	1.886	1.897	1.903	1.742	1.992	1.956	1.339	1.338	1.135	1.770	1.570	6.824	4.519
	3	0.516	0.542	0.646	0.527	0.708	0.963	2.045	1.933	1.997	1.992	1.848	1.917	1.986	1.409	1.157	1.154	1.752	1.400	7.531	4.685
	4	0.557	0.502	0.567	0.541	0.613	0.933	2.105	1.974	1.912	2.053	1.983	1.890	1.785	1.411	1.243	1.146	1.694	1.338	7.580	4.823
	5	0.557	0.491	0.544	0.538	0.649	0.894	2.186	1.922	1.974	1.921	1.895	1.928	1.812	1.391	1.202	1.170	1.857	1.364	7.056	4.747
	6	0.648	0.469	0.560	0.549	0.658	0.959	2.023	2.023	2.065	2.042	2.044	1.864	1.972	1.499	1.163	1.167	1.903	1.519	6.970	4.881
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.591	0.591	0.501	0.574	0.545	0.663	0.940	2.056	1.962	1.970	2.002	1.893	1.943	1.907	1.413	1.241	1.179	1.797	1.422	7.249
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.056	0.056	0.031	0.036	0.013	0.032	0.039	0.083	0.060	0.061	0.077	0.108	0.074	0.086	0.052	0.083	0.062	0.075	0.098	0.336
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		9.5	6.1	6.3	2.4	4.9	4.1	4.1	3.0	3.1	3.9	5.7	3.8	4.5	3.7	6.7	5.2	4.2	6.9	4.6	2.7

附表 1-3-51 湖北省环境监测中心站精密度测试数据（沉积物实际样品高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-49 至 BB-205 为 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，BB-206 至 BB-209 为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.649	0.485	0.557	0.564	0.658	0.900	1.938	1.881	2.160	1.977	1.734	1.984	1.814	1.321	1.304	1.382	1.865	1.397	7.092	4.635
	2	0.643	0.554	0.590	0.581	0.670	0.899	2.138	1.886	1.859	1.903	1.867	2.135	1.822	1.298	1.378	1.123	1.717	1.601	7.039	4.845
	3	0.495	0.548	0.627	0.548	0.680	0.963	2.066	1.856	2.078	1.953	1.924	1.937	1.948	1.353	1.255	1.250	1.807	1.358	6.879	4.544
	4	0.546	0.492	0.596	0.575	0.571	0.942	2.045	1.974	1.969	1.973	1.865	1.852	1.935	1.454	1.207	1.146	1.800	1.351	7.219	4.870
	5	0.579	0.512	0.550	0.522	0.669	0.922	2.061	1.980	1.955	2.001	1.875	1.891	1.907	1.420	1.133	1.266	1.767	1.449	6.985	4.471
	6	0.674	0.492	0.571	0.560	0.712	0.978	1.985	1.982	2.006	2.042	1.928	1.940	1.953	1.425	1.200	1.226	1.866	1.563	7.402	4.976
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.598	0.598	0.514	0.582	0.558	0.660	0.934	2.039	1.926	2.004	1.975	1.865	1.956	1.897	1.378	1.246	1.232	1.804	1.453	7.103
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.069	0.069	0.030	0.029	0.021	0.047	0.033	0.070	0.058	0.104	0.047	0.070	0.098	0.063	0.063	0.086	0.093	0.058	0.106	0.185
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		11.6	5.9	4.9	3.8	7.2	3.5	3.4	3.0	5.2	2.4	3.8	5.0	3.3	4.6	6.9	7.6	3.2	7.3	2.6	4.3

附表 1-3-52 泰州市环境监测中心站精密度测试数据（沉积物实际样品高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 2 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 5 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 (μg/kg)	1	0.617	0.515	0.579	0.543	0.665	0.938	1.880	1.998	2.181	2.037	1.734	2.147	2.004	1.417	1.291	1.288	1.828	1.316	7.461	4.726
	2	0.656	0.554	0.590	0.592	0.677	0.899	1.974	1.981	1.878	2.063	1.867	1.972	1.860	1.325	1.312	1.203	1.717	1.476	6.896	4.799
	3	0.531	0.564	0.621	0.516	0.736	0.915	1.985	2.010	2.098	1.914	1.981	2.097	1.891	1.437	1.242	1.178	1.807	1.386	7.458	4.779
	4	0.569	0.538	0.567	0.580	0.601	0.951	2.105	1.974	1.931	1.973	2.042	1.815	1.898	1.454	1.256	1.182	1.712	1.351	7.580	4.917
	5	0.596	0.512	0.596	0.511	0.689	0.894	1.999	1.941	1.898	2.061	2.053	1.835	1.812	1.507	1.121	1.182	1.821	1.421	6.703	4.793
	6	0.661	0.488	0.577	0.533	0.658	0.968	1.831	2.023	1.947	2.062	1.908	1.883	1.877	1.499	1.273	1.179	1.884	1.415	6.827	4.929
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.605	0.605	0.528	0.588	0.546	0.671	0.928	1.962	1.988	1.989	2.018	1.931	1.958	1.890	1.440	1.249	1.202	1.795	1.394	7.154
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.050	0.050	0.029	0.019	0.033	0.044	0.030	0.097	0.029	0.122	0.062	0.121	0.139	0.064	0.066	0.067	0.043	0.068	0.056	0.386
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		8.3	5.4	3.2	6.1	6.6	3.2	4.9	1.5	6.1	3.1	6.3	7.1	3.4	4.6	5.4	3.6	3.8	4.0	5.4	1.7

附表 1-3-53 重庆市生态环境监测中心精密度测试数据（沉积物实际样品高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度：BB-1 至 BB-30 为 1 μg/kg，BB-49 至 BB-205 为 2 μg/kg，BB-206 至 BB-209 为 5 μg/kg																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定 结果 (μg/kg)	1	0.649	0.470	0.568	0.526	0.658	0.910	2.036	1.900	2.015	1.936	1.862	2.045	1.852	1.307	1.344	1.342	1.846	1.289	7.387	4.544
	2	0.649	0.527	0.596	0.536	0.697	0.946	1.974	1.886	1.820	2.003	1.849	2.053	1.880	1.380	1.273	1.203	1.840	1.616	7.111	4.612
	3	0.490	0.553	0.590	0.538	0.708	0.905	1.985	1.856	2.078	1.894	1.848	1.977	1.967	1.339	1.157	1.238	1.936	1.441	7.024	4.826
	4	0.569	0.517	0.544	0.586	0.601	0.980	1.905	2.159	1.855	2.073	1.963	1.927	1.841	1.482	1.268	1.146	1.853	1.271	6.858	4.777
	5	0.579	0.538	0.602	0.511	0.636	0.988	2.061	1.883	1.860	2.101	1.895	1.854	1.869	1.521	1.133	1.230	1.893	1.378	6.985	4.609
	6	0.674	0.460	0.554	0.566	0.712	0.903	2.023	2.104	1.908	2.062	2.044	1.921	2.011	1.514	1.163	1.144	1.740	1.415	7.402	4.597
平均值 $\bar{x}_i$ (μg/kg)		0.602	0.602	0.511	0.576	0.544	0.669	0.939	1.997	1.965	1.923	2.012	1.910	1.963	1.903	1.424	1.223	1.217	1.851	1.402	7.128
标准偏差 $S_i$ (μg/kg)		0.069	0.069	0.038	0.024	0.027	0.045	0.038	0.056	0.131	0.102	0.082	0.079	0.078	0.069	0.094	0.084	0.073	0.066	0.125	0.222
相对标准偏差 $RSD_i$ (%)		11.5	7.4	4.1	5.0	6.7	4.1	2.8	6.7	5.3	4.1	4.1	3.9	3.6	6.6	6.9	6.0	3.6	8.9	3.1	2.4

附表 1-3-54 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室精密度测试数据（沉积物实际样品高浓度加标）

多溴联苯		加标浓度: BB-1 至 BB-30 为 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-49 至 BB-205 为 2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ , BB-206 至 BB-209 为 5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$																			
		BB-1	BB-2	BB-9	BB-10	BB-15	BB-30	BB-49	BB-52	BB-77	BB-101	BB-103	BB-153	BB-154	BB-156	BB-169	BB-180	BB-194	BB-205	BB-206	BB-209
测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1	0.643	0.505	0.562	0.526	0.652	0.919	1.997	2.037	2.056	2.098	1.880	1.943	1.909	1.376	1.278	1.315	1.958	1.370	7.756	4.317
	2	0.663	0.516	0.572	0.575	0.711	0.927	2.138	1.943	1.993	1.963	1.778	1.992	1.976	1.407	1.364	1.100	1.752	1.492	6.896	4.473
	3	0.511	0.526	0.597	0.548	0.708	0.924	2.086	1.972	2.017	1.973	1.924	2.037	1.815	1.381	1.267	1.190	1.826	1.400	7.096	4.779
	4	0.569	0.507	0.579	0.597	0.619	0.942	2.105	2.035	1.969	1.912	1.884	1.834	1.917	1.468	1.243	1.146	1.800	1.365	7.363	4.730
	5	0.545	0.533	0.579	0.522	0.643	0.979	2.082	1.844	1.822	1.981	1.915	1.780	1.831	1.463	1.144	1.242	1.875	1.449	6.985	4.379
	6	0.687	0.483	0.548	0.544	0.678	0.940	2.023	2.002	2.046	2.062	2.044	1.883	1.838	1.558	1.187	1.214	1.903	1.415	7.114	4.834
平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.603	0.603	0.512	0.573	0.552	0.669	0.939	2.072	1.972	1.984	1.998	1.904	1.912	1.881	1.442	1.247	1.201	1.852	1.415	7.202
标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )		0.071	0.071	0.018	0.017	0.029	0.037	0.022	0.052	0.073	0.086	0.069	0.086	0.097	0.063	0.069	0.077	0.075	0.075	0.049	0.314
相对标准 偏差 $RSD_i$ (%)		11.8	3.4	2.9	5.3	5.5	2.3	2.5	3.7	4.3	3.4	4.5	5.1	3.3	4.8	6.1	6.3	4	3.4	4.4	4.9



#### 1.4 方法准确度测试数据

六家实验室按照《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》中样品分析的全部步骤进行处理和测定，对三个浓度水平的空白基质、实际土壤样品、实际沉积物样品进行方法准确度的验证，按全程序每个样品平行测定 6 次，分别计算每个统一样品的平均值和加标回收率。加标浓度分别为：低水平加标量为 1~5 ng (BB-1 至 BB-30 为 1 ng, BB-49 至 BB-205 为 2 ng, BB-206、BB-209 为 5 ng)，中水平加标量为 3-15 ng (BB-1 至 BB-30 为 3 ng, BB-49 至 BB-205 为 6 ng, BB-206、BB-209 为 15 ng)，高水平加标量为 10-50 ng (BB-1 至 BB-30 为 10 ng, BB-49 至 BB-205 为 20 ng, BB-206、BB-209 为 50 ng)，三水平净化内标加标量为 2.5~12.5 ng ( $^{13}\text{C}_{12}$ -BB-52 为 2.5 ng,  $^{13}\text{C}_{12}$ -BB-153 和  $^{13}\text{C}_{12}$ -BB-194 为 5 ng,  $^{13}\text{C}_{12}$ -BB-209 为 12.5 ng)，三水平进样内标加标量为 2.5 ng。测试数据见附表 1-4-1 至 1-4-54。

附表 1-4-1 台州市环境监测中心站准确度测试数据（空白基质低浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收 率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0344	0.0259	0.024	0.0202	0.0258	0.0244	0.0258	51.6
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0399	0.0336	0.0292	0.0307	0.0383	0.0335	0.0342	68.4
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0355	0.0367	0.0349	0.0335	0.0365	0.0363	0.0356	71.1
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0295	0.032	0.0289	0.0291	0.035	0.0323	0.0311	62.2
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0438	0.0473	0.0441	0.0434	0.031	0.0441	0.0423	84.5
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.06	0.0616	0.0568	0.0625	0.0587	0.0571	0.0594	119
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.125	0.122	0.114	0.113	0.107	0.109	0.115	115
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.122	0.116	0.111	0.108	0.106	0.104	0.111	111
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.109	0.105	0.108	0.111	0.108	0.101	0.107	107
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.109	0.109	0.108	0.107	0.096	0.108	0.106	106
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.102	0.1	0.108	0.102	0.0922	0.104	0.101	101
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.126	0.118	0.11	0.111	0.109	0.108	0.114	114
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.117	0.112	0.105	0.107	0.111	0.105	0.109	109
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0873	0.0802	0.0838	0.0791	0.0751	0.0746	0.08	80.0
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.072	0.0754	0.075	0.0758	0.0718	0.0794	0.0749	74.9
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.075	0.076	0.076	0.0763	0.0714	0.0829	0.0763	76.3
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.116	0.108	0.0979	0.105	0.098	0.101	0.104	104
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	100	0.0864	0.086	0.0768	0.0761	0.0759	0.0841	0.0809	80.9
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.474	0.442	0.416	0.446	0.497	0.469	0.457	183
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.305	0.278	0.25	0.253	0.287	0.28	0.275	110

附表 1-4-2 宁波市环境监测中心准确度测试数据（空白基质低浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0384	0.031	0.0234	0.0296	0.0301	0.0204	0.0288	57.6
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.04522	0.0417	0.0316	0.036	0.0442	0.0295	0.038	76.1
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0421	0.0338	0.0286	0.0339	0.0422	0.0398	0.0367	73.5
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0321	0.028	0.0292	0.0361	0.0383	0.0276	0.0319	63.8
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0394	0.0499	0.0462	0.0452	0.036	0.0522	0.0448	89.6
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.051	0.07	0.0659	0.0654	0.0632	0.0571	0.0621	124
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.15	0.113	0.13	0.101	0.0988	0.111	0.117	117
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.118	0.108	0.112	0.117	0.126	0.12	0.117	117
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.127	0.128	0.131	0.125	0.125	0.0975	0.122	122
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.101	0.102	0.135	0.118	0.107	0.104	0.111	111
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.114	0.0956	0.102	0.103	0.113	0.1	0.105	105
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.151	0.136	0.0952	0.127	0.129	0.114	0.125	125
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.099	0.11	0.122	0.0981	0.0942	0.118	0.107	107
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.1	0.0945	0.0798	0.0839	0.0751	0.0906	0.0873	87.3
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0864	0.0832	0.091	0.095	0.0792	0.0839	0.0865	86.5
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0773	0.0891	0.0861	0.0778	0.0804	0.0927	0.0839	83.9
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.133	0.121	0.0949	0.11	0.0853	0.0986	0.107	107
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	100	0.101	0.0919	0.098	0.0745	0.0916	0.0817	0.0898	89.8
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.384	0.474	0.39	0.422	0.508	0.389	0.428	171
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.275	0.305	0.273	0.282	0.246	0.317	0.283	113

附表 1-4-3 湖北省环境监测中心站准确度测试数据（空白基质低浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0354	0.0254	0.022	0.0226	0.0277	0.0233	0.0261	52.1
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0369	0.0366	0.0301	0.0304	0.0332	0.0365	0.034	67.9
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0348	0.0342	0.0352	0.0349	0.0329	0.0346	0.0344	68.9
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0315	0.031	0.0292	0.0303	0.0303	0.0307	0.0305	60.9
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.042	0.0441	0.0391	0.0407	0.0277	0.0462	0.04	79.9
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0648	0.0568	0.0528	0.0547	0.0615	0.0577	0.0581	116
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.117	0.11	0.116	0.121	0.112	0.109	0.114	114
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.118	0.115	0.12	0.104	0.0974	0.11	0.111	111
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.12	0.102	0.108	0.108	0.109	0.11	0.11	110
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.119	0.106	0.105	0.103	0.098	0.0966	0.105	105
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.114	0.099	0.11	0.097	0.0874	0.096	0.101	101
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.115	0.113	0.114	0.102	0.109	0.105	0.11	110
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.119	0.106	0.106	0.105	0.1	0.114	0.108	108
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0839	0.0827	0.0871	0.0799	0.083	0.0769	0.0823	82.3
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0788	0.0801	0.075	0.0758	0.071	0.068	0.0748	74.8
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0773	0.0845	0.0753	0.0808	0.0701	0.0846	0.0788	78.8
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.111	0.0936	0.111	0.102	0.1	0.101	0.103	103
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	100	0.0907	0.0843	0.0831	0.0833	0.0721	0.0736	0.0812	81.2
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.488	0.415	0.416	0.433	0.483	0.483	0.453	181
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.314	0.27	0.265	0.266	0.287	0.258	0.277	111

附表 1-4-4 泰州市环境监测中心站准确度测试数据（空白基质低浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收 率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0318	0.0249	0.024	0.0217	0.0261	0.0242	0.0255	50.9
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0388	0.0333	0.0313	0.0326	0.0369	0.0318	0.0341	68.2
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0335	0.0353	0.0329	0.0366	0.0357	0.0363	0.0351	70.1
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0301	0.033	0.0289	0.0315	0.0323	0.0327	0.0315	62.9
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0442	0.0464	0.0407	0.0443	0.0292	0.0424	0.0412	82.4
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0588	0.0604	0.0596	0.0601	0.0564	0.06	0.0592	118
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.122	0.125	0.115	0.118	0.105	0.109	0.116	116
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.119	0.113	0.109	0.111	0.103	0.111	0.111	111
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.116	0.107	0.114	0.111	0.11	0.111	0.112	112
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.112	0.108	0.106	0.106	0.101	0.108	0.107	107
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.107	0.104	0.104	0.099	0.097	0.106	0.103	103
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.115	0.118	0.109	0.116	0.113	0.114	0.114	114
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.117	0.113	0.116	0.108	0.108	0.112	0.112	112
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.083	0.0878	0.0838	0.0831	0.0766	0.0761	0.0817	81.7
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0766	0.0785	0.0742	0.0789	0.0762	0.0786	0.0772	77.2
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0766	0.0744	0.0792	0.0778	0.066	0.0829	0.0762	76.2
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.107	0.107	0.107	0.108	0.103	0.103	0.106	106
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	100	0.0829	0.0852	0.0808	0.0769	0.0743	0.0841	0.0807	80.7
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.478	0.438	0.42	0.442	0.497	0.455	0.455	182
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.302	0.273	0.26	0.266	0.281	0.266	0.275	110

附表 1-4-5 重庆市生态环境监测中心准确度测试数据 (空白基质低浓度加标)

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0318	0.0254	0.024	0.0209	0.028	0.0223	0.0254	50.8
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0399	0.0336	0.0304	0.0322	0.0365	0.0345	0.0345	69.0
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0355	0.0367	0.0342	0.0332	0.0368	0.0363	0.0355	70.9
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0295	0.033	0.0303	0.0297	0.0316	0.0304	0.0307	61.5
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0429	0.0428	0.0416	0.047	0.0307	0.0424	0.0412	82.5
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.06	0.058	0.0591	0.0607	0.0604	0.0571	0.0592	118
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.115	0.126	0.114	0.114	0.111	0.106	0.114	114
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.116	0.117	0.107	0.11	0.107	0.104	0.11	110
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.114	0.114	0.112	0.109	0.101	0.106	0.109	109
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.115	0.106	0.114	0.107	0.099	0.11	0.109	109
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.109	0.108	0.1	0.1	0.0989	0.0975	0.102	102
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.121	0.121	0.106	0.113	0.116	0.108	0.114	114
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.122	0.114	0.105	0.111	0.105	0.104	0.11	110
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0839	0.0819	0.0798	0.0767	0.0774	0.0723	0.0787	78.7
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0766	0.0785	0.078	0.0766	0.074	0.0764	0.0767	76.7
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.075	0.0791	0.0737	0.0725	0.0701	0.0797	0.075	75.0
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.111	0.102	0.103	0.101	0.098	0.105	0.103	103
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	100	0.0847	0.0868	0.0815	0.0809	0.0766	0.0825	0.0822	82.2
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.46	0.47	0.433	0.464	0.464	0.483	0.462	185
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.287	0.267	0.255	0.253	0.287	0.264	0.269	108

附表 1-4-6 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室准确度测试数据 (空白基质低浓度加标)

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收 率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0298	0.0338	0.027	0.0243	0.0264	0.0298	0.0285	57.0
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0289	0.0282	0.0289	0.0294	0.038	0.0338	0.0312	62.4
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0342	0.0414	0.0289	0.0293	0.0444	0.0377	0.036	72.0
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0292	0.037	0.0277	0.0355	0.0436	0.0244	0.0329	65.7
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0442	0.0581	0.0407	0.0434	0.023	0.0548	0.044	88.1
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0636	0.0759	0.0454	0.0595	0.0489	0.044	0.0562	112
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.126	0.136	0.0989	0.0943	0.134	0.129	0.12	120
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.13	0.136	0.117	0.0899	0.12	0.135	0.121	121
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.134	0.128	0.113	0.119	0.127	0.126	0.125	125
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.118	0.0913	0.131	0.0968	0.129	0.0809	0.108	108
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.112	0.11	0.106	0.125	0.126	0.133	0.119	119
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.116	0.118	0.148	0.153	0.116	0.0855	0.123	123
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0901	0.0974	0.145	0.146	0.133	0.119	0.122	122
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0967	0.0878	0.0912	0.0993	0.0909	0.0586	0.0874	87.4
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.094	0.0589	0.0727	0.0789	0.0725	0.101	0.0797	79.7
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.072	0.0775	0.0861	0.0612	0.0529	0.106	0.076	76.0
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.15	0.0967	0.106	0.107	0.104	0.112	0.113	113
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	100	0.0855	0.076	0.0768	0.073	0.0743	0.0688	0.0757	75.7
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.497	0.388	0.411	0.397	0.607	0.455	0.459	184
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.23	0.316	0.195	0.282	0.292	0.336	0.275	110

附表 1-4-7 台州市环境监测中心站准确度测试数据（空白基质中浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收 率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	250	0.121	0.14	0.165	0.128	0.201	0.133	0.148	59.2
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	250	0.128	0.158	0.191	0.151	0.226	0.181	0.173	69.0
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	250	0.155	0.16	0.181	0.166	0.199	0.186	0.174	69.7
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	250	0.124	0.137	0.155	0.146	0.175	0.156	0.149	59.5
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	250	0.196	0.192	0.207	0.206	0.216	0.192	0.202	80.6
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	250	0.253	0.282	0.281	0.272	0.289	0.269	0.274	110
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	500	0.582	0.533	0.564	0.527	0.556	0.552	0.552	110
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	500	0.507	0.545	0.495	0.498	0.558	0.498	0.517	103
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	500	0.576	0.487	0.471	0.503	0.48	0.471	0.498	99.6
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	500	0.524	0.491	0.499	0.531	0.536	0.514	0.516	103
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	500	0.493	0.477	0.474	0.516	0.484	0.472	0.486	97.2
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	500	0.541	0.517	0.54	0.519	0.512	0.545	0.529	106
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	500	0.498	0.491	0.534	0.541	0.502	0.533	0.516	103
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	500	0.457	0.401	0.357	0.366	0.363	0.372	0.386	77.2
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	500	0.44	0.372	0.385	0.344	0.368	0.338	0.375	74.9
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	500	0.378	0.355	0.332	0.322	0.319	0.345	0.342	68.4
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	500	0.468	0.48	0.512	0.473	0.512	0.51	0.493	98.5
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	500	0.393	0.406	0.408	0.384	0.426	0.413	0.405	81.0
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1250	2.346	2.079	2.044	2.039	2.241	2.065	2.136	171
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1250	1.28	1.246	1.184	1.273	1.245	1.383	1.269	102



附表 1-4-8 宁波市环境监测中心准确度测试数据 (空白基质中浓度加标)

