

团 体 标 准

T/CQEEMA 12—2025

土壤 2 种三氯杀螨醇的测定 气相色谱-
质谱法

Soil—Determination of 2 dicofol—Gas chromatography/Mass spectrometry

2025-08-19 发布

2025-08-19 实施

目 录

前 言 ii

1 适用范围 1

2 规范性引用文件 1

3 方法原理 1

4 试剂和材料 1

5 仪器和设备 3

6 样品 3

7 分析步骤 5

8 结果计算与表示 6

9 准确度 8

10 质量保证和质量控制 9

11 注意事项 10

附 录 A（规范性）方法检出限和测定下限 11

附 录 B（资料性）目标化合物的测定参考参数 12

附 录 C（资料性）方法准确度 13

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由重庆市生态环境监测中心提出。

本文件由重庆市生态环境监测协会归口。

本文件起草单位：重庆市生态环境监测中心。

本文件主要起草人：吴晓妍、杜兰、张飙为、皮宁宁、何国语、邹志芬、杨利利、郭志顺、孙静、朱明吉、苏童、周茂、周鑫悦、刘海立。

土壤 2 种三氯杀螨醇的测定 气相色谱-质谱法

警告：试验中所用有机溶剂和标准物质为有毒有害物质，标准溶液配制及样品前处理过程应在通风橱中进行；操作时应按规定佩戴防护器具，避免直接接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本文件规定了测定土壤中三氯杀螨醇的气相色谱-质谱法。

本文件适用于土壤中2种三氯杀螨醇的测定，目标物包括：2,4'-三氯杀螨醇和4,4'-三氯杀螨醇。当通过前期环境信息调查，生产或使用过2,4'-二氯二苯甲酮和4,4'-二氯二苯甲酮的污染土壤地块不适用于本文件。

取样量为10.0 g，试样定容体积为1.0 mL，进样体积为1.0 μ L时，采用选择离子扫描方式测定，2,4'-三氯杀螨醇和4,4'-三氯杀螨醇的方法检出限均为0.02 mg/kg，测定下限均为0.08 mg/kg。详见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

HJ 783 土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法

3 方法原理

土壤中的三氯杀螨醇采用加压流体萃取方式提取，浓缩后提取液经氢氧化钾溶液碱解将三氯杀螨醇转化为二氯二苯甲酮，再净化、浓缩、定容后经气相色谱分离、质谱检测。根据标准物质质谱图、保留时间、碎片离子质荷比及其丰度定性。内标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。实验用水为新制备的超纯水或蒸馏水。

4.1 丙酮（ C_3H_6O ）：农残级。

4.2 正己烷（ C_6H_{14} ）：农残级。

4.3 无水乙醇（ C_2H_5OH ）：优级纯。

4.4 氢氧化钾（KOH）：优级纯。

4.5 二氯甲烷（ CH_2Cl_2 ）：农残级。

4.6 硝酸： $\rho(\text{HNO}_3)=1.42\text{ g/mL}$ ，优级纯。

4.7 硝酸溶液：1+1。

用优级纯硝酸（4.6）与实验用水按1:1体积比混合配置。

4.8 无水硫酸钠（ Na_2SO_4 ）：优级纯。在马弗炉中400℃下灼烧4 h，待冷却至室温后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器中保存。