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收 率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.122	0.113	0.13	0.12	0.161	0.125	0.129	51.4
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	250	0.129	0.153	0.175	0.145	0.226	0.184	0.169	67.5
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.149	0.16	0.174	0.159	0.187	0.179	0.168	67.2
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.133	0.137	0.159	0.149	0.178	0.159	0.153	61.0
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.206	0.188	0.213	0.202	0.204	0.206	0.203	81.3
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.256	0.284	0.281	0.272	0.283	0.266	0.274	109
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.56	0.555	0.526	0.544	0.596	0.541	0.554	111
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.539	0.535	0.542	0.545	0.526	0.545	0.539	108
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.537	0.455	0.485	0.474	0.5	0.48	0.489	97.7
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.524	0.511	0.489	0.481	0.51	0.474	0.498	100
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.508	0.502	0.488	0.511	0.474	0.463	0.491	98.2
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.557	0.517	0.545	0.514	0.522	0.54	0.533	107
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.498	0.501	0.529	0.505	0.507	0.518	0.51	102
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.422	0.401	0.384	0.366	0.381	0.358	0.385	77.1
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.406	0.357	0.359	0.362	0.379	0.366	0.372	74.3
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.39	0.358	0.342	0.352	0.333	0.326	0.35	70.0
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.473	0.48	0.477	0.488	0.497	0.51	0.488	97.5
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.421	0.418	0.408	0.388	0.406	0.405	0.408	81.5
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	2.279	2.038	2.064	2.103	2.113	2.193	2.132	171
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.241	1.246	1.136	1.247	1.296	1.33	1.249	100

附表 1-4-9 湖北省环境监测中心站准确度测试数据（空白基质中浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收 率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.120	0.142	0.170	0.129	0.174	0.152	0.148	59.1
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	250	0.15	0.184	0.19	0.125	0.206	0.189	0.174	69.6
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.164	0.148	0.147	0.196	0.208	0.189	0.175	70.1
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.151	0.156	0.192	0.152	0.175	0.17	0.166	66.4
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.214	0.22	0.209	0.186	0.17	0.164	0.194	77.5
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.243	0.268	0.287	0.27	0.237	0.305	0.268	107
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.454	0.533	0.586	0.572	0.47	0.486	0.517	103
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.481	0.602	0.516	0.571	0.542	0.603	0.553	111
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.616	0.455	0.387	0.402	0.553	0.559	0.495	99
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.46	0.456	0.455	0.567	0.434	0.554	0.488	98
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.433	0.443	0.488	0.471	0.524	0.535	0.482	96.5
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.563	0.636	0.491	0.622	0.453	0.583	0.558	112
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.487	0.429	0.585	0.592	0.436	0.605	0.522	104
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.405	0.377	0.312	0.392	0.418	0.354	0.376	75
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.344	0.444	0.444	0.322	0.446	0.398	0.4	79.9
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.327	0.351	0.404	0.365	0.375	0.316	0.356	71.3
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.468	0.495	0.492	0.414	0.422	0.471	0.46	92.1
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.372	0.337	0.432	0.457	0.422	0.354	0.396	79.1
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	2.482	2.201	2.325	2.103	1.878	1.98	2.162	173
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.435	1.246	1.387	1.247	1.437	1.583	1.389	111

附表 1-4-10 泰州市环境监测中心站准确度测试数据（空白基质中浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收 率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.124	0.151	0.178	0.144	0.208	0.134	0.157	62.6
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	250	0.131	0.156	0.175	0.159	0.224	0.179	0.171	68.3
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.148	0.166	0.181	0.169	0.187	0.184	0.173	69.0
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.126	0.150	0.153	0.152	0.185	0.165	0.155	62.1
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.208	0.2	0.211	0.188	0.208	0.2	0.203	81.0
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.272	0.265	0.281	0.284	0.292	0.294	0.281	113
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.56	0.549	0.526	0.566	0.573	0.563	0.556	111
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.555	0.54	0.547	0.519	0.536	0.498	0.533	107
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.548	0.487	0.461	0.484	0.504	0.452	0.489	97.9
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.55	0.471	0.499	0.491	0.515	0.519	0.508	102
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.503	0.482	0.493	0.501	0.519	0.492	0.498	99.7
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.568	0.561	0.562	0.541	0.528	0.556	0.553	111
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.508	0.537	0.514	0.536	0.497	0.498	0.515	103
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.452	0.397	0.376	0.359	0.352	0.369	0.384	76.8
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.432	0.387	0.385	0.369	0.391	0.345	0.385	77.0
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.394	0.365	0.352	0.325	0.31	0.342	0.348	69.6
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.483	0.475	0.512	0.518	0.522	0.471	0.497	99.4
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.409	0.422	0.404	0.4	0.394	0.377	0.401	80.2
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	2.279	2.099	1.904	2.018	2.219	2.065	2.097	168
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.345	1.234	1.148	1.364	1.296	1.29	1.28	102

附表 1-4-11 重庆市生态环境监测中心准确度测试数据（空白基质中浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.121	0.128	0.134	0.124	0.166	0.134	0.135	53.8
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	250	0.131	0.154	0.178	0.156	0.22	0.182	0.17	68.1
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.145	0.156	0.184	0.174	0.185	0.168	0.169	67.5
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.126	0.142	0.167	0.138	0.173	0.165	0.152	60.7
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.192	0.196	0.199	0.206	0.218	0.194	0.201	80.3
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.259	0.29	0.284	0.286	0.283	0.269	0.279	111
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.571	0.544	0.575	0.555	0.556	0.569	0.562	112
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.534	0.498	0.531	0.503	0.51	0.524	0.517	103
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.571	0.469	0.457	0.499	0.495	0.457	0.491	98.3
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.54	0.486	0.489	0.501	0.53	0.494	0.507	101
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.508	0.477	0.479	0.496	0.524	0.496	0.497	99.3
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.563	0.55	0.529	0.557	0.533	0.551	0.547	109
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.54	0.537	0.529	0.51	0.492	0.528	0.523	105
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.444	0.397	0.368	0.352	0.366	0.347	0.379	75.8
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.398	0.387	0.377	0.362	0.376	0.348	0.375	74.9
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.41	0.347	0.332	0.348	0.336	0.313	0.348	69.5
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.473	0.495	0.512	0.503	0.522	0.481	0.498	100
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.409	0.41	0.384	0.396	0.41	0.413	0.404	80.7
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	2.301	2.12	2.044	2.082	2.219	2.235	2.167	173
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.306	1.234	1.196	1.273	1.257	1.397	1.277	102

附表 1-4-12 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室准确度测试数据（空白基质中浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收 率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.12	0.138	0.151	0.121	0.165	0.132	0.138	55.1
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	250	0.136	0.156	0.188	0.145	0.215	0.173	0.169	67.5
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.149	0.163	0.175	0.161	0.197	0.182	0.171	68.5
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.128	0.140	0.161	0.141	0.182	0.157	0.152	60.6
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.204	0.19	0.195	0.204	0.21	0.188	0.199	79.4
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.253	0.287	0.29	0.286	0.275	0.291	0.28	112
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.565	0.583	0.526	0.549	0.544	0.58	0.558	112
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.534	0.498	0.526	0.498	0.526	0.514	0.516	103
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.537	0.459	0.471	0.465	0.495	0.443	0.478	95.7
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.529	0.496	0.469	0.516	0.51	0.519	0.507	101
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.513	0.502	0.474	0.491	0.494	0.477	0.492	98.4
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.552	0.561	0.551	0.519	0.528	0.562	0.546	109
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.503	0.526	0.524	0.53	0.517	0.528	0.521	104
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.418	0.393	0.38	0.366	0.37	0.376	0.384	76.8
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.432	0.387	0.374	0.376	0.376	0.338	0.381	76.1
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.398	0.358	0.342	0.345	0.323	0.322	0.348	69.6
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.473	0.5	0.482	0.468	0.497	0.501	0.487	97.4
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.389	0.398	0.392	0.384	0.422	0.397	0.397	79.4
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	2.346	2.079	1.984	2.082	2.177	2.023	2.115	169
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.267	1.196	1.184	1.351	1.257	1.317	1.262	101

附表 1-4-13 台州市环境监测中心站准确度测试数据（空白基质高浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.621	0.595	0.508	0.556	0.512	0.515	0.551	55.1
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.48	0.545	0.478	0.492	0.589	0.548	0.522	52.2
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.596	0.558	0.639	0.527	0.618	0.601	0.59	59.0
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.566	0.479	0.578	0.541	0.561	0.531	0.543	54.3
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.713	0.684	0.559	0.749	0.711	0.627	0.674	67.4
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	1.021	0.929	1.016	1.049	1.003	0.89	0.985	98.5
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.093	1.864	1.878	2.134	2.126	2.247	2.057	103
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.123	1.905	2.087	2.022	1.854	1.978	1.995	99.7
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.326	1.791	1.725	2.34	1.438	1.645	1.877	93.9
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.128	1.833	1.965	1.975	2.083	1.796	1.963	98.2
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.968	1.791	1.65	1.917	2.006	1.556	1.815	90.7
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.848	1.976	2.10	2.077	1.961	1.872	1.972	98.6
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.806	1.891	1.873	1.828	1.811	2.01	1.87	93.5
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.511	1.436	1.454	1.20	1.239	1.24	1.347	67.3
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.275	1.303	0.758	1.164	1.129	1.108	1.123	56.1
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.368	1.204	1.234	1.096	1.258	1.024	1.197	59.9
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.721	1.73	1.862	1.842	1.693	1.669	1.753	87.7
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.498	1.402	1.668	1.352	1.41	1.399	1.455	72.7
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.251	7.966	7.625	8.128	8.021	7.484	7.746	155
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.675	4.545	4.55	4.777	4.636	4.935	4.686	93.7

附表 1-4-14 宁波市环境监测中心站准确度测试数据（空白基质高浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收 率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.513	0.553	0.502	0.487	0.509	0.588	0.525	52.5
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.495	0.518	0.483	0.464	0.607	0.571	0.523	52.3
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.572	0.587	0.601	0.554	0.612	0.620	0.591	59.1
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.539	0.499	0.572	0.551	0.550	0.511	0.537	53.7
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.671	0.676	0.570	0.757	0.662	0.627	0.661	66.1
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	1.06	0.978	0.947	1.06	0.954	0.928	0.989	98.9
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.24	1.94	1.90	2.07	2.04	2.18	2.06	103
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.04	1.76	2.07	2.04	1.84	2.06	1.97	98.3
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.33	1.64	1.76	2.27	1.45	1.72	1.86	93.0
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.05	1.87	1.97	1.93	1.98	1.67	1.91	95.6
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.01	1.69	1.75	1.88	2.05	1.51	1.81	90.7
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.77	1.81	2.10	2.04	1.96	1.76	1.91	95.3
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.81	1.73	1.99	1.92	1.96	1.82	1.87	93.5
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.57	1.44	1.45	1.21	1.36	1.24	1.38	68.9
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.30	1.34	0.797	1.12	1.16	1.05	1.13	56.5
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.3	1.304	1.258	1.189	1.162	1.054	1.211	60.6
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.67	1.57	2.02	1.81	1.78	1.65	1.75	87.4
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.38	1.46	1.67	1.24	1.45	1.37	1.43	71.4
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.55	7.50	7.70	8.05	7.94	7.71	7.74	155
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.41	4.55	4.74	4.68	4.45	4.98	4.64	92.7

附表 1-4-15 湖北省环境监测中心站准确度测试数据（空白基质高浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\text{ng}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.513	0.571	0.554	0.541	0.538	0.484	0.534	53.4
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.447	0.502	0.513	0.516	0.655	0.565	0.533	53.3
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.566	0.558	0.595	0.500	0.588	0.563	0.562	56.2
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.582	0.474	0.63	0.546	0.512	0.474	0.536	53.6
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.74	0.719	0.611	0.787	0.648	0.627	0.689	68.9
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	1.04	1.03	1.08	1.03	1.05	1.03	1.04	104
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.07	2.10	2.03	2.01	2.06	1.95	2.04	102
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.02	2.00	1.79	2.34	2.01	2.06	2.04	102
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.44	1.83	1.59	2.05	1.36	1.59	1.81	90.4
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.90	1.78	2.13	2.24	2.06	1.59	1.95	97.5
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.968	1.914	1.751	1.781	2.065	1.415	1.816	90.8
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.96	2.09	1.90	1.87	2.22	1.62	1.94	97.2
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.99	1.69	1.76	1.77	2.00	1.76	1.83	91.4
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.41	1.62	1.51	1.24	1.32	1.20	1.38	69.1
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.30	1.42	0.79	1.16	1.16	1.17	1.17	58.4
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.26	1.30	1.28	1.13	1.09	0.99	1.18	59.0
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.81	1.75	2.07	1.72	1.92	1.75	1.84	92.0
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.35	1.28	1.60	1.37	1.31	1.43	1.39	69.4
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.55	7.19	8.00	7.64	7.86	7.64	7.64	153
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.36	4.64	5.17	4.54	4.27	4.75	4.62	92.4



附表 1-4-16 泰州市环境监测中心站准确度测试数据（空白基质高浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.593	0.515	0.421	0.478	0.538	0.509	0.509	50.9
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.452	0.518	0.513	0.469	0.607	0.565	0.521	52.1
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.561	0.569	0.626	0.554	0.618	0.639	0.595	59.5
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.544	0.509	0.578	0.515	0.545	0.511	0.534	53.4
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.720	0.676	0.559	0.719	0.725	0.646	0.674	67.4
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	1.11	0.94	1.00	1.07	0.95	0.97	1.01	101
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.18	2.00	1.94	1.97	2.13	2.03	2.04	102
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.00	1.74	2.05	2.11	1.80	2.02	1.95	98.0
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.26	1.65	1.81	2.30	1.47	1.70	1.86	93.2
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.05	1.87	2.01	2.14	1.94	1.83	1.97	99.0
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.95	1.77	1.75	1.90	1.89	1.49	1.79	89.6
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.89	1.90	2.08	2.04	2.02	1.85	1.96	98.1
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.75	1.78	1.85	1.91	1.79	1.93	1.84	91.8
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.51	1.57	1.51	1.15	1.25	1.22	1.37	68.5
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.28	1.33	0.80	1.16	1.14	1.05	1.13	56.4
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.33	1.19	1.31	1.15	1.14	1.02	1.19	59.5
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.84	1.66	1.86	1.88	1.84	1.67	1.79	89.6
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.41	1.35	1.74	1.26	1.34	1.40	1.42	70.8
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.77	7.89	7.48	7.88	7.78	7.41	7.70	154
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.68	4.41	4.84	4.97	4.64	4.60	4.69	93.8

附表 1-4-17 重庆市生态环境监测中心站准确度测试数据（空白基质高浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收 率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.568	0.563	0.537	0.552	0.551	0.509	0.547	54.7
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.447	0.582	0.553	0.436	0.619	0.542	0.530	53.0
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.537	0.518	0.657	0.533	0.653	0.588	0.581	58.1
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.528	0.499	0.607	0.509	0.600	0.516	0.543	54.3
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.685	0.669	0.622	0.772	0.634	0.602	0.664	66.4
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	1.02	1.04	1.07	1.04	0.96	0.95	1.01	101
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.35	1.96	1.80	2.11	1.94	2.08	2.04	102
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.29	1.69	1.79	2.26	1.84	1.82	1.95	97.3
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.48	1.71	1.73	2.34	1.56	1.65	1.91	95.5
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.13	1.80	2.19	2.16	1.94	1.67	1.98	99.0
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.03	1.60	1.72	1.76	1.95	1.68	1.79	89.5
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.79	1.98	2.18	1.89	1.86	1.71	1.90	95.1
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.82	1.84	1.76	2.04	1.98	2.11	1.92	96.2
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.54	1.44	1.53	1.14	1.19	1.26	1.35	67.5
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.36	1.30	0.72	1.14	1.12	1.04	1.11	55.7
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.23	1.34	1.22	1.20	1.20	1.01	1.20	60.1
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.70	1.66	2.00	1.82	1.66	1.67	1.75	87.6
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.38	1.46	1.69	1.40	1.52	1.49	1.49	74.5
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.85	8.44	6.80	7.64	8.27	7.94	7.82	156
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.86	4.27	4.65	4.26	4.09	5.22	4.56	91.1

附表 1-4-18 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室准确度测试数据（空白基质高浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.571	0.591	0.502	0.575	0.522	0.506	0.545	54.5
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.485	0.534	0.488	0.455	0.607	0.600	0.528	52.8
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.566	0.564	0.607	0.527	0.594	0.607	0.578	57.8
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.566	0.509	0.595	0.530	0.556	0.542	0.550	55.0
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.678	0.684	0.605	0.765	0.669	0.633	0.672	67.2
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	1.04	0.99	1.03	1.06	0.93	0.94	1.00	99.8
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.12	1.85	1.82	2.01	2.17	2.08	2.01	100
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.04	1.78	1.93	2.09	1.91	2.06	1.97	98.3
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.28	1.76	1.81	2.25	1.53	1.72	1.89	94.5
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.99	1.91	1.93	2.12	2.04	1.66	1.94	97.0
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.95	1.72	1.74	1.98	2.05	1.54	1.83	91.4
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.77	1.90	2.08	2.04	2.00	1.78	1.93	96.4
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.79	1.75	1.93	2.02	1.87	1.95	1.88	94.2
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.50	1.47	1.56	1.18	1.37	1.23	1.38	69.1
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.38	1.28	0.80	1.14	1.18	1.08	1.14	57.1
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.33	1.22	1.30	1.21	1.23	0.95	1.21	60.3
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.81	1.68	1.98	1.75	1.71	1.64	1.76	88.1
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.44	1.35	1.77	1.31	1.47	1.29	1.44	71.9
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.33	7.89	7.10	8.62	8.02	7.26	7.70	154
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.32	4.73	4.88	4.59	4.32	4.94	4.63	92.6

附表 1-4-19 台州市环境监测中心站准确度测试数据（土壤实际样品低浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i(\%)$
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0237	0.0340	0.0261	0.0360	0.0262	0.0379	0.0307	61.3
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0356	0.0301	0.0298	0.0356	0.0356	0.0315	0.0330	66.1
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0344	0.0294	0.0264	0.0324	0.0254	0.0356	0.0306	61.2
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0294	0.0283	0.0349	0.0297	0.0310	0.0343	0.0312	62.5
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0438	0.0446	0.0418	0.0333	0.0418	0.0437	0.0415	83.0
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0564	0.0480	0.0631	0.0577	0.0596	0.0525	0.0562	112
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.136	0.128	0.103	0.106	0.132	0.124	0.121	121
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0940	0.0869	0.0984	0.132	0.105	0.125	0.107	107
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0949	0.0869	0.112	0.138	0.110	0.085	0.105	104
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.100	0.110	0.105	0.0816	0.133	0.121	0.109	109
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.114	0.111	0.118	0.0899	0.0854	0.103	0.104	104
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.135	0.155	0.156	0.161	0.137	0.166	0.152	109
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.131	0.122	0.131	0.105	0.100	0.0940	0.114	114
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0686	0.0775	0.0769	0.0977	0.0965	0.0797	0.0828	82.8
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0869	0.0678	0.0875	0.0706	0.0756	0.0640	0.0754	75.4
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0669	0.0799	0.0883	0.0709	0.0669	0.0731	0.0743	74.3
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.124	0.0966	0.125	0.0898	0.120	0.0927	0.108	108
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0793	0.0877	0.0758	0.0886	0.0868	0.0745	0.0821	82.1
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.421	0.426	0.412	0.436	0.508	0.396	0.433	173
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.254	0.270	0.273	0.266	0.280	0.228	0.262	105

附表 1-4-20 宁波市环境监测中心准确度测试数据（土壤实际样品低浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回 收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0338	0.0296	0.0338	0.0395	0.0267	0.0304	0.0323	64.6
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0416	0.0324	0.0389	0.0307	0.0346	0.0394	0.0363	72.5
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0290	0.0270	0.0363	0.0362	0.0269	0.0317	0.0312	62.4
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0353	0.0310	0.0272	0.0351	0.0277	0.0373	0.0323	64.5
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0474	0.0502	0.0522	0.0399	0.0493	0.0359	0.0458	91.6
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0495	0.0584	0.0495	0.0594	0.0643	0.0653	0.0577	115
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.122	0.136	0.109	0.127	0.137	0.137	0.128	128
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.1060	0.1260	0.1420	0.126	0.109	0.123	0.122	122
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.1180	0.1240	0.106	0.129	0.124	0.100	0.117	117
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.109	0.105	0.118	0.0877	0.140	0.107	0.111	111
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.116	0.118	0.119	0.0879	0.1170	0.0986	0.109	109
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.180	0.174	0.161	0.155	0.147	0.136	0.159	117
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.104	0.136	0.101	0.144	0.123	0.123	0.122	122
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0963	0.0784	0.0801	0.104	0.104	0.0679	0.0885	88.5
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0963	0.0655	0.0890	0.0646	0.0802	0.0753	0.0785	78.5
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0769	0.0852	0.0914	0.0716	0.0911	0.0834	0.0833	83.3
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.113	0.131	0.120	0.1140	0.116	0.1240	0.120	120
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0859	0.0982	0.0885	0.0798	0.0662	0.0918	0.0851	85.1
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.350	0.340	0.376	0.423	0.358	0.398	0.374	150
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.238	0.338	0.251	0.357	0.257	0.248	0.282	113

附表 1-4-21 湖北省环境监测中心站准确度测试数据（土壤实际样品低浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回 收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0277	0.0290	0.0253	0.0337	0.0254	0.0326	0.0290	57.9
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0341	0.0341	0.0347	0.0304	0.0349	0.0287	0.0328	65.6
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0351	0.0285	0.0300	0.0321	0.0338	0.0302	0.0316	63.2
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0304	0.0347	0.0278	0.0324	0.0266	0.0268	0.0298	59.6
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0390	0.0421	0.0397	0.0412	0.0393	0.0370	0.0397	79.4
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0598	0.0636	0.0507	0.0560	0.0620	0.0509	0.0572	114
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.123	0.111	0.102	0.113	0.107	0.124	0.113	113
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.1070	0.0975	0.1120	0.130	0.104	0.105	0.109	109
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.1080	0.0996	0.110	0.108	0.108	0.102	0.106	106
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.112	0.096	0.103	0.0938	0.105	0.127	0.106	106
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.107	0.121	0.100	0.1110	0.0951	0.0975	0.105	105
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.170	0.147	0.140	0.151	0.161	0.157	0.154	113
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.113	0.111	0.119	0.127	0.120	0.099	0.115	115
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0789	0.0886	0.0849	0.082	0.083	0.0843	0.0836	83.6
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0752	0.0762	0.0715	0.0736	0.0749	0.0821	0.0756	75.6
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0676	0.0792	0.0836	0.0768	0.0801	0.0716	0.0765	76.5
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.116	0.096	0.106	0.0938	0.095	0.1060	0.102	102
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0736	0.0757	0.0861	0.0734	0.0753	0.0840	0.0780	78.0
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.443	0.413	0.462	0.423	0.433	0.405	0.430	172
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.259	0.258	0.297	0.292	0.303	0.279	0.281	113