4.9 氢氧化钾溶液（10 mol/L）：称取56.1 g氢氧化钾，溶于100 mL蒸馏水中。

4.10 硫酸钠溶液（20 g/L）：20 g无水硫酸钠（4.8）溶于1000 mL蒸馏水中。

4.11 正己烷-丙酮混合溶剂I：1+1。

用正己烷（4.2）和丙酮（4.1）按1:1体积比混合。

4.12 正己烷-丙酮混合溶剂II：9+1。

用正己烷（4.2）和丙酮（4.1）按9:1体积比混合。

4.13 二氯甲烷-丙酮混合溶剂：1+1。

用二氯甲烷（4.5）和丙酮（4.1）按1:1体积比混合。

4.14 三氯杀螨醇标准贮备液： $\rho=1000\text{ mg/L}\sim 5000\text{ mg/L}$ ，市售有证标准溶液。

4.15 三氯杀螨醇标准中间液： $\rho=50\text{ mg/L}$ 。

用正己烷-丙酮混合溶剂I（4.11）对三氯杀螨醇标准贮备液（4.14）稀释配置，并混匀。

4.16 内标贮备液： $\rho=1000\text{ mg/L}$ 。

选用五氯硝基苯作内标。市售有证标准溶液。亦可选用其他化合物做内标。

4.17 内标中间液： $\rho=50\text{ mg/L}$ 。

量取1.0 mL内标贮备液（4.16）于10 mL容量瓶中，用正己烷-丙酮混合溶剂I（4.11）稀释至标线，混匀。

4.18 替代物贮备液： $\rho=1000\text{ mg/L}$ ，市售有证标准溶液。宜选用2,4,5,6-四氯间二甲苯。

4.19 替代物中间液： $\rho=50\text{ mg/L}$ 。

用正己烷-丙酮混合溶剂I（4.11）对替代物标准贮备液（4.18）稀释配置，并混匀。

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

4.21 弗罗里硅土净化小柱：1000 mg，柱体积为6 mL~10 mL。

4.22 石英砂：150 μm ~830 μm （100目~20目）。在马弗炉中400℃下灼烧4 h，冷却至室温后密封保存。

4.23 硅藻土：150 μm ~250 μm （100目~60目）。在马弗炉中400℃下灼烧4 h，待冷却至室温后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器中保存。

4.24 玻璃棉或玻璃纤维滤膜：使用前用二氯甲烷-丙酮混合溶剂（4.13）浸洗，待溶剂挥发干后，贮于具塞磨口玻璃瓶中密封保存。

4.25 铜粉（Cu）：纯度为99.5%。

使用前用硝酸溶液（4.7）去除铜粉表面的氧化物，用实验室用水冲洗除酸，再用丙酮（4.1）清洗，然后用高纯氮气（4.26）吹干待用，每次临用前处理，保持铜粉表面光亮。

4.26 高纯氮气：纯度为99.999%。

4.27 载气：高纯氮气，纯度为99.999%。

5 仪器和设备

- 5.1 采样容器：具塞磨口棕色玻璃瓶。
- 5.2 气相色谱/质谱仪：电子轰击（EI）电离源。
- 5.3 色谱柱：石英毛细管柱，长30 m，内径0.25 mm，膜厚0.25 μm ，固定相为5%-苯基-甲基聚硅氧烷，或其他等效的毛细管色谱柱。
- 5.4 提取装置：加压流体萃取仪或其他性能相当的设备。
- 5.5 浓缩装置：氮吹仪或其他同等性能的设备。
- 5.6 真空冷冻干燥仪：空载真空度达13 Pa以下。
- 5.7 固相萃取装置。
- 5.8 离心机：转速3000 r/min以上。
- 5.9 涡旋混匀器。
- 5.10 样品筛：不锈钢材质，孔径为250 μm （60目）。
- 5.11 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品的采集与保存

按照HJ/T 166的相关要求采集和保存土壤样品。采样量不少于500 g。样品采集后，置于采样容器（5.1）中，密封、避光、4℃以下冷藏保存，10 d内完成提取，提取后立即碱解。若碱解后提取液不能及时分析，4℃以下冷藏、避光保存，40 d内完成分析。