附表 1-4-22 泰州市环境监测中心站准确度测试数据（土壤实际样品低浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0289	0.0296	0.0264	0.0330	0.0278	0.0340	0.0300	59.9
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0386	0.0334	0.0333	0.0322	0.0339	0.0331	0.0341	68.2
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0358	0.0300	0.0309	0.0312	0.0329	0.0293	0.0317	63.4
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0317	0.0327	0.0281	0.0291	0.0286	0.0313	0.0303	60.5
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0382	0.0393	0.0448	0.0428	0.0426	0.0370	0.0408	81.6
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0575	0.0590	0.0552	0.0594	0.0562	0.0570	0.0574	115
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.123	0.105	0.107	0.117	0.123	0.118	0.116	116
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.115	0.108	0.114	0.115	0.109	0.110	0.112	112
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.115	0.101	0.111	0.121	0.110	0.102	0.110	110
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.104	0.095	0.114	0.0979	0.119	0.112	0.107	107
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.110	0.116	0.107	0.1000	0.1000	0.1080	0.107	107
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.163	0.160	0.145	0.157	0.160	0.154	0.156	115
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.123	0.106	0.119	0.116	0.110	0.104	0.113	113
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0765	0.0895	0.0833	0.085	0.086	0.0789	0.0832	83.2
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0744	0.0792	0.0791	0.0759	0.0741	0.0791	0.0770	77
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0748	0.0740	0.0742	0.0709	0.0772	0.0753	0.0744	74.4
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.103	0.109	0.109	0.0969	0.101	0.1040	0.104	104
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0793	0.0789	0.0806	0.0758	0.0791	0.0831	0.0795	79.5
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.456	0.448	0.433	0.418	0.450	0.413	0.436	175
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.259	0.273	0.278	0.310	0.301	0.274	0.283	113

附表 1-4-23 重庆市生态环境监测中心准确度测试数据（土壤实际样品低浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i(\%)$
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0263	0.0270	0.0325	0.0262	0.0278	0.0333	0.0289	57.7
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0435	0.0407	0.0329	0.0384	0.0311	0.0321	0.0365	72.9
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0409	0.0339	0.0351	0.0303	0.0263	0.0371	0.0339	67.9
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0314	0.0283	0.0281	0.0327	0.0248	0.0346	0.0300	60.0
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0478	0.0348	0.0422	0.0408	0.0497	0.0403	0.0426	85.2
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0627	0.0468	0.0456	0.0617	0.0521	0.0691	0.0563	113
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.119	0.089	0.127	0.133	0.106	0.114	0.115	115
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.140	0.105	0.102	0.118	0.130	0.110	0.118	118
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.124	0.088	0.123	0.106	0.095	0.110	0.108	108
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.096	0.116	0.096	0.0898	0.092	0.133	0.104	104
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0991	0.120	0.128	0.118	0.102	0.123	0.115	115
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.146	0.181	0.170	0.167	0.164	0.141	0.161	119
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.122	0.109	0.0951	0.135	0.137	0.0912	0.115	115
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0852	0.0980	0.100	0.088	0.111	0.0851	0.0946	94.6
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0752	0.0663	0.0837	0.0916	0.0894	0.0806	0.0811	81.1
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0683	0.0627	0.0804	0.0880	0.0676	0.0915	0.0764	76.4
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.100	0.100	0.105	0.0857	0.092	0.1130	0.0991	99.3
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.100	0.0660	0.0687	0.0942	0.0624	0.0736	0.0775	77.5
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.372	0.528	0.353	0.487	0.549	0.504	0.466	186
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.270	0.284	0.275	0.325	0.266	0.347	0.295	118



附表 1-4-24 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室准确度测试数据（土壤实际样品低浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0306	0.0328	0.0264	0.0363	0.0246	0.0397	0.0317	63.5
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0379	0.0371	0.0319	0.0332	0.0381	0.0296	0.0346	69.3
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0348	0.0339	0.0285	0.0334	0.0357	0.0347	0.0335	67
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0340	0.0340	0.0325	0.0285	0.0333	0.0340	0.0327	65.4
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0454	0.0421	0.0392	0.0458	0.0389	0.0352	0.0411	82.2
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0518	0.0630	0.0529	0.0664	0.0591	0.0614	0.0591	118
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.129	0.106	0.108	0.113	0.135	0.120	0.119	119
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.122	0.113	0.120	0.133	0.130	0.124	0.124	124
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.115	0.122	0.109	0.109	0.120	0.105	0.113	113
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.107	0.114	0.123	0.1150	0.129	0.113	0.117	117
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.121	0.117	0.104	0.0929	0.0980	0.103	0.106	106
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.171	0.160	0.156	0.172	0.151	0.150	0.160	118
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.119	0.123	0.109	0.130	0.121	0.111	0.119	119
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0805	0.0826	0.0849	0.092	0.084	0.0719	0.0826	82.6
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0869	0.0701	0.0708	0.0804	0.0741	0.0866	0.0782	78.2
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0690	0.0852	0.0703	0.0709	0.0750	0.0745	0.0742	74.2
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.111	0.106	0.104	0.0918	0.102	0.1140	0.105	105
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0924	0.0845	0.0727	0.0758	0.0723	0.0823	0.0800	80
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.461	0.488	0.391	0.397	0.459	0.450	0.441	176
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.295	0.290	0.267	0.277	0.280	0.268	0.280	112

附表 1-4-25 台州市环境监测中心站准确度测试数据 (土壤实际样品中浓度加标)

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.125	0.121	0.176	0.141	0.156	0.133	0.142	56.9
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.133	0.143	0.153	0.170	0.162	0.186	0.158	63.1
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.164	0.178	0.164	0.187	0.180	0.165	0.173	69.2
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.182	0.188	0.149	0.188	0.176	0.156	0.173	69.2
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.186	0.240	0.217	0.223	0.185	0.196	0.208	83.1
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.274	0.295	0.253	0.254	0.244	0.256	0.263	105
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.549	0.537	0.520	0.588	0.534	0.652	0.563	113
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.490	0.537	0.565	0.551	0.510	0.613	0.545	109
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.501	0.443	0.520	0.551	0.541	0.499	0.509	102
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.446	0.504	0.555	0.505	0.532	0.548	0.515	103
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.503	0.467	0.548	0.507	0.449	0.514	0.498	99.6
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.530	0.505	0.571	0.584	0.601	0.606	0.566	105
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.478	0.588	0.584	0.481	0.525	0.499	0.526	105
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.418	0.493	0.381	0.369	0.399	0.383	0.407	81.5
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.413	0.406	0.388	0.351	0.393	0.357	0.385	76.9
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.413	0.384	0.357	0.352	0.337	0.330	0.362	72.4
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.538	0.477	0.471	0.484	0.528	0.485	0.497	99.5
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.362	0.370	0.454	0.452	0.385	0.454	0.413	82.6
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.76	1.85	2.14	2.31	2.10	2.23	2.07	165
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.19	1.21	1.36	1.31	1.29	1.31	1.28	102

附表 1-4-26 宁波市环境监测中心准确度测试数据（土壤实际样品中浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.133	0.119	0.182	0.129	0.133	0.138	0.139	55.6
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.129	0.138	0.137	0.128	0.187	0.192	0.152	60.7
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.164	0.185	0.139	0.198	0.177	0.161	0.171	68.3
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.141	0.180	0.155	0.150	0.186	0.162	0.162	64.9
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.192	0.190	0.181	0.196	0.207	0.172	0.190	75.9
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.245	0.243	0.273	0.247	0.219	0.248	0.246	98.3
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.612	0.619	0.624	0.514	0.578	0.505	0.575	115
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.517	0.591	0.549	0.513	0.500	0.525	0.533	107
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.551	0.472	0.418	0.546	0.582	0.564	0.522	104
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.559	0.504	0.575	0.474	0.537	0.568	0.536	107
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.428	0.510	0.504	0.425	0.415	0.417	0.450	90.0
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.596	0.543	0.602	0.555	0.503	0.601	0.567	105
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.528	0.459	0.462	0.450	0.478	0.484	0.477	95.4
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.344	0.382	0.446	0.410	0.479	0.388	0.408	81.6
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.405	0.332	0.404	0.366	0.349	0.338	0.366	73.1
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.351	0.315	0.396	0.335	0.388	0.296	0.347	69.4
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.478	0.550	0.422	0.539	0.513	0.441	0.491	98.1
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.418	0.374	0.429	0.452	0.401	0.446	0.420	84.0
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.86	2.02	2.00	1.87	2.16	2.01	1.98	159
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.40	1.16	1.36	1.29	1.41	1.28	1.32	105

附表 1-4-27 湖北省环境监测中心站准确度测试数据（土壤实际样品中浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.134	0.118	0.200	0.129	0.136	0.141	0.143	57.2
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.147	0.166	0.147	0.145	0.172	0.192	0.162	64.6
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.160	0.193	0.159	0.217	0.162	0.182	0.179	71.5
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.152	0.206	0.144	0.160	0.169	0.181	0.169	67.5
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.184	0.215	0.215	0.212	0.205	0.192	0.204	81.5
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.299	0.282	0.253	0.244	0.247	0.314	0.273	109
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.561	0.586	0.520	0.616	0.639	0.607	0.588	118
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.560	0.511	0.631	0.562	0.570	0.618	0.575	115
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.541	0.472	0.520	0.551	0.521	0.549	0.526	105
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.480	0.489	0.560	0.485	0.493	0.527	0.506	101
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.512	0.524	0.524	0.464	0.483	0.548	0.509	102
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.524	0.610	0.525	0.625	0.550	0.585	0.570	106
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.483	0.583	0.559	0.512	0.515	0.545	0.533	107
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.379	0.480	0.429	0.394	0.421	0.422	0.421	84.0
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.390	0.385	0.376	0.392	0.393	0.380	0.386	77.2
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.355	0.353	0.343	0.377	0.384	0.326	0.356	71.3
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.543	0.531	0.520	0.529	0.538	0.500	0.527	105
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.442	0.414	0.470	0.444	0.405	0.391	0.428	85.5
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	2.09	2.14	2.10	2.11	2.06	1.87	2.06	165
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.45	1.25	1.39	1.34	1.45	1.35	1.37	110

附表 1-4-28 泰州市环境监测中心站准确度测试数据（土壤实际样品中浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.127	0.125	0.171	0.112	0.127	0.125	0.131	52.5
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.154	0.137	0.125	0.127	0.158	0.177	0.146	58.5
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.161	0.193	0.167	0.197	0.167	0.207	0.182	72.8
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.190	0.160	0.141	0.193	0.179	0.154	0.170	67.8
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.169	0.245	0.211	0.198	0.175	0.228	0.204	81.7
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.264	0.292	0.278	0.275	0.279	0.294	0.280	112
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.532	0.641	0.651	0.576	0.634	0.641	0.613	123
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.634	0.505	0.478	0.599	0.603	0.525	0.557	111
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.526	0.472	0.583	0.471	0.577	0.584	0.536	107
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.436	0.534	0.433	0.459	0.473	0.558	0.482	96
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.484	0.544	0.583	0.516	0.566	0.577	0.545	109
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.582	0.505	0.568	0.608	0.503	0.647	0.569	106
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.563	0.495	0.554	0.496	0.458	0.504	0.512	102
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.464	0.404	0.365	0.374	0.487	0.366	0.410	82.0
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.416	0.318	0.384	0.362	0.437	0.338	0.376	75.2
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.337	0.308	0.361	0.424	0.337	0.347	0.352	70.5
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.448	0.550	0.516	0.499	0.543	0.510	0.511	102
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.442	0.458	0.442	0.457	0.437	0.379	0.436	87.2
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	2.17	1.98	2.06	2.07	2.04	1.97	2.05	164
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.51	1.13	1.48	1.48	1.35	1.49	1.41	112

附表 1-4-29 重庆市生态环境监测中心准确度测试数据（土壤实际样品中浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.123	0.126	0.169	0.145	0.162	0.110	0.139	55.7
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.132	0.132	0.137	0.170	0.153	0.211	0.156	62.3
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.180	0.161	0.186	0.181	0.182	0.188	0.180	71.9
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.173	0.213	0.150	0.175	0.166	0.165	0.174	69.5
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.177	0.230	0.223	0.177	0.179	0.194	0.197	78.7
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.266	0.235	0.276	0.242	0.281	0.248	0.258	103
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.589	0.614	0.514	0.480	0.600	0.646	0.574	115
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.608	0.606	0.516	0.475	0.554	0.558	0.553	111
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.471	0.458	0.510	0.536	0.491	0.439	0.484	96.8
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.568	0.543	0.489	0.546	0.561	0.481	0.531	106
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.465	0.495	0.454	0.454	0.586	0.504	0.493	98.6
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.614	0.601	0.610	0.576	0.607	0.466	0.579	107
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.594	0.506	0.544	0.527	0.562	0.550	0.547	109
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.383	0.422	0.478	0.455	0.461	0.388	0.431	86.2
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.424	0.385	0.408	0.428	0.378	0.338	0.394	78.7
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.333	0.367	0.407	0.303	0.409	0.306	0.354	70.8
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.578	0.506	0.462	0.494	0.469	0.470	0.497	99.3
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.350	0.386	0.364	0.473	0.445	0.470	0.415	82.9
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.78	1.96	2.34	2.27	2.14	2.21	2.11	169
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.33	1.07	1.54	1.55	1.10	1.18	1.29	103

附表 1-4-30 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室准确度测试数据（土壤实际样品中浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.122	0.152	0.198	0.157	0.163	0.164	0.159	63.7
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.150	0.140	0.167	0.153	0.156	0.220	0.164	65.7
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.184	0.200	0.142	0.225	0.211	0.189	0.192	76.7
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.157	0.195	0.144	0.156	0.179	0.196	0.171	68.5
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.196	0.282	0.191	0.235	0.261	0.198	0.227	90.9
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.237	0.347	0.250	0.224	0.311	0.338	0.285	114
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.635	0.553	0.667	0.509	0.489	0.493	0.558	112
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.560	0.511	0.609	0.524	0.690	0.733	0.605	121
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.446	0.640	0.544	0.441	0.602	0.514	0.531	106
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.622	0.538	0.652	0.678	0.449	0.671	0.602	120
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.447	0.645	0.608	0.445	0.532	0.422	0.517	103
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.662	0.647	0.686	0.702	0.541	0.596	0.639	119
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.458	0.506	0.671	0.677	0.645	0.672	0.605	121
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.472	0.497	0.462	0.418	0.505	0.507	0.477	95.4
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.420	0.353	0.423	0.351	0.444	0.489	0.413	82.7
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.326	0.304	0.332	0.424	0.460	0.439	0.381	76.2
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.483	0.521	0.643	0.479	0.509	0.485	0.520	104
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.501	0.535	0.487	0.481	0.337	0.435	0.463	92.5
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	2.29	2.41	1.76	2.01	2.07	2.24	2.13	170
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.48	1.37	1.50	1.44	1.11	1.75	1.44	115

附表 1-4-31 台州市环境监测中心站准确度测试数据 (土壤实际样品高浓度加标)

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.622	0.615	0.629	0.619	0.533	0.569	0.598	59.8
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.577	0.520	0.553	0.526	0.506	0.539	0.537	53.7
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.572	0.644	0.632	0.579	0.561	0.624	0.602	60.2
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.517	0.518	0.508	0.508	0.501	0.517	0.511	51.1
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.599	0.566	0.659	0.570	0.596	0.635	0.604	60.4
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.934	1.001	1.001	1.004	0.997	0.937	0.979	97.9
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.97	2.11	2.08	2.02	2.11	2.15	2.07	104
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.94	1.93	1.97	2.12	2.01	2.20	2.03	101
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.62	1.56	2.11	1.59	1.99	2.26	1.85	92.7
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.01	2.08	1.88	2.03	1.95	2.03	2.00	99.9
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.74	1.72	1.80	1.84	1.83	1.80	1.79	89.5
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.14	1.93	2.01	2.03	1.92	2.05	2.01	98.5
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.83	1.84	1.87	2.01	1.98	1.84	1.89	94.7
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.56	1.42	1.36	1.26	1.39	1.26	1.37	68.6
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.18	1.20	1.21	1.22	1.21	1.29	1.22	60.8
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.15	0.99	1.25	1.13	1.18	1.29	1.16	58.2
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.72	1.74	1.69	1.81	1.79	1.92	1.78	88.9
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.56	1.56	1.47	1.67	1.39	1.56	1.54	76.8
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.28	7.31	7.75	8.25	7.73	7.86	7.70	154
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.85	4.45	4.80	4.93	4.85	4.76	4.77	95.4



附表 1-4-32 宁波市环境监测中心准确度测试数据（土壤实际样品高浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.522	0.583	0.552	0.591	0.430	0.407	0.514	51.4
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.477	0.512	0.476	0.553	0.506	0.494	0.503	50.3
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.555	0.638	0.626	0.596	0.555	0.600	0.595	59.5
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.544	0.550	0.528	0.528	0.517	0.538	0.534	53.4
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.594	0.561	0.679	0.599	0.620	0.616	0.612	61.2
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.954	0.991	0.981	0.965	0.997	0.966	0.976	97.6
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.91	2.11	2.01	1.98	1.96	2.17	2.02	101
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.02	1.95	1.91	2.14	2.13	2.03	2.03	101
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.72	1.61	2.29	1.46	2.09	2.24	1.90	95.1
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.14	2.00	1.86	2.01	1.89	1.91	1.97	98.4
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.78	1.59	1.87	1.84	1.68	1.63	1.73	86.5
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.04	1.93	1.97	2.01	1.90	1.86	1.95	95.4
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.90	1.86	2.02	1.84	1.96	1.84	1.90	95.2
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.41	1.44	1.31	1.24	1.41	1.37	1.36	68.2
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.26	1.18	1.16	1.28	1.22	1.31	1.24	61.7
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.15	1.00	1.28	1.20	1.13	1.29	1.17	58.7
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.72	1.71	1.62	1.81	1.77	1.81	1.74	87
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.66	1.68	1.44	1.65	1.46	1.61	1.58	79.2
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.57	7.31	7.24	7.62	7.66	8.02	7.57	151
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.85	4.50	4.34	4.78	4.80	4.71	4.66	93.3

附表 1-4-33 湖北省环境监测中心站准确度测试数据 (土壤实际样品高浓度加标)

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.539	0.511	0.570	0.487	0.543	0.472	0.520	52.0
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.472	0.522	0.453	0.564	0.528	0.503	0.507	50.7
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.561	0.619	0.578	0.573	0.567	0.630	0.588	58.8
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.544	0.529	0.518	0.523	0.517	0.560	0.532	53.2
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.611	0.596	0.659	0.605	0.626	0.629	0.621	62.1
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.983	0.933	0.961	0.956	0.948	0.976	0.960	96
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.97	2.13	2.18	1.94	2.09	2.15	2.08	104
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.12	1.99	1.89	2.04	1.97	2.11	2.02	101
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.67	1.60	2.11	1.59	2.07	2.09	1.85	92.6
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.03	2.08	1.92	1.99	1.99	2.05	2.01	101
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.68	1.62	1.89	1.85	1.76	1.80	1.77	88.4
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.06	1.83	2.05	2.06	1.85	2.05	1.98	97.1
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.85	1.87	1.83	1.97	1.98	1.73	1.87	93.6
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.48	1.50	1.39	1.28	1.40	1.33	1.40	69.9
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.24	1.17	1.20	1.24	1.23	1.30	1.23	61.4
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.14	0.99	1.37	1.20	1.10	1.18	1.16	58.1
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.64	1.66	1.75	1.90	1.72	1.77	1.74	87.0
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.56	1.60	1.59	1.67	1.45	1.66	1.59	79.4
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.64	7.46	7.75	8.09	7.58	7.86	7.73	155
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.90	4.77	4.39	4.68	4.70	4.81	4.71	94.2

附表 1-4-34 泰州市环境监测中心站准确度测试数据（土壤实际样品高浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.533	0.519	0.548	0.509	0.514	0.457	0.513	51.3
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.487	0.497	0.467	0.564	0.522	0.474	0.502	50.2
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.566	0.613	0.572	0.602	0.539	0.588	0.580	58
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.528	0.545	0.528	0.508	0.512	0.538	0.527	52.7
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.611	0.620	0.666	0.605	0.602	0.622	0.621	62.1
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.944	0.943	0.961	0.985	0.938	0.976	0.958	96.0
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.97	2.01	2.16	1.92	2.03	2.19	2.04	102
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.06	1.97	2.01	2.00	2.05	2.07	2.03	101
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.67	1.63	2.13	1.60	1.93	2.22	1.86	93.1
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.11	2.06	2.02	1.95	2.01	1.99	2.02	101
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.69	1.67	1.89	1.82	1.66	1.80	1.76	87.8
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.02	1.82	2.01	2.06	1.88	2.00	1.96	96.1
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.83	1.84	1.91	1.99	1.86	1.79	1.87	93.5
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.53	1.50	1.45	1.28	1.29	1.26	1.38	69.1
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.24	1.14	1.23	1.19	1.28	1.32	1.24	61.8
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.19	1.09	1.29	1.12	1.11	1.23	1.17	58.5
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.59	1.67	1.63	1.73	1.74	1.88	1.71	85.4
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.56	1.70	1.46	1.64	1.47	1.50	1.55	77.7
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.64	7.38	7.38	7.93	7.73	8.34	7.73	155
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	5.05	4.59	4.80	4.63	4.61	4.81	4.75	94.9

附表 1-4-35 重庆市生态环境监测中心准确度测试数据 (土壤实际样品高浓度加标)

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.513	0.583	0.534	0.507	0.543	0.504	0.531	53.1
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.472	0.482	0.490	0.575	0.538	0.489	0.508	50.8
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.578	0.595	0.632	0.579	0.567	0.612	0.594	59.4
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.555	0.561	0.534	0.508	0.512	0.549	0.537	53.7
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.594	0.620	0.633	0.576	0.590	0.616	0.605	60.5
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.993	0.953	1.020	1.014	0.938	0.995	0.986	98.6
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.91	2.03	2.05	2.10	1.96	2.06	2.02	101
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.02	2.07	1.89	2.18	1.99	2.09	2.04	102
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.73	1.55	2.31	1.59	1.99	2.15	1.89	94.3
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.97	2.08	2.02	2.11	1.89	1.97	2.01	100
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.61	1.64	1.76	1.89	1.71	1.72	1.72	86.1
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.16	1.89	2.14	2.09	1.96	2.05	2.05	100
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.81	1.76	1.97	1.95	1.92	1.91	1.89	94.4
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.45	1.48	1.36	1.24	1.33	1.27	1.36	67.8
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.25	1.12	1.26	1.25	1.22	1.30	1.23	61.6
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.23	1.07	1.38	1.13	1.12	1.24	1.20	59.8
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.66	1.74	1.70	1.83	1.88	1.79	1.77	88.3
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.59	1.66	1.49	1.57	1.37	1.53	1.54	76.8
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.06	7.84	7.68	7.54	7.73	7.78	7.60	152
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.71	4.40	4.75	4.68	4.66	4.62	4.64	92.7

附表 1-4-36 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室准确度测试数据（土壤实际样品高浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.422	0.395	0.466	0.399	0.337	0.407	0.404	40.4
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.496	0.482	0.481	0.564	0.538	0.460	0.504	50.4
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.555	0.644	0.578	0.562	0.550	0.570	0.577	57.7
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.544	0.550	0.487	0.502	0.512	0.533	0.521	52.1
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.605	0.608	0.666	0.559	0.626	0.622	0.614	61.4
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	1.022	0.991	0.932	0.975	0.957	0.976	0.976	97.6
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.97	1.99	2.18	1.92	2.13	2.04	2.04	102
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.98	2.01	1.95	2.14	2.13	2.20	2.07	103
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.73	1.50	2.16	1.46	2.01	2.19	1.84	92.1
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.11	1.92	1.88	2.05	2.03	2.03	2.00	100
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.73	1.74	1.89	1.78	1.66	1.68	1.75	87.3
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.02	1.95	2.15	1.89	2.00	1.92	1.99	97.2
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.76	1.82	1.98	1.86	2.02	1.79	1.87	93.5
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.50	1.48	1.36	1.29	1.37	1.28	1.38	69.1
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.23	1.19	1.18	1.27	1.23	1.29	1.23	61.5
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.22	1.04	1.34	1.21	1.07	1.26	1.19	59.5
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.76	1.67	1.72	1.75	1.79	1.88	1.76	88.1
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.61	1.66	1.50	1.74	1.46	1.53	1.58	79.2
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.64	7.61	7.16	7.77	7.14	7.62	7.49	150
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.90	4.82	4.43	5.12	4.56	5.10	4.82	96.4