6.2 样品的制备

除去样品中的异物（枝棒、叶片、石子等），冷冻干燥后，研磨、均质、过样品筛（5.10）。

6.3 干物质的测定

按照HJ 613测定土壤样品干物质含量。

6.4 试样的制备

6.4.1 提取

提取方法选择加压流体萃取，按照HJ 783执行。以正己烷-丙酮混合溶剂（1:1）为提取溶剂，参考以下参考条件或加压流体萃取提取一般方法进行：

循环次数：2次。

提取压力：1500 psi。

静态提取时间：5 min。

池体积：60%。

氮气吹扫时间：60 s。

注1: 如果上述提取液存在明显水分, 需要进一步过滤和脱水。在玻璃漏斗上垫一层玻璃棉或玻璃纤维滤膜(4.24), 加入约5 g无水硫酸钠(4.8), 将提取液过滤至浓缩器皿中。再用少量正己烷-丙酮混合溶剂I(4.11)洗涤提取容器3次, 洗涤液并入漏斗中过滤, 最后再用少量正己烷-丙酮混合溶剂I(4.11)冲洗漏斗, 全部收集至浓缩器皿中, 待浓缩。

注2: 若通过验证并达到本标准质量控制要求, 亦可采用其他提取方式。

6.4.2 浓缩

浓缩方法使用氮吹浓缩。在室温条件下, 开启氮气至溶剂表面有气流波动(避免形成气涡), 用正己烷(4.2)多次洗涤氮吹过程中已露出的浓缩器管壁, 浓缩至约2 mL, 待碱解。

6.4.3 碱解

在上述试管中依次加入0.5 mL无水乙醇(4.3)和1 mL的氢氧化钾溶液(4.9), 涡旋混匀5 min, 在3000 r/min下离心5 min。移取正己烷相于试管中, 用1 mL硫酸钠溶液(4.10)洗涤一次, 弃去水相。

6.4.4 净化

碱解后的提取液(6.4.3)采用弗罗里硅土净化小柱(4.21)净化。操作步骤如下:

将弗罗里硅土净化小柱(4.21)固定在固相萃取装置(5.5)上, 添加适量无水硫酸钠(4.8), 用4 mL正己烷(4.2)淋洗净化小柱, 再加入5 mL正己烷(4.2)待柱充满后关闭流速控制阀浸润5 min, 缓慢打开控制阀, 继续加入5 mL正己烷(4.2), 在填料暴露于空气之前, 关闭控制阀, 弃去流出液。将浓缩液(6.4.3)转移至小柱中, 用2 mL正己烷-丙酮混合溶剂II(4.12)分次洗涤浓缩器皿, 洗液全部转入小柱中(若需脱硫, 需将此溶液浸没在铜粉(4.25)中约5 min)。加入3 mL正己烷-丙酮混合溶剂II(4.12)进行洗脱, 缓慢打开控制阀待洗脱液浸满净化柱后关闭控制阀, 浸润2 min, 缓缓打开控制阀, 继续加入3 mL正己烷-丙酮混合溶剂II(4.12), 并收集全部洗脱液, 待浓缩。

6.4.5 浓缩、加内标

净化后的试液(6.4.4)再次按照氮吹浓缩的步骤进行浓缩, 加入适量内标中间液(4.17), 并用正己烷-丙酮混合溶剂I(4.11)定容至1.0 mL, 混匀后, 待测。

6.5 空白试样的制备

用石英砂(4.22)代替样品, 按照与试样的制备(6.4)相同的步骤制备实验室空白试样。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 气相色谱参考条件

进样口温度：280℃，不分流。

进样量：1.0 μL，柱流量：1.0 mL/min（恒流）。

柱温：初始温度40℃，保持2 min；以10℃/min速率升至90℃，保持2 min；以25℃/min速率升至180℃；以5℃/min速率升至280℃，保持5 min；以5℃/min速率升至290℃，保持5 min。

7.1.2 质谱参考条件

电子轰击源：EI。

离子源温度：300℃。离子化能量：70 eV。传输线温度：280℃。

四级杆温度：150℃。

扫描模式：选择离子模式（SIM）。

7.2 校准

7.2.1 质谱性能检查

每次分析前，应进行质谱自动调谐，再将气相色谱和质谱仪设定至分析方法要求的仪器条件，并处于待机状态，通过气相色谱进样口直接注入1.0 μL十氟三苯基膦（DFTPP）（4.20），得到十氟三苯基膦质谱图，其质量碎片的离子丰度应全部符合表1中的要求。否则须清洗质谱仪离子源。

表1 十氟三苯基膦（DFTPP）关键离子及离子丰度评价

质荷比（m/z）	相对丰度规范	质荷比（m/z）	相对丰度规范
51	198峰（基峰）的10%~80%	199	198峰的5%~9%
68	小于69峰的2%	275	基峰的10%~60%
70	小于69峰的2%	365	大于198峰的1%
127	基峰的10%~80%	441	存在且小于442峰的24%
197	小于198峰的2%	442	基峰，或大于198峰的50%
198	基峰，或大于442峰的50%	443	442峰的15%~24%

7.2.2 校准系列的配制

取5个10 mL试管，预先加入1.0 mL正己烷溶剂（4.2），分别量取适量的三氯杀螨醇标准中间液（4.15）、内标中间液（4.17）、替代物中间液（4.19），配制至少5个浓度点的标准系列，三氯杀螨醇和替代物的质量浓度均分别为0.5 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、4.0 μg/mL、8.0 μg/mL，内标质量浓度均为2.0 μg/mL。按照6.4.3的步骤进行碱解，碱解后

使用适量无水硫酸钠（4.8）脱水，最后用正己烷-丙酮混合溶剂I（4.11）定容至1.0 mL。也可根据仪器灵敏度或样品中目标物浓度配制其他气相色谱-质谱仪适合浓度水平的标准系列。