附表 1-4-37 台州市环境监测中心站准确度测试数据（沉积物实际样品低浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0241	0.0295	0.0196	0.0298	0.0327	0.0231	0.0265	52.9
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0360	0.0445	0.0350	0.0377	0.0299	0.0316	0.0358	71.6
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0358	0.0365	0.0337	0.0366	0.0304	0.0357	0.0348	69.6
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0304	0.0365	0.0273	0.0374	0.0332	0.0329	0.0329	65.9
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0359	0.0448	0.0495	0.0460	0.0366	0.0372	0.0417	83.3
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0623	0.0603	0.0496	0.0592	0.0610	0.0533	0.0576	115
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.114	0.107	0.112	0.116	0.117	0.105	0.112	112
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.115	0.103	0.115	0.119	0.0977	0.133	0.114	114
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0980	0.102	0.106	0.106	0.123	0.131	0.111	111
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.119	0.093	0.108	0.118	0.0935	0.0959	0.104	104
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0977	0.0979	0.0924	0.0894	0.103	0.114	0.0990	99
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.132	0.135	0.103	0.106	0.0968	0.111	0.114	114
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.123	0.125	0.102	0.103	0.117	0.119	0.115	115
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0915	0.0704	0.0846	0.093	0.069	0.081	0.082	81.5
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0696	0.0774	0.0816	0.0843	0.0709	0.0704	0.0757	75.7
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0811	0.0697	0.0833	0.0775	0.0788	0.0727	0.0772	77.2
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.124	0.118	0.091	0.109	0.109	0.114	0.111	111
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0761	0.0810	0.0812	0.0877	0.0804	0.0745	0.0801	80.1
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.484	0.394	0.426	0.422	0.418	0.424	0.428	171
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.282	0.261	0.311	0.251	0.276	0.239	0.270	108

附表 1-4-38 宁波市环境监测中心准确度测试数据（沉积物实际样品低浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0232	0.0265	0.0245	0.0288	0.0373	0.0274	0.0280	55.9
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0382	0.0437	0.0325	0.0361	0.0317	0.0367	0.0365	73.0
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0312	0.0390	0.0341	0.0363	0.0350	0.0307	0.0344	68.8
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0369	0.0287	0.0315	0.0322	0.0329	0.0296	0.0320	63.9
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0401	0.0365	0.0376	0.0420	0.0328	0.0448	0.0390	77.9
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0492	0.0479	0.0540	0.0476	0.0568	0.0593	0.0525	105
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.111	0.122	0.094	0.092	0.094	0.110	0.104	104
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.113	0.0901	0.132	0.0994	0.105	0.132	0.112	112
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.108	0.114	0.117	0.128	0.100	0.127	0.116	116
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.109	0.098	0.098	0.118	0.116	0.104	0.107	107
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.105	0.0902	0.0961	0.105	0.109	0.110	0.102	102
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.103	0.107	0.124	0.0994	0.100	0.112	0.108	108
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.104	0.130	0.111	0.118	0.127	0.116	0.118	118
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0694	0.0851	0.0792	0.0758	0.0729	0.0737	0.0760	76.0
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0673	0.0745	0.0853	0.0649	0.0771	0.0667	0.0726	72.6
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0874	0.0749	0.0856	0.0710	0.0774	0.0853	0.0803	80.3
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0946	0.113	0.114	0.112	0.103	0.110	0.108	108
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0689	0.0873	0.0703	0.0835	0.0780	0.0886	0.0794	79.4
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.462	0.444	0.462	0.449	0.431	0.474	0.454	181
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.330	0.232	0.239	0.319	0.273	0.276	0.278	111

附表 1-4-39 湖北省环境监测中心站准确度测试数据（沉积物实际样品低浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回 收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0219	0.0306	0.0261	0.0275	0.0300	0.0255	0.0269	53.9
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0331	0.0418	0.0289	0.0307	0.0394	0.0328	0.0345	68.9
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0340	0.0326	0.0405	0.0330	0.0407	0.0360	0.0361	72.3
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0324	0.0297	0.0339	0.0280	0.0319	0.0302	0.0310	62.0
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0468	0.0369	0.0420	0.0464	0.0381	0.0376	0.0413	82.6
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0617	0.0496	0.0596	0.0498	0.0580	0.0659	0.0574	115
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0932	0.127	0.112	0.116	0.119	0.119	0.114	114
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.112	0.114	0.137	0.108	0.109	0.130	0.118	118
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.119	0.121	0.103	0.111	0.100	0.129	0.114	114
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.103	0.101	0.113	0.101	0.107	0.0945	0.103	103
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.110	0.102	0.104	0.107	0.0991	0.104	0.104	104
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.121	0.136	0.129	0.1240	0.118	0.109	0.123	123
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.118	0.131	0.114	0.093	0.116	0.108	0.113	113
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0931	0.0673	0.0729	0.0925	0.0887	0.0925	0.0845	84.5
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0804	0.0730	0.0668	0.0843	0.0865	0.0689	0.0767	76.7
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0702	0.0749	0.0779	0.0767	0.0732	0.0705	0.0739	73.9
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0935	0.0991	0.0971	0.0912	0.111	0.100	0.099	98.5
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0753	0.0715	0.0836	0.0902	0.0804	0.0902	0.0819	81.9
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.395	0.390	0.417	0.458	0.440	0.420	0.420	168
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.261	0.288	0.250	0.289	0.257	0.225	0.262	105



附表 1-4-40 泰州市环境监测中心站准确度测试数据（沉积物实际样品低浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回 收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0209	0.0270	0.0233	0.0304	0.0314	0.0228	0.0260	51.9
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0382	0.0383	0.0295	0.0337	0.0356	0.0312	0.0344	68.8
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0354	0.0354	0.0362	0.0377	0.0343	0.0357	0.0358	71.6
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0362	0.0355	0.0294	0.0325	0.0349	0.0314	0.0333	66.6
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0422	0.0407	0.0446	0.0464	0.0389	0.0424	0.0425	85.1
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0572	0.0592	0.0579	0.0553	0.0562	0.0581	0.0573	115
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.106	0.110	0.110	0.108	0.108	0.112	0.109	109
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0993	0.110	0.121	0.1070	0.102	0.123	0.110	110
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.109	0.106	0.108	0.106	0.117	0.120	0.111	111
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.113	0.108	0.106	0.101	0.108	0.100	0.106	106
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.102	0.098	0.102	0.100	0.105	0.0960	0.100	100
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.113	0.119	0.115	0.1120	0.108	0.117	0.114	114
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.114	0.113	0.110	0.106	0.120	0.112	0.113	113
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0858	0.0805	0.0799	0.0850	0.0768	0.0852	0.0822	82.2
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0796	0.0737	0.0772	0.0783	0.0771	0.0733	0.0765	76.5
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0788	0.0697	0.0741	0.0695	0.0732	0.0735	0.0731	73.1
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.106	0.102	0.0979	0.0941	0.104	0.110	0.102	102
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0801	0.0818	0.0773	0.0852	0.0844	0.0768	0.0809	80.9
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.440	0.430	0.448	0.458	0.431	0.442	0.442	177
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.282	0.267	0.264	0.301	0.279	0.254	0.275	110

附表 1-4-41 重庆市生态环境监测中心准确度测试数据 (沉积物实际样品低浓度加标)

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回 收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0215	0.0276	0.0224	0.0307	0.0314	0.0248	0.0264	52.8
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0353	0.0379	0.0298	0.0334	0.0345	0.0312	0.0337	67.4
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0350	0.0365	0.0344	0.0345	0.0361	0.0353	0.0353	70.6
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0362	0.0355	0.0291	0.0319	0.0332	0.0293	0.0325	65.1
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0410	0.0415	0.0460	0.0424	0.0362	0.0404	0.0413	82.5
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0583	0.0547	0.0551	0.0536	0.0562	0.0605	0.0564	113
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.109	0.120	0.105	0.110	0.109	0.118	0.112	112
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.098	0.102	0.114	0.1080	0.104	0.117	0.107	107
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.114	0.105	0.112	0.114	0.114	0.115	0.112	112
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.109	0.108	0.104	0.108	0.106	0.098	0.106	106
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.102	0.106	0.110	0.102	0.107	0.1040	0.105	105
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.114	0.116	0.116	0.1120	0.109	0.119	0.114	114
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.113	0.117	0.103	0.106	0.114	0.106	0.110	110
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0858	0.0813	0.0760	0.0791	0.0768	0.0778	0.0795	79.5
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0788	0.0745	0.0757	0.0753	0.0810	0.0748	0.0767	76.7
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0764	0.0749	0.0749	0.0724	0.0718	0.0735	0.0740	74
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.112	0.105	0.1050	0.1000	0.105	0.108	0.106	106
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0785	0.0778	0.0765	0.0818	0.0788	0.0776	0.0785	78.5
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.435	0.435	0.439	0.445	0.459	0.470	0.447	179
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.306	0.253	0.270	0.301	0.285	0.257	0.279	111

附表 1-4-42 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室准确度测试数据  
(沉积物实际样品低浓度加标)

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i(\%)$
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0226	0.0259	0.0231	0.0307	0.0284	0.0209	0.0253	50.5
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0389	0.0441	0.0332	0.0361	0.0359	0.0361	0.0374	74.8
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0372	0.0379	0.0330	0.0355	0.0340	0.0360	0.0356	71.2
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0311	0.0311	0.0264	0.0296	0.0298	0.0269	0.0292	58.3
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0364	0.0390	0.0455	0.0420	0.0408	0.0392	0.0405	81.0
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.05	0.0623	0.0502	0.0496	0.0586	0.0604	0.0575	0.0564	113
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.109	0.127	0.121	0.104	0.102	0.123	0.114	114
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.095	0.095	0.120	0.1020	0.113	0.101	0.104	104
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.104	0.113	0.119	0.116	0.127	0.100	0.113	113
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.130	0.113	0.100	0.097	0.109	0.096	0.107	107
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0972	0.0962	0.113	0.119	0.120	0.0891	0.106	106
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.119	0.109	0.102	0.1080	0.095	0.105	0.106	106
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.097	0.119	0.094	0.100	0.123	0.123	0.109	109
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0866	0.0689	0.0861	0.0733	0.0713	0.0713	0.0763	76.3
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0734	0.0730	0.0712	0.0701	0.0896	0.0696	0.0745	74.5
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0710	0.0763	0.0688	0.0811	0.0711	0.0727	0.0735	73.5
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.105	0.108	0.1180	0.0931	0.108	0.105	0.106	106
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.1	0.0905	0.0738	0.0734	0.0843	0.0698	0.0878	0.0799	79.9
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.389	0.381	0.375	0.423	0.420	0.417	0.401	160
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.300	0.285	0.242	0.307	0.243	0.276	0.276	110

附表 1-4-43 台州市环境监测中心站准确度测试数据（沉积物实际样品中浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.152	0.124	0.128	0.138	0.122	0.125	0.132	52.6
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.191	0.188	0.204	0.163	0.165	0.192	0.184	73.5
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.160	0.189	0.191	0.152	0.165	0.159	0.169	67.8
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.133	0.164	0.163	0.135	0.152	0.151	0.150	59.8
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.196	0.199	0.204	0.200	0.211	0.193	0.200	80.1
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.284	0.269	0.300	0.264	0.277	0.287	0.280	112
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.569	0.560	0.570	0.619	0.512	0.621	0.575	115
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.494	0.507	0.584	0.515	0.474	0.571	0.524	105
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.511	0.552	0.471	0.500	0.457	0.502	0.499	99.7
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.525	0.553	0.567	0.526	0.438	0.536	0.524	105
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.469	0.454	0.505	0.487	0.452	0.451	0.470	93.9
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.571	0.481	0.503	0.569	0.523	0.505	0.525	105
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.516	0.503	0.560	0.498	0.548	0.467	0.515	103
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.530	0.474	0.469	0.469	0.465	0.500	0.485	96.9
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.415	0.408	0.405	0.408	0.382	0.344	0.394	78.8
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.352	0.348	0.323	0.317	0.344	0.305	0.331	66.3
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.515	0.466	0.542	0.454	0.458	0.545	0.497	99.3
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.408	0.436	0.385	0.406	0.424	0.406	0.411	82.2
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.99	1.97	2.04	1.99	1.67	2.03	1.95	156
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.12	1.18	1.30	1.37	1.10	1.29	1.23	98.1

附表 1-4-44 宁波市环境监测中心准确度测试数据（沉积物实际样品中浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.157	0.119	0.118	0.127	0.092	0.146	0.126	50.6
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.195	0.186	0.220	0.177	0.151	0.169	0.183	73.2
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.178	0.189	0.177	0.167	0.173	0.182	0.178	71.1
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.145	0.139	0.175	0.119	0.141	0.168	0.148	59.1
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.192	0.196	0.200	0.229	0.207	0.185	0.202	80.6
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.301	0.269	0.267	0.243	0.258	0.242	0.263	105
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.508	0.521	0.520	0.591	0.556	0.599	0.549	110
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.478	0.518	0.579	0.567	0.538	0.566	0.541	108
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.542	0.526	0.481	0.495	0.510	0.517	0.512	102
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.495	0.486	0.504	0.557	0.463	0.496	0.500	100
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.455	0.454	0.495	0.496	0.509	0.524	0.489	97.8
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.513	0.523	0.518	0.575	0.570	0.548	0.541	108
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.531	0.492	0.458	0.549	0.482	0.472	0.497	99.5
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.530	0.546	0.484	0.490	0.511	0.515	0.513	103
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.370	0.378	0.439	0.433	0.430	0.363	0.402	80.4
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.345	0.358	0.313	0.324	0.354	0.298	0.332	66.4
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.535	0.457	0.482	0.459	0.497	0.540	0.495	99
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.364	0.420	0.389	0.410	0.420	0.367	0.395	79
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.89	2.01	2.06	1.90	1.84	1.89	1.93	154
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.36	1.24	1.29	1.25	1.15	1.26	1.26	101

附表 1-4-45 湖北省环境监测中心站准确度测试数据（沉积物实际样品中浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.141	0.129	0.138	0.121	0.102	0.131	0.127	50.8
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.213	0.204	0.212	0.172	0.151	0.192	0.191	76.3
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.178	0.191	0.173	0.177	0.184	0.170	0.179	71.5
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.136	0.145	0.181	0.128	0.141	0.147	0.146	58.5
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.222	0.211	0.208	0.214	0.226	0.213	0.216	86.3
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.304	0.271	0.289	0.278	0.258	0.258	0.276	111
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.580	0.589	0.565	0.546	0.600	0.610	0.582	116
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.510	0.528	0.504	0.504	0.490	0.534	0.512	102
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.505	0.558	0.481	0.439	0.447	0.565	0.499	100
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.530	0.548	0.572	0.511	0.516	0.511	0.531	106
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.494	0.478	0.457	0.482	0.514	0.461	0.481	96.2
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.566	0.476	0.487	0.479	0.476	0.505	0.498	100
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.521	0.534	0.519	0.493	0.527	0.523	0.520	104
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.510	0.536	0.505	0.561	0.557	0.525	0.532	106
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.411	0.360	0.435	0.375	0.370	0.337	0.381	76.3
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.376	0.368	0.310	0.314	0.326	0.356	0.342	68.3
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.545	0.476	0.492	0.543	0.521	0.485	0.510	102
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.380	0.412	0.409	0.378	0.372	0.402	0.392	78.4
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	2.15	2.05	2.20	1.68	1.69	2.05	1.97	157
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.27	1.26	1.10	1.45	1.27	1.21	1.26	101

附表 1-4-46 泰州市环境监测中心站准确度测试数据（沉积物实际样品中浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.152	0.126	0.121	0.126	0.097	0.145	0.128	51.1
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.197	0.210	0.198	0.190	0.180	0.178	0.192	76.9
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.180	0.178	0.177	0.163	0.160	0.184	0.174	69.5
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.161	0.141	0.168	0.131	0.157	0.149	0.151	60.5
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.214	0.192	0.206	0.202	0.188	0.223	0.204	81.7
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.258	0.260	0.267	0.267	0.263	0.261	0.263	105
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.502	0.526	0.570	0.529	0.589	0.536	0.542	108
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.468	0.518	0.504	0.530	0.532	0.539	0.515	103
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.500	0.531	0.512	0.514	0.491	0.533	0.514	103
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.505	0.522	0.468	0.455	0.536	0.461	0.491	98
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.513	0.478	0.486	0.443	0.466	0.446	0.472	94
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.518	0.518	0.566	0.580	0.565	0.570	0.553	111
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.552	0.462	0.478	0.538	0.542	0.472	0.507	101
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.546	0.546	0.474	0.525	0.506	0.525	0.520	104
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.382	0.375	0.380	0.408	0.402	0.396	0.391	78.1
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.362	0.341	0.329	0.353	0.364	0.343	0.349	69.7
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.455	0.506	0.452	0.489	0.477	0.520	0.483	97
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.384	0.396	0.417	0.378	0.384	0.390	0.392	78.3
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	2.01	1.80	2.20	2.00	1.78	1.99	1.96	157
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.12	1.21	1.23	1.36	1.31	1.24	1.24	99

附表 1-4-47 重庆市生态环境监测中心准确度测试数据 (沉积物实际样品中浓度加标)

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.152	0.118	0.120	0.131	0.110	0.131	0.127	50.8
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.197	0.222	0.223	0.179	0.175	0.167	0.194	77.5
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.158	0.181	0.188	0.182	0.153	0.181	0.174	69.5
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.155	0.168	0.172	0.144	0.152	0.164	0.159	63.7
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.186	0.207	0.206	0.200	0.197	0.211	0.201	80.5
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.295	0.285	0.278	0.270	0.308	0.261	0.283	113
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.591	0.549	0.615	0.524	0.496	0.570	0.558	112
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.515	0.518	0.526	0.525	0.574	0.566	0.537	107
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.521	0.537	0.512	0.509	0.471	0.491	0.507	101
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.485	0.512	0.562	0.476	0.468	0.536	0.507	101
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.499	0.478	0.471	0.525	0.471	0.466	0.485	97
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.497	0.560	0.524	0.564	0.549	0.489	0.531	106
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.455	0.549	0.540	0.498	0.512	0.478	0.505	101
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.494	0.479	0.546	0.551	0.480	0.550	0.517	103
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.407	0.397	0.418	0.391	0.406	0.404	0.404	80.8
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.380	0.365	0.342	0.356	0.316	0.330	0.348	69.6
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.470	0.530	0.542	0.519	0.487	0.540	0.515	103
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.364	0.384	0.365	0.410	0.400	0.410	0.389	77.8
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.84	1.95	1.84	1.64	1.73	2.03	1.84	147
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.26	1.26	1.31	1.28	1.22	1.38	1.28	103



附表 1-4-48 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室准确度测试数据（沉积物实际样品中浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.139	0.119	0.134	0.134	0.111	0.138	0.129	51.7
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.203	0.202	0.191	0.192	0.173	0.188	0.192	76.6
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.153	0.181	0.182	0.165	0.173	0.188	0.174	69.5
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.147	0.161	0.166	0.140	0.133	0.149	0.149	59.7
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.206	0.205	0.204	0.200	0.215	0.217	0.208	83.1
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.25	0.284	0.258	0.281	0.259	0.255	0.258	0.266	106
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.546	0.600	0.520	0.540	0.496	0.581	0.547	109
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.484	0.481	0.483	0.488	0.501	0.539	0.496	99.2
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.573	0.521	0.512	0.514	0.525	0.560	0.534	107
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.505	0.553	0.468	0.476	0.536	0.506	0.507	101
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.489	0.459	0.466	0.516	0.495	0.485	0.485	97
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.503	0.575	0.545	0.532	0.544	0.505	0.534	107
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.476	0.513	0.534	0.544	0.472	0.467	0.501	100
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.468	0.459	0.469	0.485	0.485	0.525	0.482	96.4
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.374	0.378	0.393	0.391	0.370	0.385	0.382	76.4
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.328	0.368	0.336	0.320	0.312	0.350	0.336	67.1
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.470	0.481	0.462	0.479	0.477	0.460	0.472	94.3
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	0.5	0.416	0.440	0.405	0.442	0.420	0.378	0.417	83.4
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.99	1.69	2.00	1.90	1.82	1.99	1.90	152
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.25	1.30	1.26	1.26	1.43	1.23	1.39	1.31	105

附表 1-4-49 台州市环境监测中心站准确度测试数据（沉积物实际样品高浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.624	0.682	0.495	0.591	0.562	0.654	0.602	60.2
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.495	0.565	0.548	0.492	0.517	0.464	0.513	51.3
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.529	0.602	0.627	0.556	0.596	0.565	0.579	57.9
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.526	0.536	0.516	0.552	0.549	0.522	0.534	53.4
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.671	0.711	0.736	0.625	0.643	0.671	0.676	67.6
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.976	0.974	0.924	0.989	0.988	0.903	0.959	95.9
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.92	1.99	2.07	1.91	1.98	1.85	1.95	97.6
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.06	1.92	1.95	2.16	1.90	2.04	2.01	100
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.99	1.88	2.08	1.82	1.99	2.05	1.97	98.4
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.94	1.94	2.05	2.03	2.00	1.96	1.99	99.4
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.79	1.81	1.85	1.94	1.94	1.87	1.87	93.3
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.07	1.93	1.94	1.91	1.95	1.96	1.96	97.9
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.83	2.00	1.93	1.82	1.81	1.97	1.89	94.7
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.40	1.41	1.42	1.44	1.49	1.48	1.44	72.1
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.40	1.25	1.23	1.18	1.17	1.18	1.23	61.7
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.40	1.14	1.15	1.16	1.22	1.17	1.21	60.2
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.87	1.70	1.77	1.73	1.82	1.72	1.77	88.4
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.28	1.54	1.34	1.39	1.41	1.50	1.41	70.5
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.46	7.26	6.88	7.15	7.27	6.90	7.15	143
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.36	4.47	4.45	4.82	4.52	4.83	4.58	91.5

附表 1-4-50 宁波市环境监测中心准确度测试数据（沉积物实际样品高浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.611	0.656	0.516	0.557	0.557	0.648	0.591	59.1
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.470	0.532	0.542	0.502	0.491	0.469	0.501	50.1
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.557	0.572	0.646	0.567	0.544	0.560	0.574	57.4
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.564	0.553	0.527	0.541	0.538	0.549	0.545	54.5
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.665	0.684	0.708	0.613	0.649	0.658	0.663	66.3
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.900	0.993	0.963	0.933	0.894	0.959	0.940	94
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.94	2.04	2.05	2.11	2.19	2.02	2.06	103
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.04	1.89	1.93	1.97	1.92	2.02	1.96	98.1
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.97	1.90	2.00	1.91	1.97	2.07	1.97	98.5
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.10	1.90	1.99	2.05	1.92	2.04	2.00	100
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.84	1.74	1.85	1.98	1.90	2.04	1.89	94.6
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.07	1.99	1.92	1.89	1.93	1.86	1.94	97.1
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.93	1.96	1.99	1.79	1.81	1.97	1.91	95.3
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.43	1.34	1.41	1.41	1.39	1.50	1.41	70.7
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.34	1.34	1.16	1.24	1.20	1.16	1.24	62.1
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.30	1.14	1.15	1.15	1.17	1.17	1.18	59
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.81	1.77	1.75	1.69	1.86	1.90	1.80	89.9
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.34	1.57	1.40	1.34	1.36	1.52	1.42	71.1
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.54	6.82	7.53	7.58	7.06	6.97	7.25	145
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.77	4.52	4.69	4.82	4.75	4.88	4.74	94.8