7.2.3 标准系列的测定

按照仪器参考条件（7.1），由低浓度到高浓度依次进样分析。目标化合物、内标物和替代物的总离子色谱图见图1。

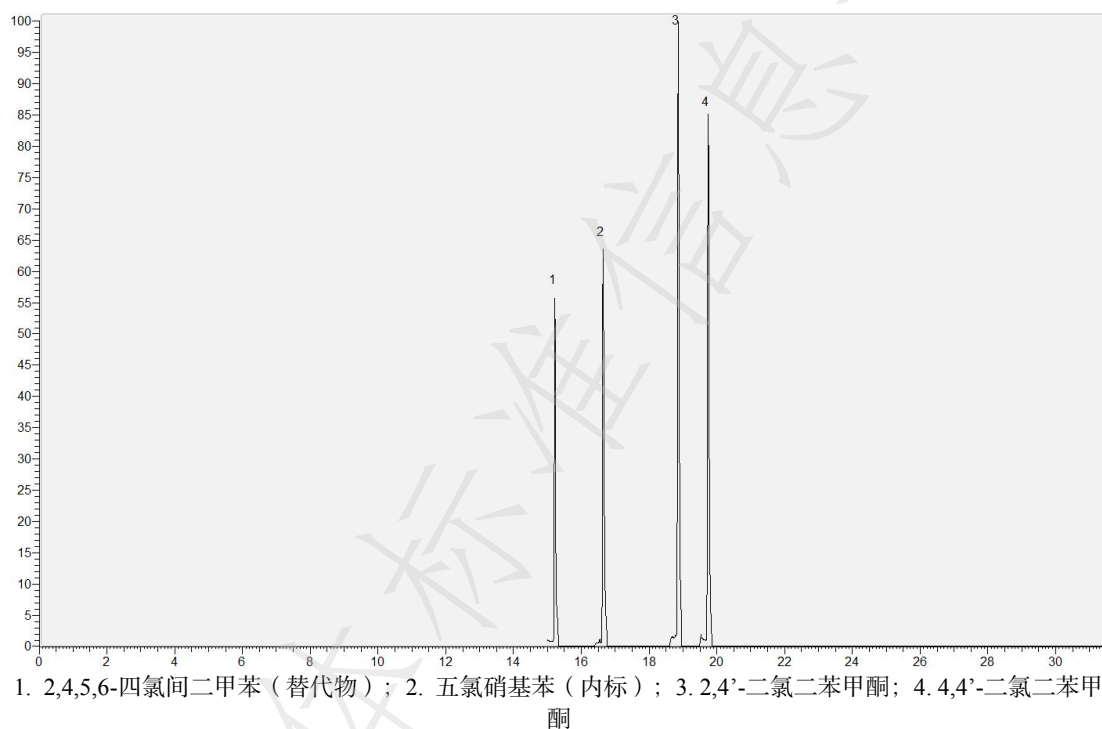


图1 三氯杀螨醇标准样品碱解物、内标物和替代物的总离子色谱图

7.3 试样的测定

按照与校准曲线绘制相同的仪器分析条件（7.1）测定待测的试样（6.4.5）。

7.4 空白试验

按照与试样测定相同的仪器分析条件（7.1）测定空白试样（6.5）。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

根据样品中目标化合物的相对保留时间（RRT）、质谱图、辅助离子和目标离子丰度比（ Q ）等信息定性。

样品中目标化合物的相对保留时间与最新标准曲线该化合物的平均相对保留时间（ $\overline{RRT}$ ）的差值应 $\leq \pm 0.06$ 。

目标化合物的定量离子和辅助定性离子（见表 B.1）均应在样品质谱图中存在，且样品质谱图中目标化合物的辅助离子和目标离子丰度比（ $Q_{\text{样品}}$ ）与标准曲线目标化合物的辅助离子和目标离子丰度比（ $Q_{\text{标准}}$ ）的相对偏差应在 $\pm 30\%$ 以内。

目标化合物的相对保留时间（RRT）按公式（1）计算

$$RRT = \frac{RT_C}{RT_{IS}} \quad (1)$$

式中：

RRT——目标化合物的相对保留时间；

RT_C ——目标化合物的保留时间，min；

RT_{IS} ——该化合物对应内标物的保留时间，min。

标准曲线中该目标化合物所有浓度点相对保留时间的平均值（ $\overline{RRT}$ ）按公式（2）计算。

$$\overline{RRT} = \frac{\sum_{i=1}^n RRT_i}{n} \quad (2)$$

式中：

$\overline{RRT}$ ——标准曲线中该目标化合物所有浓度点相对保留时间的平均值；

RRT_i ——标准曲线中第 i 个浓度点该目标化合物的相对保留时间；

n ——标准曲线浓度点个数。

辅助离子和目标离子丰度比（ Q ）按公式（3）计算

$$Q = \frac{A_a}{A_t} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

Q ——辅助离子和目标离子丰度比，%；

A_a ——辅助离子峰面积；

A_t ——目标离子峰面积。

8.2 定量分析

在对目标物定性判断的基础上，根据三氯杀螨醇碱解产物定量离子的峰面积，采用内标法进行定量。当样品中目标化合物碱解产物的定量离子有干扰时，可使用辅助离子定量。定量离子、辅助离子参见附录B。

8.3 结果计算

8.3.1 平均相对响应因子（RRF）的计算

校准系列第 i 点中目标化合物的相对响应因子（ RRF_i ），按照公式（4）计算。

$$RRF_i = \frac{A_i}{A_{ISi}} \times \frac{\rho_{ISi}}{\rho_i} \quad (4)$$

式中：

RRF_i ——校准曲线系列中第 i 点目标化合物的相对响应因子；

A_i ——校准曲线系列中第*i*点目标化合物定量离子的峰面积；

A_{ISi} ——校准曲线系列中第*i*点与目标化合物相对应内标定量离子的峰面积；

ρ_{ISi} ——校准曲线系列中内标物的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

ρ_i ——校准曲线系列中第*i*点目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ 。

校准曲线系列中目标化合物的平均相对响应因子 $\overline{RRF}$ ，按照公式（5）计算。

$$\overline{RRF} = \frac{\sum_{i=1}^n RRF_i}{n} \quad (5)$$

式中：

$\overline{RRF}$ ——校准曲线系列中目标化合物的平均相对响应因子，无量纲；

RRF_i ——校准曲线系列中第*i*点目标化合物的相对响应因子，无量纲；

n ——校准曲线系列点数。

8.3.2 土壤样品的结果计算

土壤样品中的目标化合物含量 ω （ mg/kg ），按照公式（6）进行计算。

$$\omega = \frac{A_x \times \rho_{IS} \times V_x}{A_{IS} \times \overline{RRF} \times m \times W_{dm}} \quad (6)$$