附表 1-4-51 湖北省环境监测中心站准确度测试数据（沉积物实际样品高浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.649	0.643	0.495	0.546	0.579	0.674	0.598	59.8
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.485	0.554	0.548	0.492	0.512	0.492	0.514	51.4
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.557	0.590	0.627	0.596	0.550	0.571	0.582	58.2
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.564	0.581	0.548	0.575	0.522	0.560	0.558	55.8
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.658	0.670	0.680	0.571	0.669	0.712	0.660	66
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.900	0.899	0.963	0.942	0.922	0.978	0.934	93.4
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.94	2.14	2.07	2.05	2.06	1.99	2.04	102
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.88	1.89	1.86	1.97	1.98	1.98	1.93	96
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.16	1.86	2.08	1.97	1.96	2.01	2.01	100
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.98	1.90	1.95	1.97	2.00	2.04	1.98	99
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.73	1.87	1.92	1.87	1.88	1.93	1.87	93.3
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.98	2.14	1.94	1.85	1.89	1.94	1.96	97.8
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.81	1.82	1.95	1.94	1.91	1.95	1.90	94.8
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.32	1.30	1.35	1.45	1.42	1.43	1.38	68.9
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.30	1.38	1.26	1.21	1.13	1.20	1.25	62.3
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.38	1.12	1.25	1.15	1.27	1.23	1.23	61.6
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.87	1.72	1.81	1.80	1.77	1.87	1.80	90.2
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.40	1.60	1.36	1.35	1.45	1.56	1.45	72.7
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.09	7.04	6.88	7.22	6.99	7.40	7.10	142
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.64	4.85	4.54	4.87	4.47	4.98	4.72	94.5

附表 1-4-52 泰州市环境监测中心站准确度测试数据（沉积物实际样品高浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.617	0.656	0.531	0.569	0.596	0.661	0.605	60.5
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.515	0.554	0.564	0.538	0.512	0.488	0.529	52.9
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.579	0.590	0.621	0.567	0.596	0.577	0.588	58.8
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.543	0.592	0.516	0.580	0.511	0.533	0.546	54.6
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.665	0.677	0.736	0.601	0.689	0.658	0.671	67.1
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.938	0.899	0.915	0.951	0.894	0.968	0.928	92.8
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.88	1.97	1.99	2.11	2.00	1.83	1.96	98.1
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.00	1.98	2.01	1.97	1.94	2.02	1.99	99.4
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.18	1.88	2.10	1.93	1.90	1.95	1.99	99.4
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.04	2.06	1.91	1.97	2.06	2.06	2.02	101
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.73	1.87	1.98	2.04	2.05	1.91	1.93	96.5
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.15	1.97	2.10	1.82	1.84	1.88	1.96	97.9
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.00	1.86	1.89	1.90	1.81	1.88	1.89	94.5
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.42	1.33	1.44	1.45	1.51	1.50	1.44	72.0
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.29	1.31	1.24	1.26	1.12	1.27	1.25	62.5
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.29	1.20	1.18	1.18	1.18	1.18	1.20	60.1
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.83	1.72	1.81	1.71	1.82	1.88	1.80	89.7
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.32	1.48	1.39	1.35	1.42	1.42	1.39	69.7
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.46	6.90	7.46	7.58	6.70	6.83	7.15	143
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.73	4.80	4.78	4.92	4.79	4.93	4.82	96.5

附表 1-4-53 重庆市生态环境监测中心准确度测试数据 (沉积物实际样品高浓度加标)

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.649	0.649	0.490	0.569	0.579	0.674	0.602	60.2
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.470	0.527	0.553	0.517	0.538	0.460	0.511	51.1
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.568	0.596	0.590	0.544	0.602	0.554	0.576	57.6
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.526	0.536	0.538	0.586	0.511	0.566	0.544	54.4
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.658	0.697	0.708	0.601	0.636	0.712	0.669	66.9
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.910	0.946	0.905	0.980	0.988	0.903	0.939	93.9
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.04	1.97	1.99	1.91	2.06	2.02	2.00	99.9
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.90	1.89	1.86	2.16	1.88	2.10	1.97	98.2
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.02	1.82	2.08	1.86	1.86	1.91	1.92	96.1
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.94	2.00	1.89	2.07	2.10	2.06	2.01	101
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.86	1.85	1.85	1.96	1.90	2.04	1.91	95.5
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.05	2.05	1.98	1.93	1.85	1.92	1.96	98.1
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.85	1.88	1.97	1.84	1.87	2.01	1.90	95.2
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.31	1.38	1.34	1.48	1.52	1.51	1.42	71.2
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.34	1.27	1.16	1.27	1.13	1.16	1.22	61.2
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.34	1.20	1.24	1.15	1.23	1.14	1.22	60.9
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.85	1.84	1.94	1.85	1.89	1.74	1.85	92.6
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.29	1.62	1.44	1.27	1.38	1.42	1.40	70.1
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.39	7.11	7.02	6.86	6.99	7.40	7.13	143
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.54	4.61	4.83	4.78	4.61	4.60	4.66	93.2

附表 1-4-54 浙江大学热能工程研究所二噁英实验室准确度测试数据（沉积物实际样品高浓度加标）

化合物	样品	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )						平均值 $\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 $\bar{P}_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6		
BB-1	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.643	0.663	0.511	0.569	0.545	0.687	0.603	60.3
BB-2	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.505	0.516	0.526	0.507	0.533	0.483	0.512	51.2
BB-9	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.562	0.572	0.597	0.579	0.579	0.548	0.573	57.3
BB-10	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.526	0.575	0.548	0.597	0.522	0.544	0.552	55.2
BB-15	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.652	0.711	0.708	0.619	0.643	0.678	0.669	66.9
BB-30	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	1.0	0.919	0.927	0.924	0.942	0.979	0.940	0.939	93.9
BB-49	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.00	2.14	2.09	2.11	2.08	2.02	2.07	104
BB-52	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.04	1.94	1.97	2.04	1.84	2.00	1.97	98.6
BB-77	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.06	1.99	2.02	1.97	1.82	2.05	1.98	99.2
BB-101	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	2.10	1.96	1.97	1.91	1.98	2.06	2.00	99.9
BB-103	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.88	1.78	1.92	1.88	1.92	2.04	1.90	95.2
BB-153	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.94	1.99	2.04	1.83	1.78	1.88	1.91	95.6
BB-154	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.91	1.98	1.82	1.92	1.83	1.84	1.88	94.1
BB-156	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.38	1.41	1.38	1.47	1.46	1.56	1.44	72.1
BB-169	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.28	1.36	1.27	1.24	1.14	1.19	1.25	62.4
BB-180	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.32	1.10	1.19	1.15	1.24	1.21	1.20	60.1
BB-194	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.96	1.75	1.83	1.80	1.88	1.90	1.85	92.6
BB-205	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	2.0	1.37	1.49	1.40	1.37	1.45	1.42	1.42	70.8
BB-206	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	7.76	6.90	7.10	7.36	6.99	7.11	7.20	144
BB-209	原始样	/	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	/
	加标样	5.0	4.32	4.47	4.78	4.73	4.38	4.83	4.59	91.7

## 2 方法试验汇总

### 2.1 方法检出限、测定下限数据汇总

按照 HJ 168-2010 的检出限确定方法，六家实验室参照验证方案测定《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》中目标化合物的检出限，方法检出限和测定下限的汇总情况见附表 2-1-1

附表 2-1-1 方法检出限、测定下限测试数据表汇总

多溴联苯	测定结果(ng/kg)							平均值 ( $\mu\text{g/kg}$ )	标准偏差 $S_i(\mu\text{g/kg})$	检出限 ( $\mu\text{g/kg}$ )	测定下 限 ( $\mu\text{g/kg}$ )
	1	2	3	4	5	6	7				
BB-1	0.0331	0.0246	0.0227	0.0224	0.0256	0.0251	0.0238	0.0253	0.00363	0.02	0.08
	0.0344	0.0239	0.0234	0.0198	0.0266	0.0223	0.0224	0.0247	0.00475		
	0.0314	0.0262	0.0238	0.0204	0.0256	0.0226	0.0250	0.0250	0.00345		
	0.0328	0.0272	0.0236	0.0213	0.025	0.0251	0.0227	0.0254	0.00377		
	0.0318	0.0272	0.0236	0.0202	0.0269	0.0228	0.0219	0.0249	0.00396		
	0.0338	0.0259	0.0213	0.0198	0.0277	0.0247	0.0229	0.0252	0.00465		
BB-2	0.0357	0.0333	0.0295	0.0322	0.0361	0.0335	0.0323	0.0332	0.00225	0.02	0.08
	0.0391	0.0319	0.0322	0.0297	0.0391	0.0312	0.0333	0.0338	0.00378		
	0.0353	0.0329	0.031	0.0316	0.0365	0.0338	0.0310	0.0332	0.00216		
	0.0384	0.0316	0.0304	0.0322	0.0372	0.0315	0.0343	0.0337	0.00309		
	0.0399	0.0333	0.0286	0.0332	0.0391	0.0335	0.0317	0.0342	0.00401		
	0.0388	0.0333	0.0289	0.0294	0.0372	0.0332	0.0347	0.0336	0.00367		
BB-9	0.0338	0.0378	0.0352	0.037	0.0386	0.0363	0.0368	0.0365	0.00161	0.01	0.04
	0.0348	0.0346	0.0339	0.0352	0.0365	0.037	0.0333	0.0350	0.00134		
	0.0369	0.0346	0.0329	0.0332	0.0357	0.0356	0.0350	0.0348	0.00144		
	0.0362	0.0335	0.0332	0.0339	0.035	0.0342	0.0333	0.0342	0.0011		
	0.0338	0.0382	0.0352	0.0356	0.0375	0.0339	0.0333	0.0354	0.00189		
	0.0321	0.0385	0.0332	0.0342	0.0361	0.0328	0.0361	0.0347	0.00228		
BB-10	0.0307	0.0297	0.0295	0.0300	0.0353	0.0307	0.0328	0.0312	0.0021	0.01	0.04
	0.0304	0.0300	0.0295	0.0300	0.0333	0.0295	0.0312	0.0305	0.00135		
	0.0274	0.0310	0.0275	0.0327	0.0333	0.0323	0.0334	0.0311	0.00261		
	0.0307	0.0303	0.0292	0.0300	0.031	0.0333	0.0340	0.0312	0.00178		
	0.0280	0.0303	0.0277	0.0303	0.0353	0.0314	0.0340	0.0310	0.00284		
	0.0286	0.0322	0.0277	0.0306	0.0323	0.0304	0.0318	0.0305	0.00178		
BB-15	0.0416	0.0473	0.0441	0.0425	0.0313	0.0449	0.0413	0.0418	0.00511	0.03	0.12
	0.0447	0.0423	0.0437	0.0484	0.0274	0.0419	0.0434	0.0417	0.00663		
	0.0420	0.0437	0.0412	0.0438	0.0283	0.0419	0.0452	0.0409	0.00570		
	0.0456	0.0482	0.0391	0.0475	0.0289	0.0419	0.0417	0.0418	0.00658		
	0.046	0.0459	0.0424	0.0479	0.028	0.0419	0.0456	0.0425	0.00675		
	0.0456	0.0482	0.0420	0.0479	0.0304	0.0411	0.0443	0.0428	0.00609		
BB-30	0.0576	0.0562	0.0551	0.0577	0.0569	0.0571	0.0593	0.0571	0.00130	0.02	0.08
	0.0588	0.0598	0.0545	0.0571	0.0541	0.0582	0.0587	0.0573	0.00222		
	0.0576	0.0610	0.0596	0.0631	0.061	0.0565	0.0559	0.0592	0.00266		
	0.0618	0.0568	0.0534	0.0577	0.0581	0.0548	0.0570	0.0571	0.00266		
	0.0576	0.0640	0.0528	0.0625	0.0587	0.0560	0.0542	0.0580	0.00413		
	0.0588	0.0592	0.0545	0.0559	0.0552	0.0582	0.0559	0.0568	0.00188		



续表

多溴联苯	测定结果(ng/kg)							平均值 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	标准偏差 $S_i(\mu\text{g}/\text{kg})$	检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
	1	2	3	4	5	6	7				
BB-49	0.122	0.124	0.121	0.107	0.111	0.104	0.115	0.115	0.00772	0.03	0.12
	0.125	0.120	0.122	0.121	0.103	0.114	0.116	0.117	0.00710		
	0.114	0.124	0.113	0.117	0.115	0.113	0.109	0.115	0.00466		
	0.115	0.124	0.107	0.116	0.117	0.104	0.106	0.113	0.00703		
	0.113	0.112	0.115	0.121	0.108	0.111	0.105	0.112	0.00511		
	0.120	0.126	0.107	0.121	0.108	0.113	0.111	0.115	0.00726		
BB-52	0.117	0.109	0.109	0.104	0.114	0.110	0.117	0.112	0.00467	0.04	0.16
	0.124	0.123	0.103	0.114	0.100	0.107	0.104	0.111	0.00991		
	0.123	0.113	0.110	0.107	0.105	0.100	0.104	0.109	0.00744		
	0.118	0.122	0.110	0.107	0.100	0.105	0.102	0.109	0.00825		
	0.124	0.115	0.112	0.113	0.106	0.108	0.109	0.112	0.00597		
	0.113	0.122	0.119	0.111	0.105	0.104	0.109	0.112	0.00678		
BB-77	0.119	0.112	0.113	0.109	0.111	0.099	0.099	0.109	0.00758	0.03	0.12
	0.12	0.119	0.110	0.101	0.100	0.100	0.106	0.108	0.00873		
	0.119	0.118	0.117	0.109	0.099	0.102	0.105	0.11	0.00818		
	0.104	0.105	0.112	0.102	0.113	0.102	0.109	0.107	0.00480		
	0.118	0.111	0.109	0.100	0.107	0.108	0.100	0.108	0.00629		
	0.109	0.115	0.113	0.112	0.11	0.112	0.112	0.112	0.00217		
BB-101	0.103	0.114	0.116	0.107	0.0941	0.112	0.105	0.107	0.00754	0.03	0.12
	0.114	0.102	0.114	0.110	0.097	0.106	0.103	0.107	0.00656		
	0.107	0.116	0.111	0.109	0.0921	0.107	0.098	0.106	0.00808		
	0.107	0.105	0.104	0.104	0.0970	0.110	0.0980	0.103	0.00470		
	0.104	0.108	0.113	0.109	0.096	0.100	0.100	0.104	0.00602		
	0.103	0.103	0.105	0.100	0.100	0.106	0.109	0.104	0.00329		
BB-103	0.113	0.107	0.110	0.105	0.0989	0.0949	0.0939	0.103	0.00751	0.03	0.12
	0.112	0.112	0.0968	0.107	0.103	0.107	0.0949	0.105	0.00689		
	0.106	0.099	0.105	0.107	0.101	0.104	0.107	0.104	0.00317		
	0.110	0.0987	0.105	0.103	0.0998	0.097	0.099	0.102	0.00452		
	0.108	0.109	0.103	0.103	0.0941	0.099	0.104	0.103	0.00512		
	0.111	0.0987	0.1071	0.102	0.101	0.105	0.107	0.105	0.00426		
BB-153	0.125	0.122	0.113	0.12	0.104	0.105	0.117	0.115	0.00794	0.03	0.12
	0.123	0.116	0.109	0.119	0.105	0.105	0.103	0.112	0.00782		
	0.117	0.113	0.109	0.121	0.106	0.108	0.109	0.112	0.00548		
	0.128	0.12	0.12	0.119	0.12	0.11	0.119	0.119	0.00533		
	0.129	0.123	0.111	0.118	0.114	0.113	0.108	0.117	0.00732		
	0.113	0.118	0.104	0.116	0.116	0.11	0.114	0.113	0.00488		

续表

多溴联苯	测定结果(ng/kg)							平均值 ( $\mu\text{g/kg}$ )	标准偏差 $S_i(\mu\text{g/kg})$	检出限 ( $\mu\text{g/kg}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/kg}$ )
	1	2	3	4	5	6	7				
BB-154	0.122	0.119	0.111	0.116	0.104	0.102	0.106	0.111	0.0076	0.03	0.12
	0.113	0.111	0.111	0.114	0.11	0.114	0.11	0.112	0.00196		
	0.117	0.105	0.105	0.11	0.108	0.116	0.101	0.109	0.00579		
	0.124	0.115	0.111	0.106	0.108	0.108	0.117	0.113	0.00641		
	0.116	0.116	0.112	0.111	0.110	0.102	0.117	0.112	0.00520		
	0.113	0.115	0.11	0.101	0.107	0.105	0.116	0.110	0.00552		
BB-156	0.0822	0.0869	0.0863	0.0855	0.0758	0.0769	0.0790	0.0818	0.00462	0.02	0.08
	0.0890	0.0852	0.0822	0.0815	0.083	0.0814	0.0737	0.0823	0.00464		
	0.0890	0.0827	0.0838	0.0759	0.0782	0.0753	0.0798	0.0807	0.00487		
	0.0865	0.0819	0.0790	0.0823	0.0790	0.0791	0.0714	0.0799	0.00459		
	0.0822	0.0785	0.0871	0.0863	0.0806	0.0791	0.0752	0.0813	0.00428		
	0.0856	0.0793	0.0863	0.0863	0.0845	0.0738	0.0745	0.0815	0.00556		
BB-169	0.0735	0.073	0.075	0.0712	0.0718	0.0748	0.074	0.0733	0.00143	0.02	0.08
	0.0811	0.0785	0.0819	0.0774	0.071	0.0786	0.0710	0.0771	0.00442		
	0.0796	0.0809	0.0750	0.0781	0.0777	0.0703	0.0808	0.0775	0.00376		
	0.0773	0.0730	0.0788	0.0797	0.0703	0.0733	0.074	0.0752	0.00344		
	0.0766	0.0832	0.0750	0.0812	0.0733	0.0809	0.0785	0.0784	0.0036		
	0.0788	0.0761	0.0811	0.0735	0.0747	0.0756	0.0770	0.0767	0.00256		
BB-180	0.0713	0.0822	0.0722	0.0778	0.0666	0.0764	0.0807	0.0753	0.00554	0.03	0.12
	0.0728	0.0822	0.0737	0.0770	0.0687	0.0821	0.0791	0.0765	0.00505		
	0.0750	0.0775	0.0737	0.0702	0.0701	0.0837	0.0839	0.0763	0.00576		
	0.0720	0.0752	0.0722	0.0800	0.066	0.0837	0.0856	0.0764	0.00706		
	0.0750	0.0829	0.0799	0.0793	0.0735	0.0789	0.0823	0.0788	0.00349		
	0.0758	0.0729	0.0792	0.0808	0.0666	0.0772	0.0791	0.0759	0.00485		
BB-194	0.113	0.106	0.102	0.108	0.0931	0.101	0.101	0.103	0.00638	0.03	0.12
	0.105	0.101	0.101	0.110	0.104	0.107	0.100	0.104	0.00381		
	0.116	0.107	0.105	0.097	0.0951	0.099	0.101	0.103	0.00737		
	0.105	0.105	0.0959	0.107	0.0931	0.101	0.107	0.102	0.00561		
	0.105	0.107	0.107	0.105	0.104	0.111	0.102	0.106	0.00285		
	0.105	0.110	0.101	0.101	0.100	0.111	0.103	0.104	0.00462		
BB-205	0.0873	0.0868	0.0745	0.0817	0.0796	0.0833	0.0867	0.0828	0.00469	0.03	0.12
	0.0907	0.0793	0.0815	0.0841	0.0796	0.0777	0.0826	0.0822	0.00432		
	0.0873	0.0877	0.0808	0.0737	0.0796	0.0769	0.0770	0.0804	0.00532		
	0.0916	0.0793	0.0808	0.0761	0.0698	0.0858	0.0859	0.0813	0.00717		
	0.0881	0.086	0.0808	0.0833	0.0736	0.0809	0.0818	0.0821	0.00462		
	0.0821	0.0827	0.0800	0.0753	0.0796	0.0825	0.0859	0.0811	0.00329		
BB-206	0.436	0.451	0.459	0.450	0.445	0.446	0.469	0.451	0.0106	0.1	0.4
	0.441	0.447	0.420	0.437	0.459	0.488	0.492	0.455	0.0267		
	0.483	0.442	0.420	0.442	0.478	0.437	0.492	0.456	0.0276		
	0.455	0.488	0.455	0.468	0.473	0.451	0.478	0.467	0.0140		
	0.488	0.424	0.450	0.433	0.454	0.46	0.455	0.452	0.0205		
	0.464	0.447	0.424	0.437	0.511	0.437	0.474	0.456	0.0296		

续表

多溴联 苯	测定结果(ng/kg)							平均值 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
	1	2	3	4	5	6	7				
BB-209	0.311	0.286	0.257	0.261	0.281	0.28	0.277	0.279	0.0177	0.08	0.32
	0.305	0.270	0.263	0.261	0.287	0.258	0.266	0.273	0.0170		
	0.287	0.267	0.242	0.251	0.268	0.266	0.261	0.263	0.0144		
	0.32	0.262	0.278	0.251	0.273	0.285	0.274	0.278	0.0218		
	0.314	0.267	0.252	0.245	0.265	0.269	0.282	0.271	0.0226		
	0.299	0.265	0.265	0.251	0.281	0.272	0.253	0.269	0.0168		

## 2.2 方法精密度数据汇总

六家实验室按照《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》中样品分析的全部步骤进行处理和测定，按全程序每个样品平行测定 6 次，分别计算低中高三个不同浓度或含量样品的平均值、标准偏差和相对标准偏差。加标浓度分别为：低水平加标量为 1~5 ng（BB-1 至 BB-30 为 1 ng，BB-49 至 BB-205 为 2 ng，BB-206、BB-209 为 5 ng），中水平加标量为 3-15 ng（BB-1 至 BB-30 为 3 ng，BB-49 至 BB-205 为 6 ng，BB-206、BB-209 为 15 ng），高水平加标量为 10-50 ng（BB-1 至 BB-30 为 10 ng，BB-49 至 BB-205 为 20 ng，BB-206、BB-209 为 50 ng），三水平净化内标加标量为 2.5~12.5 ng（<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-BB-52 为 2.5 ng，<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-BB-153 和 <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-BB-194 为 5 ng，<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-BB-209 为 12.5 ng），三水平进样内标加标量为 2.5 ng。汇总试验数据见附表 2-2-1 至 2-2-9。

附表 2-2-1 精密度试验数据汇总表（空白基质低浓度）

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-1	1	0.0258	0.00470	18	0.0263	0.00459	17	0.013	0.012
	2	0.0288	0.00630	22					
	3	0.0261	0.00503	19					
	4	0.0255	0.00341	13					
	5	0.0254	0.00398	16					
	6	0.0285	0.00334	12					
BB-2	1	0.0342	0.00419	12	0.0341	0.00498	15	0.012	0.012
	2	0.0380	0.00670	18					
	3	0.0339	0.00318	9.4					
	4	0.0341	0.00301	8.8					
	5	0.0345	0.00334	9.7					
	6	0.0312	0.00389	13					
BB-9	1	0.0356	0.00122	3.4	0.0355	0.00411	12	0.010	0.0094
	2	0.0367	0.00550	15					
	3	0.0344	0.00084	2.4					
	4	0.0350	0.00154	4.4					
	5	0.0355	0.00149	4.2					
	6	0.0360	0.00634	18					
BB-10	1	0.0311	0.00239	7.7	0.0316	0.00375	12	0.010	0.0096
	2	0.0319	0.00440	14					
	3	0.0305	0.00077	2.5					
	4	0.0314	0.00165	5.2					
	5	0.0307	0.00128	4.2					
	6	0.0329	0.00705	22					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-15	1	0.0423	0.00570	14	0.0415	0.00774	19	0.021	0.020
	2	0.0448	0.00620	14					
	3	0.0400	0.00651	16					
	4	0.0412	0.00618	15					
	5	0.0412	0.00550	13					
	6	0.0440	0.01240	28					
BB-30	1	0.0594	0.00233	3.9	0.0595	0.00632	11	0.017	0.017
	2	0.0621	0.00690	11					
	3	0.0581	0.00442	7.6					
	4	0.0592	0.00150	2.5					
	5	0.0592	0.00142	2.4					
	6	0.0562	0.01240	22					
BB-49	1	0.115	0.00729	6.3	0.116	0.012	10	0.034	0.032
	2	0.117	0.0195	17					
	3	0.114	0.00461	4.0					
	4	0.116	0.00759	6.6					
	5	0.114	0.00650	5.7					
	6	0.120	0.0183	15					
BB-52	1	0.111	0.00680	6.1	0.115	0.01	8.7	0.026	0.027
	2	0.117	0.00630	5.4					
	3	0.111	0.00868	7.8					
	4	0.111	0.00540	4.9					
	5	0.110	0.00544	4.9					
	6	0.121	0.0172	14					
BB-77	1	0.107	0.00361	3.4	0.113	0.0107	9.4	0.019	0.027
	2	0.122	0.0122	10					
	3	0.110	0.00578	5.3					
	4	0.112	0.00344	3.1					
	5	0.109	0.00535	4.9					
	6	0.125	0.00740	5.9					
BB-101	1	0.106	0.00497	4.7	0.108	0.0113	11	0.031	0.029
	2	0.111	0.0133	12					
	3	0.104	0.00789	7.6					
	4	0.107	0.00362	3.4					
	5	0.109	0.00610	5.6					
	6	0.108	0.0210	20					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性 限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-103	1	0.101	0.00528	5.2	0.106	0.00986	9.3	0.021	0.027
	2	0.105	0.00750	7.1					
	3	0.101	0.00990	9.8					
	4	0.103	0.00385	3.7					
	5	0.102	0.00495	4.8					
	6	0.119	0.0108	9.1					
BB-153	1	0.114	0.00716	6.3	0.116	0.015	13	0.038	0.038
	2	0.125	0.0191	15					
	3	0.110	0.00530	4.8					
	4	0.114	0.00333	2.9					
	5	0.114	0.00631	5.5					
	6	0.123	0.0247	20					
BB-154	1	0.109	0.00493	4.5	0.112	0.0138	12	0.033	0.034
	2	0.107	0.01140	11					
	3	0.108	0.00723	6.7					
	4	0.112	0.00375	3.3					
	5	0.110	0.00713	6.5					
	6	0.122	0.0239	20					
BB-156	1	0.0800	0.00496	6.2	0.0838	0.00827	9.9	0.022	0.023
	2	0.0873	0.00940	11					
	3	0.0822	0.00351	4.3					
	4	0.0818	0.00452	5.5					
	5	0.0787	0.00412	5.2					
	6	0.0874	0.0147	17					
BB-169	1	0.0749	0.00280	3.7	0.0786	0.0087	11	0.020	0.022
	2	0.0865	0.00570	6.6					
	3	0.0748	0.00458	6.1					
	4	0.0772	0.00184	2.4					
	5	0.0767	0.00158	2.1					
	6	0.0797	0.0154	19					
BB-180	1	0.0763	0.00372	4.9	0.078	0.0095	12	0.025	0.025
	2	0.0839	0.00640	7.6					
	3	0.0787	0.00566	7.2					
	4	0.0761	0.00574	7.5					
	5	0.0750	0.00376	5.0					
	6	0.0760	0.0188	25					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-194	1	0.104	0.00716	6.9	0.106	0.0119	11	0.032	0.031
	2	0.107	0.0178	17					
	3	0.103	0.00679	6.6					
	4	0.106	0.00244	2.3					
	5	0.103	0.00431	4.2					
	6	0.113	0.0190	16.9					
BB-205	1	0.0809	0.00513	6.3	0.0825	0.00841	10	0.018	0.021
	2	0.0898	0.0100	11					
	3	0.0812	0.00705	8.7					
	4	0.0807	0.00428	5.3					
	5	0.0822	0.00350	4.3					
	6	0.0757	0.00555	7.3					
BB-206	1	0.457	0.0286	6.2	0.45	0.0465	10	0.13	0.12
	2	0.475	0.0519	11					
	3	0.453	0.0354	7.8					
	4	0.455	0.0284	6.2					
	5	0.462	0.0164	3.6					
	6	0.459	0.0831	18					
BB-209	1	0.275	0.0209	7.6	0.277	0.0298	11	0.079	0.15
	2	0.384	0.0254	9.0					
	3	0.277	0.0206	7.4					
	4	0.275	0.0152	5.5					
	5	0.269	0.0150	5.6					
	6	0.275	0.0532	19					

附表 2-2-2 精密度试验数据汇总表（空白基质中浓度）

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-1	1	0.148	0.0301	20	0.142	0.0235	17	0.065	0.066
	2	0.129	0.0169	13					
	3	0.148	0.0217	15					
	4	0.157	0.0312	20					
	5	0.135	0.0163	12					
	6	0.138	0.0176	13					
BB-2	1	0.173	0.0690	8.7	0.171	0.0295	17	0.11	0.11
	2	0.120	0.0223	19					
	3	0.174	0.0301	17					
	4	0.171	0.0313	18					
	5	0.170	0.0306	18					
	6	0.169	0.0294	17					
BB-9	1	0.174	0.0697	6.9	0.172	0.0168	10	0.099	0.091
	2	0.169	0.0345	20					
	3	0.175	0.0260	15					
	4	0.173	0.0148	8.6					
	5	0.169	0.0160	10					
	6	0.171	0.0171	10					
BB-10	1	0.149	0.0595	6.6	0.154	0.0176	11	0.082	0.078
	2	0.168	0.0143	8.5					
	3	0.166	0.0159	10					
	4	0.155	0.0194	13					
	5	0.152	0.0190	13					
	6	0.151	0.0193	13					
BB-15	1	0.202	0.0806	10	0.200	0.0122	6.1	0.10	0.11
	2	0.153	0.0166	11					
	3	0.194	0.0239	12					
	4	0.202	0.00840	4.1					
	5	0.201	0.00990	4.9					
	6	0.198	0.00874	4.4					
BB-30	1	0.274	0.110	6.2	0.276	0.0150	5.4	0.13	0.15
	2	0.203	0.00830	4.1					
	3	0.268	0.0258	10					
	4	0.281	0.0113	4.0					
	5	0.279	0.0121	4.3					
	6	0.280	0.0145	5.2					



续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-49	1	0.552	0.110	7.4	0.550	0.0306	5.6	0.15	0.34
	2	0.274	0.0112	4.1					
	3	0.517	0.0551	11					
	4	0.556	0.0167	3.0					
	5	0.562	0.0119	2.1					
	6	0.558	0.0219	3.9					
BB-52	1	0.517	0.103	5.2	0.115	0.0100	5.3	0.14	0.14
	2	0.554	0.0238	4.3					
	3	0.552	0.0489	8.9					
	4	0.533	0.0209	3.9					
	5	0.517	0.0151	2.9					
	6	0.516	0.0153	3.0					
BB-77	1	0.498	0.0996	20	0.529	0.0279	10	0.17	0.17
	2	0.539	0.00741	1.4					
	3	0.495	0.0939	19					
	4	0.490	0.0343	7.0					
	5	0.491	0.0431	8.8					
	6	0.478	0.0333	7.0					
BB-101	1	0.516	0.103	6.7	0.490	0.0472	5.9	0.15	0.14
	2	0.488	0.0279	5.7					
	3	0.488	0.0572	12					
	4	0.507	0.0271	5.4					
	5	0.507	0.0227	4.5					
	6	0.507	0.0212	4.2					
BB-103	1	0.486	0.0972	10	0.504	0.0299	4.4	0.13	0.12
	2	0.498	0.0196	3.9					
	3	0.482	0.0415	8.6					
	4	0.498	0.0126	2.5					
	5	0.497	0.0177	3.6					
	6	0.492	0.0147	3.0					
BB-153	1	0.529	0.106	5.2	0.491	0.0217	5.9	0.15	0.15
	2	0.491	0.0194	4.0					
	3	0.558	0.0725	13					
	4	0.553	0.0152	2.7					
	5	0.547	0.0133	2.4					
	6	0.545	0.0176	3.2					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-154	1	0.516	0.103	4.1	0.544	0.0322	6.6	0.15	0.14
	2	0.533	0.0174	3.3					
	3	0.522	0.0812	16					
	4	0.515	0.0177	3.4					
	5	0.523	0.0183	3.5					
	6	0.522	0.0102	2.0					
BB-156	1	0.386	0.0772	10	0.518	0.0341	8.0	0.12	0.18
	2	0.510	0.0119	2.3					
	3	0.376	0.0385	10					
	4	0.384	0.0369	10					
	5	0.379	0.0362	10					
	6	0.384	0.0190	4.9					
BB-169	1	0.375	0.0749	17	0.381	0.0326	8.6	0.12	0.11
	2	0.385	0.0233	6.0					
	3	0.400	0.0552	14					
	4	0.385	0.0285	7.4					
	5	0.375	0.0177	4.7					
	6	0.380	0.0302	7.9					
BB-180	1	0.342	0.0684	10	0.349	0.0266	7.6	0.11	0.10
	2	0.372	0.0188	5.1					
	3	0.356	0.0322	9.0					
	4	0.348	0.0299	8.6					
	5	0.348	0.0331	10					
	6	0.348	0.0280	8.1					
BB-194	1	0.493	0.0985	4.6	0.487	0.0241	4.9	0.13	0.20
	2	0.350	0.0229	6.6					
	3	0.461	0.0345	7.5					
	4	0.497	0.0227	4.6					
	5	0.498	0.0183	3.7					
	6	0.487	0.0141	2.9					
BB-205	1	0.405	0.0810	7.9	0.402	0.0218	5.4	0.11	0.14
	2	0.488	0.0139	2.9					
	3	0.396	0.0480	12					
	4	0.401	0.0151	3.8					
	5	0.404	0.0114	2.8					
	6	0.397	0.0135	3.4					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-206	1	2.14	0.171	4.5	2.14	0.1330	6.2	0.40	0.38
	2	2.13	0.0118	2.9					
	3	2.16	0.222	10					
	4	2.10	0.136	6.5					
	5	2.17	0.100	4.6					
	6	2.12	0.131	6.2					
BB-209	1	1.27	0.101	3.2	1.29	0.0895	6.9	0.26	0.99
	2	2.13	0.0893	4.2					
	3	1.39	0.128	9.2					
	4	1.28	0.0789	6.2					
	5	1.28	0.0692	5.4					
	6	1.26	0.0654	5.2					

附表2-2-3 精密度试验数据汇总表（空白基质高浓度）

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-1	1	0.551	0.0480	8.7	0.535	0.0405	7.6	0.11	0.11
	2	0.525	0.0378	7.2					
	3	0.534	0.0309	5.8					
	4	0.509	0.0577	11					
	5	0.547	0.0214	3.9					
	6	0.545	0.0390	7.2					
BB-2	1	0.522	0.0453	8.7	0.526	0.0574	11	0.17	0.26
	2	0.349	0.0552	11					
	3	0.533	0.0704	13					
	4	0.521	0.0581	11					
	5	0.530	0.0734	14					
	6	0.528	0.0635	12					
BB-9	1	0.590	0.0407	6.9	0.583	0.0387	6.6	0.11	0.13
	2	0.523	0.0247	4.2					
	3	0.562	0.0337	6					
	4	0.594	0.0370	6.2					
	5	0.581	0.0623	11					
	6	0.578	0.0313	5.4					
BB-10	1	0.543	0.0356	6.6	0.54	0.0378	7.0	0.11	0.12
	2	0.591	0.0275	5.1					
	3	0.536	0.0622	12					
	4	0.534	0.0273	5.1					
	5	0.543	0.0476	8.8					
	6	0.550	0.0299	5.4					
BB-15	1	0.674	0.0695	10	0.672	0.0597	8.9	0.18	0.23
	2	0.537	0.0615	9.3					
	3	0.689	0.0705	10					
	4	0.674	0.0645	9.6					
	5	0.664	0.0610	9.2					
	6	0.672	0.0543	8.1					
BB-30	1	0.985	0.0614	6.2	1.01	0.0533	5.3	0.15	0.42
	2	0.661	0.0593	6.0					
	3	1.04	0.0184	1.8					
	4	1.01	0.0672	6.7					
	5	1.01	0.0467	4.6					
	6	0.998	0.0539	5.4					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-49	1	2.06	0.153	7.4	2.04	0.126	6.2	0.38	0.35
	2	2.06	0.134	6.5					
	3	2.04	0.0537	2.6					
	4	2.04	0.0942	4.6					
	5	2.04	0.187	9.2					
	6	2.01	0.144	7.2					
BB-52	1	2.00	0.104	5.2	1.98	0.155	7.9	0.46	0.44
	2	2.06	0.134	6.8					
	3	2.03	0.177	8.7					
	4	1.95	0.147	7.5					
	5	1.95	0.259	13					
	6	1.97	0.116	5.9					
BB-77	1	1.88	0.372	20	1.87	0.336	18	1.0	0.93
	2	1.97	0.356	19					
	3	1.81	0.387	21					
	4	1.86	0.339	18					
	5	1.91	0.396	21					
	6	1.89	0.306	16					
BB-101	1	1.96	0.131	6.7	1.95	0.16	8.2	0.48	0.45
	2	1.86	0.130	6.8					
	3	1.95	0.241	12					
	4	1.97	0.114	5.8					
	5	1.98	0.212	11					
	6	1.94	0.158	8.2					
BB-103	1	1.82	0.182	10	1.81	0.177	9.8	0.53	0.50
	2	1.91	0.204	11					
	3	1.82	0.229	13					
	4	1.79	0.165	9.2					
	5	1.79	0.165	9.2					
	6	1.83	0.193	11					
BB-153	1	1.97	0.103	5.2	1.94	0.137	7.1	0.41	0.41
	2	1.81	0.145	7.6					
	3	1.94	0.206	11					
	4	1.96	0.0942	4.8					
	5	1.90	0.163	8.6					
	6	1.93	0.131	6.8					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-154	1	1.87	0.0767	4.1	1.87	0.104	5.6	0.30	0.29
	2	1.91	0.102	5.5					
	3	1.83	0.131	7.2					
	4	1.84	0.0730	4					
	5	1.92	0.137	7.1					
	6	1.88	0.104	5.5					
BB-156	1	1.35	0.135	10	1.37	0.148	11	0.44	0.71
	2	1.87	0.137	9.9					
	3	1.38	0.162	12					
	4	1.37	0.183	13					
	5	1.35	0.176	13					
	6	1.38	0.153	11					
BB-169	1	1.12	0.195	17	1.13	0.189	17	0.57	0.59
	2	1.38	0.196	17					
	3	1.17	0.212	18					
	4	1.13	0.186	17					
	5	1.11	0.226	20					
	6	1.14	0.200	18					
BB-180	1	1.20	0.122	10	1.20	0.108	9.0	0.33	0.31
	2	1.13	0.0960	7.9					
	3	1.18	0.124	11					
	4	1.19	0.113	9.5					
	5	1.20	0.106	8.8					
	6	1.21	0.132	11					
BB-194	1	1.75	0.0802	4.6	1.77	0.12	6.7	0.35	0.73
	2	1.21	0.158	9.0					
	3	1.84	0.138	7.5					
	4	1.79	0.0984	5.5					
	5	1.75	0.135	7.7					
	6	1.76	0.121	6.9					
BB-205	1	1.46	0.115	7.9	1.44	0.133	9.3	0.39	0.51
	2	1.75	0.142	10					
	3	1.39	0.115	8.3					
	4	1.42	0.166	12					
	5	1.49	0.109	7.3					
	6	1.44	0.177	12					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-206	1	7.75	0.346	4.5	7.73	0.374	4.8	1.1	1.0
	2	7.74	0.215	2.8					
	3	7.64	0.280	3.7					
	4	7.70	0.207	2.7					
	5	7.82	0.577	7.4					
	6	7.70	0.580	7.5					
BB-209	1	4.69	0.149	3.2	4.64	0.262	5.6	0.78	0.72
	2	4.64	0.213	4.6					
	3	4.62	0.319	6.9					
	4	4.69	0.194	4.1					
	5	4.56	0.430	9.4					
	6	4.63	0.270	5.8					

附表2-2-4 精密度试验数据汇总表（土壤实际样品低浓度）

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-1	1	0.0306	0.00603	20	0.0304	0.00436	14	0.013	0.012
	2	0.0323	0.00445	14					
	3	0.0289	0.00356	12					
	4	0.0300	0.00299	10					
	5	0.0288	0.00319	11					
	6	0.0317	0.00578	18					
BB-2	1	0.0330	0.00290	8.8	0.0345	0.00364	11	0.010	0.010
	2	0.0363	0.00433	12					
	3	0.0328	0.00262	8.0					
	4	0.0341	0.00229	6.7					
	5	0.0365	0.00513	14					
	6	0.0346	0.00356	10					
BB-9	1	0.0306	0.00425	14	0.0321	0.00362	11	0.010	0.010
	2	0.0312	0.00429	14					
	3	0.0316	0.00251	7.9					
	4	0.0317	0.00236	7.4					
	5	0.0339	0.00515	15					
	6	0.0335	0.00257	7.7					
BB-10	1	0.0312	0.00272	8.7	0.0310	0.00309	9.9	0.0086	0.0086
	2	0.0323	0.00423	13					
	3	0.0298	0.00330	11					
	4	0.0303	0.00187	6.2					
	5	0.0300	0.00355	12					
	6	0.0327	0.00215	6.6					
BB-15	1	0.0415	0.00417	10	0.0419	0.00455	11	0.012	0.013
	2	0.0458	0.00644	14					
	3	0.0397	0.00179	4.5					
	4	0.0408	0.00307	7.5					
	5	0.0426	0.00542	13					
	6	0.0411	0.00412	10					
BB-30	1	0.0562	0.00533	9.5	0.0573	0.00586	10	0.017	0.016
	2	0.0577	0.00690	12					
	3	0.0571	0.00555	9.7					
	4	0.0574	0.00163	2.8					
	5	0.0563	0.00956	17					
	6	0.0591	0.00575	9.7					



续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-49	1	0.121	0.0137	11	0.119	0.0120	10	0.033	0.034
	2	0.128	0.0113	8.8					
	3	0.113	0.00855	7.5					
	4	0.115	0.00794	6.9					
	5	0.115	0.0157	14					
	6	0.118	0.0117	9.9					
BB-52	1	0.107	0.0180	17	0.115	0.0130	11	0.034	0.037
	2	0.122	0.0130	11					
	3	0.109	0.0111	10					
	4	0.112	0.00310	2.8					
	5	0.118	0.0150	13					
	6	0.124	0.00713	5.8					
BB-77	1	0.104	0.0200	19	0.110	0.0119	11	0.034	0.034
	2	0.117	0.0114	9.8					
	3	0.106	0.00416	3.9					
	4	0.110	0.00771	7.0					
	5	0.108	0.0147	14					
	6	0.113	0.00675	6.0					
BB-101	1	0.109	0.0177	16	0.109	0.0138	13	0.040	0.038
	2	0.111	0.0173	16					
	3	0.106	0.0120	11					
	4	0.107	0.00947	8.9					
	5	0.104	0.0173	17					
	6	0.117	0.00790	6.8					
BB-103	1	0.104	0.0133	13	0.108	0.0110	10	0.031	0.030
	2	0.109	0.0129	12					
	3	0.105	0.00978	9.3					
	4	0.107	0.00605	5.7					
	5	0.115	0.0119	10.3					
	6	0.106	0.0108	10					
BB-153	1	0.152	0.0127	8.4	0.157	0.0119	7.6	0.035	0.033
	2	0.159	0.0163	10					
	3	0.154	0.0107	6.9					
	4	0.156	0.00639	4.1					
	5	0.161	0.0154	9.5					
	6	0.160	0.00957	6.0					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-154	1	0.114	0.0163	14	0.122	0.0209	17	0.038	0.061
	2	0.159	0.0163	10					
	3	0.115	0.00959	8.3					
	4	0.113	0.00772	6.8					
	5	0.115	0.0196	17					
	6	0.119	0.00772	6.5					
BB-156	1	0.0828	0.0117	14	0.0859	0.00988	12	0.026	0.028
	2	0.0883	0.0149	17					
	3	0.0836	0.00327	3.9					
	4	0.0832	0.00475	5.7					
	5	0.0945	0.0101	11					
	6	0.0826	0.00651	7.9					
BB-169	1	0.0754	0.00990	13	0.0776	0.00802	10	0.024	0.022
	2	0.0785	0.0127	16					
	3	0.0756	0.00357	4.7					
	4	0.0770	0.00247	3.2					
	5	0.0811	0.00939	12					
	6	0.0781	0.00760	9.7					
BB-180	1	0.0743	0.00837	11	0.0765	0.00775	10	0.021	0.022
	2	0.0833	0.00784	9.4					
	3	0.0765	0.00590	7.7					
	4	0.0744	0.00206	2.8					
	5	0.0764	0.0119	16					
	6	0.0741	0.00590	8.0					
BB-194	1	0.108	0.0167	16	0.106	0.0112	11	0.028	0.032
	2	0.120	0.00681	5.7					
	3	0.102	0.00865	8.5					
	4	0.104	0.00480	4.6					
	5	0.0994	0.00968	9.7					
	6	0.105	0.00790	7.5					
BB-205	1	0.0821	0.00633	7.7	0.0804	0.00892	11	0.026	0.025
	2	0.0851	0.0111	13					
	3	0.0780	0.00556	7.1					
	4	0.0795	0.00239	3.0					
	5	0.0775	0.0157	20					
	6	0.0800	0.00788	9.9					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-206	1	0.433	0.0392	9.0	0.430	0.0494	12	0.12	0.14
	2	0.374	0.0315	8.4					
	3	0.430	0.0209	4.9					
	4	0.437	0.0180	4.1					
	5	0.465	0.0827	18					
	6	0.441	0.0388	8.8					
BB-209	1	0.262	0.0185	7.1	0.280	0.0285	10	0.081	0.079
	2	0.281	0.0518	18					
	3	0.282	0.0193	6.9					
	4	0.282	0.0190	6.7					
	5	0.294	0.0332	11					
	6	0.280	0.0112	4.0					