式中：

ω ——样品中的目标物含量， mg/kg ；

A_x ——试样中目标化合物碱解产物定量离子的峰面积；

A_{IS} ——试样中内标化合物定量离子的峰面积；

ρ_{IS} ——试样中内标的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

$\overline{RRF}$ ——校准曲线系列中目标化合物的平均相对响应因子；

V_x ——试样萃取液碱解后浓缩定容体积， mL ；

m ——样品的称取量， g ；

W_{dm} ——样品干物质含量， $\%$ 。

8.4 结果表示

测定结果小数点后位数与方法检出限保持一致，最多保留3位有效数字。

9 准确度

9.1 精密度

不同实验室分别对加标浓度为0.10 mg/kg 、0.40 mg/kg 和0.70 mg/kg 的空白样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为2.9%~9.5%、1.3%~8.7%和1.8%~3.3%；实验室间相对标准偏差分别为9.0%~10.2%、10.9%~13.8%和8.3%~9.8%；重复性限分别为0.013 mg/kg ~0.014 mg/kg 、0.052 mg/kg ~0.060 mg/kg 和0.042 mg/kg ~0.057 mg/kg ；再现性限分别为0.026 mg/kg ~0.027 mg/kg 、0.12 mg/kg ~0.14 mg/kg 和0.16 mg/kg ~0.18 mg/kg 。

不同实验室分别对加标浓度为0.10 mg/kg、0.40 mg/kg和0.70 mg/kg的土壤样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为2.0%~6.0%、0.9%~3.5%和0.9%~4.5%；实验室间相对标准偏差分别为9.8%~12.3%、8.4%~13.1%和6.5%~6.8%；重复性限分别为0.0091 mg/kg~0.010 mg/kg、0.022 mg/kg~0.025 mg/kg和0.048 mg/kg~0.050 mg/kg；再现性限分别为0.024 mg/kg~0.031 mg/kg、0.093 mg/kg~0.14 mg/kg和0.14 mg/kg。

精密度结果统计参见附录C中的表C.1。

9.2 正确度

不同实验室分别对加标浓度为0.10 mg/kg、0.40 mg/kg和0.70 mg/kg的空白样品进行了6次重复测定：加标回收率范围分别为74.1%~100%、71.8%~102%和81.3%~103%，加标回收率最终值分别为83.8%±16%~86.3%±17%、85.4%±18%~92.5%±24%和95.2%±16%~103%±14%。

不同实验室分别对加标浓度为0.10 mg/kg、0.40 mg/kg和0.70 mg/kg的土壤样品进行了6次重复测定：加标回收率范围分别为71.0%~97.8%、79.8%~113%和94.9%~113%，加标回收率最终值分别为84.0%±21%~88.2%±16%、88.2%±24%~96.7%±16%和93.6%±18%~102%±13%。

正确度结果统计参见附录C中的表C.2。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白实验

每20个样品或每批次（≤20个）应至少分析1个实验室空白试样，测试结果中的目标化合物浓度应低于方法检出限。否则，应检查试剂空白、仪器系统以及前处理过程。

10.2 校准曲线

校准曲线中目标化合物相对响应因子的相对标准偏差应小于或等于20%。否则，说明进样口或色谱柱存在干扰，应进行必要的维护。

连续分析时，每24 h分析一次校准曲线中间浓度点，其测定结果与理论浓度值相对误差应在±20%内。否则，须重新绘制校准曲线。

10.3 平行样品

每批样品（最多20个样品）应分析平行样，平行样测定结果相对偏差应小于20%。

10.4 基体加标

每批样品（最多20个样品）应分析基体加标平行样品。土壤加标样品回收率控制范围为50%~130%。

10.5 替代物的回收率

实验室应建立替代物加标回收控制图，按同一批样品（20至30个样品）进行统计，剔除离群值，计算替代物的平均回收率 $\bar{p}$ 及相对标准偏差 s ，应控制在 $\bar{p} \pm 3s$ 内。