附表2-2-5 精密度试验数据汇总表（土壤实际样品中浓度）

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-1	1	0.142	0.0209	15	0.142	0.0234	17	0.066	0.066
	2	0.139	0.0220	16					
	3	0.143	0.0290	20					
	4	0.131	0.0204	16					
	5	0.139	0.0234	17					
	6	0.159	0.0245	15					
BB-2	1	0.158	0.0191	12	0.156	0.0240	15	0.070	0.066
	2	0.152	0.0293	19					
	3	0.161	0.0187	12					
	4	0.146	0.0205	14					
	5	0.156	0.0308	20					
	6	0.164	0.0286	17					
BB-9	1	0.173	0.0101	5.8	0.179	0.0196	11	0.056	0.055
	2	0.171	0.0207	12					
	3	0.179	0.0235	13					
	4	0.182	0.0193	11					
	5	0.180	0.00965	5.4					
	6	0.192	0.0285	15					
BB-10	1	0.173	0.0170	10	0.170	0.0191	11	0.057	0.053
	2	0.162	0.0177	11					
	3	0.169	0.0225	13					
	4	0.170	0.0211	12					
	5	0.174	0.0213	12					
	6	0.171	0.0219	13					
BB-15	1	0.208	0.0223	11	0.205	0.0259	13	0.070	0.073
	2	0.190	0.0120	6.3					
	3	0.204	0.0130	6.4					
	4	0.204	0.0296	15					
	5	0.196	0.0241	12					
	6	0.227	0.0384	17					
BB-30	1	0.263	0.0186	7.1	0.267	0.0298	11	0.080	0.084
	2	0.246	0.0172	7.0					
	3	0.273	0.0294	11					
	4	0.280	0.0114	4.1					
	5	0.258	0.0192	7.4					
	6	0.285	0.0542	19					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-49	1	0.563	0.0493	8.8	0.578	0.0555	10	0.16	0.15
	2	0.575	0.0536	9.3					
	3	0.588	0.0429	7.3					
	4	0.612	0.0476	7.8					
	5	0.574	0.0634	11					
	6	0.558	0.0765	14					
BB-52	1	0.545	0.0431	7.9	0.561	0.0581	10	0.16	0.16
	2	0.532	0.0329	6.2					
	3	0.575	0.0438	7.6					
	4	0.557	0.0630	11					
	5	0.553	0.0515	9.3					
	6	0.604	0.0907	15					
BB-77	1	0.509	0.0387	7.6	0.518	0.0524	10	0.15	0.15
	2	0.522	0.0633	12					
	3	0.526	0.0294	5.6					
	4	0.535	0.0540	10					
	5	0.484	0.0356	7.3					
	6	0.531	0.0807	15.2					
BB-101	1	0.515	0.0399	7.7	0.529	0.0614	12	0.15	0.18
	2	0.536	0.0398	7.4					
	3	0.506	0.0315	6.2					
	4	0.482	0.0521	11					
	5	0.531	0.0373	7.0					
	6	0.602	0.0904	15					
BB-103	1	0.498	0.0355	7	0.502	0.0572	11	0.15	0.16
	2	0.450	0.0445	10					
	3	0.509	0.0307	6.0					
	4	0.545	0.0386	7.1					
	5	0.493	0.0499	10					
	6	0.516	0.0938	18					
BB-153	1	0.566	0.0405	7.1	0.575	0.0574	10	0.14	0.16
	2	0.567	0.0401	7.1					
	3	0.529	0.0443	8.4					
	4	0.569	0.0566	10					
	5	0.579	0.0570	10					
	6	0.639	0.0604	10					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-154	1	0.526	0.0497	10	0.539	0.0646	12	0.15	0.19
	2	0.477	0.0280	5.9					
	3	0.570	0.0435	7.6					
	4	0.512	0.0398	7.8					
	5	0.547	0.0300	5.5					
	6	0.605	0.0971	16					
BB-156	1	0.407	0.0452	11	0.426	0.0470	11	0.12	0.13
	2	0.408	0.0480	12					
	3	0.421	0.0346	8.2					
	4	0.410	0.0534	13					
	5	0.431	0.0398	9.2					
	6	0.477	0.0341	7.1					
BB-169	1	0.385	0.0252	6.6	0.387	0.0367	10	0.10	0.10
	2	0.365	0.0323	8.8					
	3	0.386	0.0066	1.7					
	4	0.376	0.0457	12					
	5	0.393	0.0340	8.6					
	6	0.413	0.0534	13					
BB-180	1	0.362	0.0310	8.6	0.359	0.0418	12	0.12	0.12
	2	0.347	0.0398	12					
	3	0.356	0.0215	6.0					
	4	0.352	0.0390	11					
	5	0.354	0.0478	14					
	6	0.381	0.0672	18					
BB-194	1	0.497	0.0283	5.7	0.507	0.0417	8.2	0.12	0.12
	2	0.491	0.0524	11					
	3	0.527	0.0153	2.9					
	4	0.511	0.0365	7.1					
	5	0.497	0.0432	8.7					
	6	0.520	0.0626	12					
BB-205	1	0.413	0.0451	11	0.429	0.0455	11	0.13	0.13
	2	0.420	0.0294	7.0					
	3	0.428	0.0295	6.9					
	4	0.436	0.0290	6.7					
	5	0.415	0.0545	13					
	6	0.463	0.0694	15					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-206	1	2.07	0.2150	10	2.07	0.163	7.9	0.47	0.46
	2	1.98	0.111	5.6					
	3	2.06	0.0960	4.7					
	4	2.05	0.0723	3.5					
	5	2.11	0.210	10					
	6	2.13	0.231	11					
BB-209	1	1.28	0.0660	5.1	1.35	0.149	11	0.41	0.42
	2	1.32	0.0940	7.1					
	3	1.37	0.0767	5.6					
	4	1.41	0.149	11					
	5	1.29	0.213	16					
	6	1.44	0.208	14					

附表2-2-6 精密度试验数据汇总表（土壤实际样品高浓度）

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-1	1	0.598	0.0383	6.4	0.513	0.0716	14	0.13	0.21
	2	0.514	0.0784	15					
	3	0.520	0.0370	7.1					
	4	0.513	0.0310	6.0					
	5	0.531	0.0300	5.6					
	6	0.404	0.0419	10					
BB-2	1	0.537	0.0254	4.7	0.510	0.0351	6.9	0.099	0.098
	2	0.503	0.0286	5.7					
	3	0.507	0.0402	7.9					
	4	0.502	0.0362	7.2					
	5	0.508	0.0402	7.9					
	6	0.504	0.0396	7.9					
BB-9	1	0.602	0.0353	5.9	0.589	0.0302	5.1	0.087	0.084
	2	0.595	0.0346	5.8					
	3	0.588	0.0292	5.0					
	4	0.580	0.0268	4.6					
	5	0.594	0.0245	4.1					
	6	0.576	0.0345	6.0					
BB-10	1	0.511	0.00670	1.3	0.527	0.0183	3.5	0.049	0.052
	2	0.534	0.0122	2.3					
	3	0.532	0.0168	3.2					
	4	0.526	0.0145	2.8					
	5	0.536	0.0226	4.2					
	6	0.522	0.0249	4.8					
BB-15	1	0.604	0.0364	6.0	0.613	0.0291	4.7	0.085	0.081
	2	0.611	0.0392	6.4					
	3	0.621	0.0224	3.6					
	4	0.621	0.0232	3.7					
	5	0.605	0.0213	3.5					
	6	0.614	0.0348	5.7					
BB-30	1	0.979	0.0338	3.5	0.972	0.0264	2.7	0.074	0.074
	2	0.976	0.0168	1.7					
	3	0.959	0.0183	1.9					
	4	0.958	0.0194	2.0					
	5	0.985	0.0332	3.4					
	6	0.976	0.0306	3.1					



续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-49	1	2.07	0.0684	3.3	2.04	0.0890	4.4	0.26	0.25
	2	2.02	0.0995	4.9					
	3	2.07	0.101	4.9					
	4	2.04	0.109	5.3					
	5	2.02	0.0712	3.5					
	6	2.04	0.101	5.0					
BB-52	1	2.03	0.108	5.3	2.04	0.0852	4.2	0.25	0.24
	2	2.03	0.0910	4.5					
	3	2.02	0.0880	4.3					
	4	2.03	0.0386	1.9					
	5	2.04	0.0987	4.8					
	6	2.07	0.100	4.8					
BB-77	1	1.85	0.303	16	1.87	0.283	15	0.85	0.78
	2	1.90	0.3490	18					
	3	1.85	0.261	14					
	4	1.86	0.270	15					
	5	1.89	0.313	17					
	6	1.84	0.323	18					
BB-101	1	2.00	0.0703	3.5	2.00	0.0731	3.6	0.21	0.20
	2	1.97	0.100	5.1					
	3	2.01	0.0569	2.8					
	4	2.02	0.0576	2.8					
	5	2.01	0.0789	3.9					
	6	2.00	0.0867	4.3					
BB-103	1	1.79	0.0466	2.6	1.75	0.0880	5.0	0.26	0.24
	2	1.73	0.114	6.6					
	3	1.77	0.102	5.8					
	4	1.76	0.0926	5.3					
	5	1.72	0.1000	5.8					
	6	1.75	0.0804	4.6					
BB-153	1	2.01	0.0822	4.1	1.99	0.0925	4.6	0.26	0.26
	2	1.95	0.0674	3.5					
	3	1.98	0.112	5.6					
	4	1.96	0.0938	4.8					
	5	2.05	0.105	5.1					
	6	1.99	0.0939	4.7					

续表

物质	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-154	1.89	0.0798	4.2	1.88	0.0805	4.3	0.24	0.22
	1.90	0.0749	3.9					
	1.87	0.0940	5.0					
	1.87	0.0722	3.9					
	1.89	0.0813	4.3					
	1.87	0.107	5.7					
BB-156	1.37	0.113	8.3	1.38	0.0918	6.7	0.27	0.25
	1.36	0.0749	5.5					
	1.40	0.0836	6.0					
	1.38	0.121	8.7					
	1.36	0.0967	7.1					
	1.38	0.0915	6.6					
BB-169	1.22	0.0363	3.0	1.23	0.0489	4.0	0.15	0.14
	1.23	0.0597	4.8					
	1.23	0.0451	3.7					
	1.24	0.0639	5.2					
	1.23	0.0615	5.0					
	1.23	0.0404	3.3					
BB-180	1.16	0.108	9.2	1.18	0.103	8.7	0.31	0.28
	1.17	0.109	9.3					
	1.16	0.127	11					
	1.17	0.0803	6.9					
	1.20	0.115	9.6					
	1.19	0.115	9.7					
BB-194	1.78	0.0826	4.6	1.75	0.0820	4.7	0.24	0.23
	1.74	0.0732	4.2					
	1.74	0.0933	5.4					
	1.71	0.103	6.0					
	1.77	0.0824	4.7					
	1.76	0.0710	4.0					
BB-205	1.54	0.0960	6.3	1.56	0.0929	5.9	0.27	0.26
	1.58	0.106	6.7					
	1.59	0.0812	5.1					
	1.55	0.0956	6.1					
	1.54	0.0991	6.5					
	1.58	0.105	6.6					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-206	1	7.70	0.364	4.7	7.64	0.295	3.9	0.85	0.82
	2	7.57	0.281	3.7					
	3	7.73	0.224	2.9					
	4	7.73	0.364	4.7					
	5	7.60	0.286	3.8					
	6	7.49	0.272	3.6					
BB-209	1	4.77	0.167	3.5	4.73	0.190	4.0	0.54	0.53
	2	4.66	0.201	4.3					
	3	4.71	0.176	3.7					
	4	4.75	0.175	3.7					
	5	4.64	0.123	2.6					
	6	4.82	0.280	5.8					

附表2-2-7 精密度试验数据汇总表（沉积物实际样品低浓度）

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-1	1	0.0265	0.00495	19	0.0265	0.00405	15	0.012	0.011
	2	0.0279	0.00500	18					
	3	0.0269	0.00321	12					
	4	0.0260	0.00430	17					
	5	0.0264	0.00417	16					
	6	0.0253	0.00375	15					
BB-2	1	0.0358	0.00515	14	0.0354	0.00412	12	0.012	0.011
	2	0.0365	0.00434	12					
	3	0.0345	0.00506	15					
	4	0.0344	0.00363	11					
	5	0.0337	0.00292	8.7					
	6	0.0374	0.00378	10					
BB-9	1	0.0348	0.00237	6.8	0.0353	0.00230	6.5	0.0067	0.0064
	2	0.0344	0.00315	9.2					
	3	0.0361	0.00365	10					
	4	0.0358	0.00111	3.1					
	5	0.0353	0.000854	2.4					
	6	0.0356	0.00187	5.2					
BB-10	1	0.0329	0.00378	12	0.0318	0.00296	9.3	0.0079	0.0084
	2	0.0320	0.00289	9.0					
	3	0.0310	0.00214	6.9					
	4	0.0333	0.00266	8.0					
	5	0.0325	0.00302	9.3					
	6	0.0291	0.00205	7.0					
BB-15	1	0.0417	0.00581	14	0.0410	0.00392	9.6	0.011	0.011
	2	0.0390	0.00428	11					
	3	0.0413	0.00448	11					
	4	0.0425	0.00270	6.4					
	5	0.0412	0.00316	7.7					
	6	0.0405	0.00312	7.7					
BB-30	1	0.0576	0.00502	8.7	0.0563	0.00466	8.3	0.013	0.013
	2	0.0525	0.00496	9.5					
	3	0.0574	0.00655	11					
	4	0.0573	0.00140	2.5					
	5	0.0564	0.00255	4.5					
	6	0.0564	0.00532	9.4					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-49	1	0.112	0.00470	4.2	0.111	0.00890	8.0	0.024	0.025
	2	0.104	0.0123	12					
	3	0.114	0.0114	10					
	4	0.109	0.00226	2.1					
	5	0.112	0.00565	5.1					
	6	0.114	0.0105	9.2					
BB-52	1	0.114	0.0126	11	0.111	0.0120	11	0.034	0.034
	2	0.112	0.0173	15					
	3	0.119	0.0119	10					
	4	0.110	0.00991	9.0					
	5	0.107	0.00740	6.9					
	6	0.104	0.0104	10					
BB-77	1	0.111	0.0130	12	0.113	0.00910	8.1	0.027	0.025
	2	0.116	0.0105	9.1					
	3	0.114	0.0111	9.7					
	4	0.111	0.00588	5.3					
	5	0.112	0.00377	3.4					
	6	0.113	0.00982	8.7					
BB-101	1	0.104	0.0119	11	0.106	0.00830	7.9	0.025	0.023
	2	0.107	0.00836	7.8					
	3	0.103	0.00660	6.4					
	4	0.106	0.00491	4.6					
	5	0.106	0.00424	4.0					
	6	0.108	0.0130	12					
BB-103	1	0.0990	0.00864	8.7	0.103	0.00752	7.3	0.021	0.021
	2	0.102	0.00803	7.8					
	3	0.104	0.00401	3.8					
	4	0.100	0.00319	3.2					
	5	0.105	0.00327	3.1					
	6	0.106	0.0132	13					
BB-153	1	0.114	0.0158	14	0.113	0.0102	9.0	0.026	0.029
	2	0.108	0.00939	8.7					
	3	0.123	0.00936	7.6					
	4	0.114	0.00404	3.5					
	5	0.114	0.00362	3.2					
	6	0.106	0.00829	7.8					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-154	1	0.115	0.0101	8.8	0.113	0.00960	8.5	0.028	0.027
	2	0.118	0.00960	8.2					
	3	0.113	0.0126	11					
	4	0.113	0.00448	4.0					
	5	0.110	0.00566	5.2					
	6	0.109	0.0138	13					
BB-156	1	0.0815	0.0101	12	0.0800	0.00776	9.7	0.021	0.022
	2	0.0760	0.00551	7.2					
	3	0.0845	0.0114	14					
	4	0.0822	0.00364	4.4					
	5	0.0795	0.00360	4.5					
	6	0.0762	0.00797	11					
BB-169	1	0.0757	0.00634	8.4	0.0754	0.00604	8.0	0.018	0.017
	2	0.0726	0.00786	11					
	3	0.0766	0.00824	11					
	4	0.0765	0.00252	3.3					
	5	0.0767	0.00264	3.4					
	6	0.0745	0.00754	10					
BB-180	1	0.0772	0.00511	6.6	0.0753	0.00485	6.4	0.012	0.014
	2	0.0802	0.00676	8.4					
	3	0.0739	0.00320	4.3					
	4	0.0731	0.00340	4.6					
	5	0.0740	0.00174	2.4					
	6	0.0735	0.00449	6.1					
BB-194	1	0.111	0.0114	10	0.105	0.00810	7.7	0.022	0.023
	2	0.108	0.00769	7.1					
	3	0.0986	0.00706	7.2					
	4	0.102	0.00569	5.6					
	5	0.106	0.00403	3.8					
	6	0.106	0.00820	7.7					
BB-205	1	0.0801	0.00463	5.8	0.0801	0.00599	7.5	0.018	0.017
	2	0.0794	0.00850	11					
	3	0.0818	0.00767	9.4					
	4	0.0809	0.00351	4.3					
	5	0.0785	0.00180	2.3					
	6	0.0800	0.00866	11					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-206	1	0.428	0.0298	7.0	0.432	0.0264	6.1	0.058	0.076
	2	0.454	0.0154	3.4					
	3	0.420	0.0261	6.2					
	4	0.442	0.0106	2.4					
	5	0.447	0.0142	3.2					
	6	0.401	0.0215	5.4					
BB-209	1	0.270	0.0256	9.5	0.273	0.0258	9.4	0.075	0.071
	2	0.278	0.0398	14					
	3	0.262	0.0241	9.2					
	4	0.275	0.0164	6.0					
	5	0.279	0.0222	8.0					
	6	0.275	0.0278	10					

附表2-2-8 精密度试验数据汇总表（沉积物实际样品中浓度）

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-1	1	0.132	0.0115	8.8	0.128	0.0151	12	0.045	0.042
	2	0.126	0.0229	18					
	3	0.127	0.0140	11					
	4	0.128	0.0194	15					
	5	0.127	0.0147	12					
	6	0.129	0.0113	8.8					
BB-2	1	0.184	0.0163	8.9	0.189	0.0186	9.8	0.055	0.052
	2	0.183	0.0236	13					
	3	0.191	0.0247	13					
	4	0.192	0.0122	6.3					
	5	0.194	0.0242	13					
	6	0.192	0.0109	5.7					
BB-9	1	0.169	0.0167	9.8	0.175	0.0115	6.6	0.033	0.032
	2	0.178	0.00760	4.3					
	3	0.179	0.00760	4.2					
	4	0.174	0.0097	5.6					
	5	0.174	0.0143	8.2					
	6	0.174	0.0127	7.3					
BB-10	1	0.150	0.0132	8.8	0.151	0.0147	9.8	0.043	0.041
	2	0.148	0.0208	14					
	3	0.146	0.0181	12					
	4	0.151	0.0138	9.1					
	5	0.159	0.0105	6.6					
	6	0.149	0.0124	8.3					
BB-15	1	0.200	0.00645	3.2	0.205	0.0109	5.3	0.029	0.031
	2	0.201	0.0154	7.6					
	3	0.216	0.00680	3.2					
	4	0.204	0.0132	6.4					
	5	0.201	0.00913	4.5					
	6	0.208	0.00692	3.3					
BB-30	1	0.280	0.0130	4.6	0.272	0.0166	6.1	0.044	0.047
	2	0.263	0.0217	8.3					
	3	0.276	0.0181	6.5					
	4	0.263	0.00355	1.4					
	5	0.283	0.0174	6.1					
	6	0.266	0.0130	4.9					



续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-49	1	0.575	0.0408	7.1	0.559	0.0372	6.7	0.10	0.10
	2	0.549	0.0390	7.1					
	3	0.581	0.0233	4.0					
	4	0.542	0.0316	5.8					
	5	0.557	0.0437	7.8					
	6	0.547	0.0384	7.0					
BB-52	1	0.524	0.0438	8.4	0.521	0.0320	6.2	0.085	0.091
	2	0.541	0.0380	7.0					
	3	0.512	0.0164	3.2					
	4	0.515	0.0263	5.1					
	5	0.537	0.0260	4.8					
	6	0.496	0.0223	4.5					
BB-77	1	0.499	0.0333	6.7	0.511	0.0316	6.2	0.088	0.088
	2	0.512	0.0217	4.2					
	3	0.499	0.0537	11					
	4	0.514	0.0167	3.3					
	5	0.507	0.0229	4.5					
	6	0.534	0.0259	4.8					
BB-101	1	0.524	0.0451	8.6	0.510	0.0351	6.9	0.097	0.098
	2	0.500	0.0312	6.2					
	3	0.531	0.0245	4.6					
	4	0.491	0.0342	7.0					
	5	0.506	0.0370	7.3					
	6	0.507	0.0331	6.5					
BB-103	1	0.470	0.0219	4.7	0.480	0.0232	4.8	0.067	0.064
	2	0.489	0.0287	5.9					
	3	0.481	0.0213	4.4					
	4	0.472	0.0263	5.6					
	5	0.485	0.0229	4.7					
	6	0.485	0.0204	4.2					
BB-153	1	0.525	0.0372	7.1	0.530	0.0336	6.3	0.088	0.095
	2	0.541	0.0270	5.0					
	3	0.498	0.0351	7.0					
	4	0.553	0.0274	5.0					
	5	0.530	0.0323	6.1					
	6	0.534	0.0274	5.1					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-154	1	0.515	0.0340	6.6	0.508	0.0319	6.3	0.093	0.089
	2	0.497	0.0353	7.1					
	3	0.520	0.0141	2.7					
	4	0.508	0.0407	8.0					
	5	0.505	0.0359	7.1					
	6	0.501	0.0338	6.8					
BB-156	1	0.485	0.0258	5.3	0.508	0.0312	6.2	0.075	0.089
	2	0.513	0.0235	4.6					
	3	0.532	0.0235	4.4					
	4	0.520	0.0273	5.2					
	5	0.517	0.0357	6.9					
	6	0.482	0.0236	4.9					
BB-169	1	0.394	0.0269	6.8	0.392	0.0243	6.2	0.069	0.068
	2	0.402	0.0353	8.8					
	3	0.381	0.0357	9.4					
	4	0.391	0.0133	3.4					
	5	0.404	0.00913	2.3					
	6	0.382	0.00941	2.5					
BB-180	1	0.331	0.0192	5.8	0.340	0.0217	6.4	0.062	0.061
	2	0.332	0.0241	7.3					
	3	0.342	0.0288	8.4					
	4	0.349	0.0135	3.9					
	5	0.348	0.0233	6.7					
	6	0.336	0.0205	6.1					
BB-194	1	0.497	0.0422	8.5	0.495	0.0323	6.5	0.086	0.091
	2	0.495	0.0361	7.3					
	3	0.510	0.0300	5.9					
	4	0.483	0.0271	5.6					
	5	0.515	0.0296	5.7					
	6	0.472	0.0090	1.9					
BB-205	1	0.411	0.0176	4.3	0.399	0.0217	5.4	0.057	0.062
	2	0.395	0.0257	6.5					
	3	0.392	0.0175	4.5					
	4	0.391	0.0139	3.6					
	5	0.389	0.0210	5.4					
	6	0.417	0.0238	5.7					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-206	1	1.95	0.138	7.1	1.92	0.148	7.7	0.42	0.41
	2	1.93	0.0840	4.4					
	3	1.97	0.2280	11.6					
	4	1.96	0.154	7.8					
	5	1.84	0.142	7.7					
	6	1.90	0.123	6.5					
BB-209	1	1.23	0.109	8.9	1.26	0.0855	6.8	0.24	0.24
	2	1.26	0.0688	5.5					
	3	1.26	0.111	8.8					
	4	1.24	0.0811	6.5					
	5	1.28	0.0561	4.4					
	6	1.31	0.0821	6.3					

附表2-2-9 精密度试验数据汇总表（沉积物实际样品高浓度）

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-1	1	0.602	0.0674	11	0.600	0.0598	10	0.18	0.17
	2	0.591	0.0562	9.5					
	3	0.598	0.0693	12					
	4	0.605	0.0504	8.3					
	5	0.602	0.0691	12					
	6	0.603	0.0711	12					
BB-2	1	0.513	0.0376	7.3	0.513	0.0300	5.8	0.087	0.083
	2	0.501	0.0308	6.1					
	3	0.514	0.0301	5.9					
	4	0.528	0.0286	5.4					
	5	0.511	0.0376	7.4					
	6	0.512	0.0176	3.4					
BB-9	1	0.579	0.0357	6.2	0.579	0.0262	4.5	0.078	0.073
	2	0.574	0.0363	6.3					
	3	0.582	0.0286	4.9					
	4	0.588	0.0190	3.2					
	5	0.576	0.0238	4.1					
	6	0.573	0.0165	2.9					
BB-10	1	0.534	0.0145	2.7	0.547	0.0238	4.4	0.068	0.066
	2	0.545	0.0130	2.4					
	3	0.558	0.0212	3.8					
	4	0.546	0.0334	6.1					
	5	0.544	0.0274	5.0					
	6	0.552	0.0292	5.3					
BB-15	1	0.676	0.0415	6.1	0.668	0.0387	5.8	0.12	0.11
	2	0.663	0.0322	4.9					
	3	0.660	0.0474	7.2					
	4	0.671	0.0441	6.6					
	5	0.669	0.0448	6.7					
	6	0.668	0.0370	5.5					
BB-30	1	0.959	0.0363	3.8	0.940	0.0325	3.5	0.094	0.090
	2	0.940	0.0386	4.1					
	3	0.934	0.0325	3.5					
	4	0.928	0.0299	3.2					
	5	0.939	0.0384	4.1					
	6	0.939	0.0216	2.3					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-49	1	1.95	0.0763	3.9	2.01	0.0825	4.1	0.21	0.24
	2	2.06	0.0834	4.1					
	3	2.04	0.0695	3.4					
	4	1.96	0.0965	4.9					
	5	2.00	0.0558	2.8					
	6	2.07	0.0524	2.5					
BB-52	1	2.01	0.0977	4.9	1.97	0.0794	4.0	0.23	0.22
	2	1.96	0.0596	3.0					
	3	1.93	0.0581	3.0					
	4	1.99	0.0292	1.5					
	5	1.97	0.131	6.7					
	6	1.97	0.0727	3.7					
BB-77	1	1.97	0.100	5.1	1.97	0.0941	4.8	0.27	0.26
	2	1.97	0.0609	3.1					
	3	2.00	0.104	5.2					
	4	1.99	0.122	6.1					
	5	1.92	0.102	5.3					
	6	1.98	0.0860	4.3					
BB-101	1	1.99	0.0479	2.4	2.00	0.0624	3.1	0.18	0.17
	2	2.00	0.0774	3.9					
	3	1.98	0.0468	2.4					
	4	2.02	0.0618	3.1					
	5	2.01	0.0823	4.1					
	6	2.00	0.0687	3.4					
BB-103	1	1.87	0.0629	3.4	1.90	0.08674	4.6	0.25	0.24
	2	1.89	0.108	5.7					
	3	1.87	0.0703	3.8					
	4	1.93	0.121	6.3					
	5	1.91	0.0787	4.1					
	6	1.90	0.0861	4.5					
BB-153	1	1.96	0.0553	2.8	1.95	0.0888	4.6	0.26	0.25
	2	1.94	0.0740	3.8					
	3	1.96	0.0982	5.0					
	4	1.96	0.139	7.1					
	5	1.96	0.0775	3.9					
	6	1.91	0.0974	5.1					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-154	1	1.89	0.0814	4.3	1.90	0.0669	3.5	0.20	0.19
	2	1.91	0.0864	4.5					
	3	1.90	0.0631	3.3					
	4	1.89	0.0638	3.4					
	5	1.90	0.0690	3.6					
	6	1.88	0.0627	3.3					
BB-156	1	1.44	0.0384	2.7	1.42	0.0652	4.6	0.18	0.18
	2	1.41	0.0524	3.7					
	3	1.38	0.0632	4.6					
	4	1.44	0.0661	4.6					
	5	1.42	0.0936	6.6					
	6	1.44	0.0692	4.8					
BB-169	1	1.23	0.0866	7.0	1.24	0.0756	6.1	0.23	0.21
	2	1.24	0.0834	6.7					
	3	1.25	0.0864	6.9					
	4	1.25	0.0674	5.4					
	5	1.22	0.0840	6.9					
	6	1.25	0.0765	6.1					
BB-180	1	1.21	0.0977	8.1	1.21	0.0725	6.0	0.21	0.20
	2	1.18	0.0616	5.2					
	3	1.23	0.0932	7.6					
	4	1.20	0.0433	3.6					
	5	1.22	0.0733	6.0					
	6	1.20	0.0752	6.3					
BB-194	1	1.77	0.0641	3.6	1.81	0.0701	3.9	0.19	0.20
	2	1.80	0.0751	4.2					
	3	1.80	0.0576	3.2					
	4	1.80	0.0676	3.8					
	5	1.85	0.0658	3.6					
	6	1.85	0.0745	4.0					
BB-205	1	1.41	0.0979	6.9	1.42	0.0881	6.2	0.26	0.24
	2	1.42	0.0983	6.9					
	3	1.45	0.106	7.3					
	4	1.39	0.0563	4.0					
	5	1.40	0.125	8.9					
	6	1.42	0.0487	3.4					

续表

物质	实验室编号	$\bar{x}_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S_i$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD_i$ (%)	$\bar{\bar{x}}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$RSD'$ (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
BB-206	1	7.15	0.227	3.2	7.17	0.271	3.8	0.80	0.75
	2	7.25	0.336	4.6					
	3	7.10	0.185	2.6					
	4	7.15	0.386	5.4					
	5	7.13	0.222	3.1					
	6	7.20	0.314	4.4					
BB-209	1	4.58	0.202	4.4	4.69	0.178	3.8	0.47	0.50
	2	4.74	0.126	2.7					
	3	4.72	0.202	4.3					
	4	4.82	0.0811	1.7					
	5	4.66	0.113	2.4					
	6	4.59	0.223	4.9					

### 2.3 方法准确度数据汇总

六家实验室按照《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》中样品分析的全部步骤进行处理和测定，对三个浓度水平的空白基质、实际土壤样品、实际沉积物样品进行方法准确度的验证，按全程序每个样品平行测定 6 次，分别计算每个统一样品的平均值和加标回收率。加标浓度分别为：低水平加标量为 1~5 ng（BB-1 至 BB-30 为 1 ng，BB-49 至 BB-205 为 2 ng，BB-206、BB-209 为 5 ng），中水平加标量为 3-15 ng（BB-1 至 BB-30 为 3 ng，BB-49 至 BB-205 为 6 ng，BB-206、BB-209 为 15 ng），高水平加标量为 10-50 ng（BB-1 至 BB-30 为 10 ng，BB-49 至 BB-205 为 20 ng，BB-206、BB-209 为 50 ng），三水平净化内标加标量为 2.5~12.5 ng（<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-BB-52 为 2.5 ng，<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-BB-153 和 <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-BB-194 为 5 ng，<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-BB-209 为 12.5 ng），三水平进样内标加标量为 2.5 ng。汇总测试数据见附表 2-3-1 至 2-3-9。

附表 2-3-1 准确度试验数据汇总表（空白基质低浓度）

化合物	加标量 (μg/kg)	$\bar{P}/\%$	$S_{\bar{P}}/\%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
BB-1	0.05	53.3	3.11	53.3±6.22
BB-2	0.05	68.7	4.37	68.6±8.74
BB-9	0.05	71.1	1.58	71.1±3.14
BB-10	0.05	62.8	1.74	62.8±3.46
BB-15	0.05	84.5	3.70	84.5±7.40
BB-30	0.05	118	3.92	118±7.84
BB-49	0.1	116	2.28	116±4.56
BB-52	0.1	114	4.46	114±8.92
BB-77	0.1	114	7.47	114±14.9
BB-101	0.1	108	2.16	108±4.32
BB-103	0.1	105	6.94	105±13.9
BB-153	0.1	117	5.92	117±11.8
BB-154	0.1	111	5.50	111±11.0
BB-156	0.1	82.9	3.67	82.9±7.34
BB-169	0.1	78.3	4.40	78.3±8.78
BB-180	0.1	77.7	3.29	77.7±6.56
BB-194	0.1	106	3.79	106±7.58
BB-205	0.1	81.8	4.55	81.7±9.10
BB-206	0.25	181	5.10	181±10.2
BB-209	0.25	110	1.63	110±3.26



附表 2-3-2 准确度试验数据汇总表 (空白基质中浓度)

化合物	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$\bar{P}/\%$	$S_{\bar{P}}/\%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
BB-1	0.25	56.9	4.14	56.8 $\pm$ 8.28
BB-2	0.25	68.3	0.840	68.3 $\pm$ 1.66
BB-9	0.25	68.7	1.16	68.6 $\pm$ 2.32
BB-10	0.25	61.7	2.44	61.7 $\pm$ 4.88
BB-15	0.25	80.0	1.40	80.0 $\pm$ 2.78
BB-30	0.25	110	2.16	110 $\pm$ 4.32
BB-49	0.5	110	3.43	110 $\pm$ 6.86
BB-52	0.5	106	3.37	106 $\pm$ 6.74
BB-77	0.5	98.0	1.34	98.0 $\pm$ 2.68
BB-101	0.5	101	1.72	101 $\pm$ 3.44
BB-103	0.5	98.2	1.22	98.2 $\pm$ 2.42
BB-153	0.5	109	2.28	109 $\pm$ 4.56
BB-154	0.5	104	1.05	104 $\pm$ 2.08
BB-156	0.5	76.5	0.870	76.4 $\pm$ 1.72
BB-169	0.5	76.2	2.07	76.1 $\pm$ 4.12
BB-180	0.5	69.7	0.940	69.7 $\pm$ 1.86
BB-194	0.5	97.5	2.83	97.4 $\pm$ 5.64
BB-205	0.5	80.3	0.930	80.3 $\pm$ 1.86
BB-206	1.25	171	2.04	171 $\pm$ 4.08
BB-209	1.25	103	4.00	103 $\pm$ 8.00

附表 2-3-3 准确度试验数据汇总表 (空白基质高浓度)

化合物	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$\bar{P}/\%$	$S_{\bar{P}}/\%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
BB-1	1.0	53.5	1.60	53.5 $\pm$ 3.18
BB-2	1.0	52.6	0.490	52.6 $\pm$ 0.96
BB-9	1.0	58.3	1.21	58.3 $\pm$ 2.42
BB-10	1.0	54.1	0.590	54.1 $\pm$ 1.18
BB-15	1.0	67.2	0.98	67.2 $\pm$ 1.96
BB-30	1.0	101	1.99	101 $\pm$ 96
BB-49	2.0	102	0.980	102 $\pm$ 1.96
BB-52	2.0	98.9	1.69	98.9 $\pm$ 3.38
BB-77	2.0	93.4	1.74	93.4 $\pm$ 3.46
BB-101	2.0	97.7	1.31	97.7 $\pm$ 2.62
BB-103	2.0	90.5	0.74	90.4 $\pm$ 1.48
BB-153	2.0	96.8	1.44	96.7 $\pm$ 2.88
BB-154	2.0	93.4	1.74	93.4 $\pm$ 3.46
BB-156	2.0	68.4	0.81	68.4 $\pm$ 1.62
BB-169	2.0	56.7	0.95	56.7 $\pm$ 1.90
BB-180	2.0	59.9	0.64	59.8 $\pm$ 1.28
BB-194	2.0	88.7	1.71	88.7 $\pm$ 3.42
BB-205	2.0	71.8	1.73	71.7 $\pm$ 3.46
BB-206	5.0	155	1.05	155 $\pm$ 2.10
BB-209	5.0	92.7	0.99	92.7 $\pm$ 1.96

附表 2-3-4 准确度试验数据汇总表（土壤实际样品低浓度）

化合物	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$\bar{P}/\%$	$S_{\bar{P}}/\%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
BB-1	0.05	60.8	2.86	60.8 $\pm$ 5.72
BB-2	0.05	69.1	3.10	69.1 $\pm$ 6.20
BB-9	0.05	64.2	2.66	64.1 $\pm$ 5.32
BB-10	0.05	62.1	2.45	62.1 $\pm$ 4.90
BB-15	0.05	83.8	4.25	83.8 $\pm$ 8.48
BB-30	0.05	115	2.07	115 $\pm$ 4.14
BB-49	0.1	119	5.39	119 $\pm$ 10.8
BB-52	0.1	115	7.03	115 $\pm$ 14.1
BB-77	0.1	110	4.76	110 $\pm$ 9.52
BB-101	0.1	109	4.60	109 $\pm$ 9.20
BB-103	0.1	108	3.98	108 $\pm$ 7.96
BB-153	0.1	115	3.71	115 $\pm$ 7.42
BB-154	0.1	116	3.44	116 $\pm$ 6.88
BB-156	0.1	85.9	4.81	85.8 $\pm$ 9.62
BB-169	0.1	77.6	2.13	77.6 $\pm$ 4.24
BB-180	0.1	76.5	3.49	76.5 $\pm$ 6.96
BB-194	0.1	106	7.28	106 $\pm$ 14.6
BB-205	0.1	80.4	2.83	80.3 $\pm$ 5.66
BB-206	0.25	172	11.9	172 $\pm$ 23.8
BB-209	0.25	112	4.18	112.3 $\pm$ 8.34

附表 2-3-5 准确度试验数据汇总表（土壤实际样品中浓度）

化合物	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$\bar{P}/\%$	$S_{\bar{P}}/\%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
BB-1	0.25	56.9	3.71	56.9 $\pm$ 7.42
BB-2	0.25	62.5	2.62	62.5 $\pm$ 5.24
BB-9	0.25	71.7	2.97	71.7 $\pm$ 5.94
BB-10	0.25	67.9	1.66	67.9 $\pm$ 3.32
BB-15	0.25	82.0	5.08	82.0 $\pm$ 10.1
BB-30	0.25	107	5.89	107 $\pm$ 11.8
BB-49	0.5	116	4.00	116 $\pm$ 8.00
BB-52	0.5	112	5.01	112 $\pm$ 10.0
BB-77	0.5	104	3.69	104 $\pm$ 7.38
BB-101	0.5	106	8.12	106 $\pm$ 16.2
BB-103	0.5	100	6.25	100.3 $\pm$ 12.5
BB-153	0.5	108	5.44	108 $\pm$ 10.9
BB-154	0.5	107	8.51	107 $\pm$ 17.0
BB-156	0.5	85.1	5.35	85.1 $\pm$ 10.7
BB-169	0.5	77.3	3.27	77.3 $\pm$ 6.52
BB-180	0.5	71.8	2.38	71.7 $\pm$ 4.76
BB-194	0.5	101	2.79	101 $\pm$ 5.58
BB-205	0.5	85.8	3.71	85.7 $\pm$ 7.42
BB-206	1.25	165	3.93	165 $\pm$ 7.86
BB-209	1.25	108	5.27	108 $\pm$ 10.5

附表 2-3-6 准确度试验数据汇总表（土壤实际样品高浓度）

化合物	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$\bar{P}/\%$	$S_{\bar{P}}/\%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
BB-1	1	51.3	6.24	51.3 $\pm$ 12.5
BB-2	1	51.0	1.33	51.0 $\pm$ 2.66
BB-9	1	58.9	0.950	58.9 $\pm$ 1.90
BB-10	1	52.7	0.970	52.7 $\pm$ 1.94
BB-15	1	61.3	0.740	61.2 $\pm$ 1.48
BB-30	1	97.3	1.06	97.2 $\pm$ 2.12
BB-49	2	102	1.38	102 $\pm$ 2.74
BB-52	2	102	0.980	102 $\pm$ 1.96
BB-77	2	93.3	1.15	93.3 $\pm$ 2.28
BB-101	2	100	0.96	100 $\pm$ 1.92
BB-103	2	87.6	1.25	87.6 $\pm$ 2.50
BB-153	2	97.4	1.66	97.4 $\pm$ 3.32
BB-154	2	94.2	0.72	94.2 $\pm$ 1.44
BB-156	2	68.8	0.75	68.8 $\pm$ 1.50
BB-169	2	61.5	0.36	61.5 $\pm$ 0.72
BB-180	2	58.8	0.70	58.8 $\pm$ 1.40
BB-194	2	87.5	1.25	87.5 $\pm$ 2.50
BB-205	2	78.2	1.23	78.2 $\pm$ 2.46
BB-206	5	153	2.14	153 $\pm$ 4.26
BB-209	5	94.5	1.37	94.5 $\pm$ 2.74

附表 2-3-7 准确度试验数据汇总表（沉积物实际样品低浓度）

化合物	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$\bar{P}/\%$	$S_{\bar{P}}/\%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
BB-1	0.05	53.0	1.83	53.0 $\pm$ 3.66
BB-2	0.05	70.8	2.85	70.8 $\pm$ 5.70
BB-9	0.05	70.7	1.30	70.6 $\pm$ 2.60
BB-10	0.05	63.6	3.07	63.6 $\pm$ 6.14
BB-15	0.05	82.1	2.44	82.1 $\pm$ 4.88
BB-30	0.05	113	3.88	113 $\pm$ 7.76
BB-49	0.1	111	3.82	111 $\pm$ 7.62
BB-52	0.1	111	5.00	111 $\pm$ 9.98
BB-77	0.1	113	1.94	113 $\pm$ 3.88
BB-101	0.1	106	1.64	106 $\pm$ 3.28
BB-103	0.1	103	2.80	103 $\pm$ 5.60
BB-153	0.1	113	5.95	113 $\pm$ 11.9
BB-154	0.1	113	3.29	113 $\pm$ 6.58
BB-156	0.1	80.0	3.38	80.0 $\pm$ 6.76
BB-169	0.1	75.5	1.63	75.5 $\pm$ 3.26
BB-180	0.1	75.3	2.84	75.3 $\pm$ 5.68
BB-194	0.1	105	4.42	105 $\pm$ 8.84
BB-205	0.1	80.1	1.18	80.1 $\pm$ 2.36
BB-206	0.25	173	7.92	173 $\pm$ 15.8
BB-209	0.25	109	2.32	109 $\pm$ 4.62

附表 2-3-8 准确度试验数据汇总表（沉积物实际样品中浓度）

化合物	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$\bar{P}/\%$	$S_{\bar{P}}/\%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
BB-1	0.25	51.3	0.76	51.2 $\pm$ 1.50
BB-2	0.25	75.7	1.84	75.6 $\pm$ 3.68
BB-9	0.25	69.8	1.33	69.8 $\pm$ 2.66
BB-10	0.25	60.2	1.84	60.2 $\pm$ 3.66
BB-15	0.25	82.1	2.35	82.1 $\pm$ 4.68
BB-30	0.25	109	3.72	109 $\pm$ 7.44
BB-49	0.5	112	3.27	112 $\pm$ 6.52
BB-52	0.5	104	3.29	104 $\pm$ 6.56
BB-77	0.5	102	2.62	102 $\pm$ 5.22
BB-101	0.5	102	3.06	102 $\pm$ 6.12
BB-103	0.5	96.0	1.65	95.9 $\pm$ 3.30
BB-153	0.5	106	3.66	106 $\pm$ 7.32
BB-154	0.5	101	1.74	101 $\pm$ 3.48
BB-156	0.5	102	3.95	102 $\pm$ 7.90
BB-169	0.5	78.5	1.92	78.4 $\pm$ 3.82
BB-180	0.5	67.9	1.53	67.9 $\pm$ 3.06
BB-194	0.5	99.1	3.20	99.1 $\pm$ 6.38
BB-205	0.5	79.9	2.35	79.8 $\pm$ 4.68
BB-206	1.25	154	3.87	154 $\pm$ 7.72
BB-209	1.25	101	2.54	101 $\pm$ 5.08

附表 2-3-9 准确度试验数据汇总表（沉积物实际样品高浓度）

化合物	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$\bar{P}/\%$	$S_{\bar{P}}/\%$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
BB-1	1	60.0	0.500	60.0 $\pm$ 1.00
BB-2	1	51.3	0.900	51.3 $\pm$ 1.80
BB-9	1	57.9	0.560	57.9 $\pm$ 1.12
BB-10	1	54.7	0.810	54.6 $\pm$ 1.60
BB-15	1	66.8	0.570	66.8 $\pm$ 1.14
BB-30	1	94.0	1.04	94.0 $\pm$ 2.08
BB-49	2	101	2.64	101 $\pm$ 5.28
BB-52	2	98.4	1.38	98.3 $\pm$ 2.74
BB-77	2	98.6	1.40	98.6 $\pm$ 2.80
BB-101	2	100	0.820	100 $\pm$ 1.62
BB-103	2	94.7	1.27	94.7 $\pm$ 2.52
BB-153	2	97.4	0.950	97.4 $\pm$ 1.88
BB-154	2	94.8	0.450	94.7 $\pm$ 0.88
BB-156	2	71.2	1.25	71.1 $\pm$ 2.48
BB-169	2	62.0	0.50	62.0 $\pm$ 1.00
BB-180	2	60.3	0.88	60.3 $\pm$ 1.76
BB-194	2	90.6	1.69	90.5 $\pm$ 3.38
BB-205	2	70.8	1.05	70.8 $\pm$ 2.10
BB-206	5	143	1.03	143 $\pm$ 2.06
BB-209	5	93.7	1.94	93.7 $\pm$ 3.86



### 3 方法验证结论

#### 3.1 验证过程中异常值的解释、更正或删除的情况及理由

六家实验室所有的验证数据按照《测量方法与结果的准确度（正确度和精密度）》（GB/T 6379）要求进行检验，数据剔除异常值后用于统计。

#### 3.2 方法的检出限及测定下限

按照 HJ 168 的检出限确定方法，取样量为 10.0 g 时，六家实验室测定《土壤和沉积物 多溴联苯的测定 高分辨气相色谱-高分辨质谱法》中 20 种多溴联苯，一至八溴代联苯的方法检出限为 0.01~0.04  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，测定下限为 0.04~0.16  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，九、十溴联苯的方法检出限为 0.08~0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，测定下限为 0.32~0.4  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

#### 3.3 方法精密度

六家实验室分别对土壤样品中多溴联苯含量为 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~1.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$  和 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的统一样品进行了测定：实验室内相对标准偏差分别为 2.8%~20%，1.7%~20%，1.3%~18%；实验室间相对标准偏差分别为 7.6%~17%，7.9%~17%，2.7%~15%；重复性限分别为 0.0086  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.12  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，0.056  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.47  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，0.049  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.85  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；再现性限分别为 0.0086  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.14  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，0.056  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.47  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，0.052  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.85  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

六家实验室分别对沉积物样品中多溴联苯含量为 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~1.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$  和 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的统一样品进行了测定：实验室内相对标准偏差分别为 2.1%~19%，1.4%~18%，1.5%~14%；实验室间相对标准偏差分别为 6.5%~15%，4.9%~17%，3.1%~10%；重复性限分别为 0.0067  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.075  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，0.029  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.42  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，0.068  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.80  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；再现性限分别为 0.0064  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.076  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，0.031  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.42  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，0.068  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.80  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

#### 3.4 方法的准确度

六家实验室对土壤加标样品进行了测定，样品加标量分别为 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~1.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$  和 1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，加标回收率范围分别为 57.5%~186%，52.5%~170%，40.4%~155%；加标回收率最终值分别为 51.0% $\pm$ 2.7%~172% $\pm$ 24%。

六家实验室对沉积物加标样品进行了测定，样品加标量分别为 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~1.25  $\mu\text{g}/\text{kg}$  和 1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，加标回收率范围分别为 50.5%~173%，51.3%~154%，51.3%~145%；加标回收率最终值分别为 51.2% $\pm$ 1.5%~173% $\pm$ 16%。