11 注意事项

彻底清洗所用的任何玻璃器皿，以消除干扰物质。先用热水加清洁剂清洗，或用铬酸洗液浸泡清洗，再用自来水和不含有机物的试剂水淋洗，在130℃下烘2~3 h，或用甲醇淋洗后晾干。干燥的玻璃器皿应在干净的环境中保存。

附录 A

(规范性)

方法检出限和测定下限

各目标化合物的方法检出限和测定下限见表A.1。

表A.1 方法检出限和测定下限单位：mg/kg

序号	化合物	选择离子扫描	
		检出限	测定下限
1	2,4'-三氯杀螨醇	0.02	0.08
2	4,4'-三氯杀螨醇	0.02	0.08

附录 B

(资料性)

目标化合物的测定参考参数

各目标化合物、内标、替代物的化学物质登记号（CAS No.）、定量离子和辅助定性离子见表B.1。

表 B.1 目标化合物的测定参考参数

编号	名称	CAS No.	定量离子（m/z）	辅助定性离子（m/z）
1	2,4,5,6-四氯间二甲苯（替代物）	877-09-8	207	244
2	五氯硝基苯（内标）	82-68-8	237	142、209
3	2,4'-二氯二苯甲酮 （2,4'-三氯杀螨醇碱解产物）	19811-05-3	139	141、250
4	4,4'-二氯二苯甲酮 （4,4'-三氯杀螨醇碱解产物）	90-98-2	139	141、250

附录 C

(资料性)

方法准确度

方法的精密度数据见表C.1，正确度数据见表C.2。

表 C.1 精密度汇总表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
1	2,4'-三氯杀螨醇	空白	0.10	3.4~9.5	9.0	0.014	0.026
			0.40	1.3~8.6	13.8	0.052	0.144
			0.70	1.8~3.1	9.8	0.042	0.183
		土壤	0.10	2.2~5.3	12.3	0.010	0.031
			0.40	0.9~3.5	8.4	0.022	0.093
			0.70	1.7~4.5	6.5	0.050	0.137
2	4,4'-三氯杀螨醇	空白	0.10	2.9~7.8	10.2	0.013	0.027
			0.40	3.0~8.7	10.9	0.060	0.118
			0.70	2.3~3.3	8.3	0.057	0.164
		土壤	0.10	2.0~6.0	9.8	0.009	0.024
			0.40	1.4~3.3	13.1	0.025	0.138
			0.70	0.9~3.2	6.8	0.048	0.143

表 C.2 正确度汇总表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/kg)	原样浓度均值 (mg/kg)	加标后浓度 均值 (mg/kg)	加标回收率 范围 (%)	加标回收率 最终值 (%)
1	2,4'-三氯杀 螨醇	空白	0.10	N.D.	0.088	74.0~93.9	83.8±16
			0.40	N.D.	0.353	79.8~113	92.5±24
			0.70	N.D.	0.655	94.9~113	103±14
		土壤	0.10	N.D.	0.084	71.0~97.8	84.0±21
			0.40	N.D.	0.387	86.5~108	96.7±16
			0.70	N.D.	0.716	96.0~113	102±13
2	4,4'-三氯杀 螨醇	空白	0.10	N.D.	0.086	74.1~100	86.3±17
			0.40	N.D.	0.342	71.8~95.2	85.4±18
			0.70	N.D.	0.666	85.4~103	95.2±16
		土壤	0.10	N.D.	0.084	76.0~99.3	88.2±16
			0.40	N.D.	0.370	73.0~102	88.2±24
			0.70	N.D.	0.712	81.3~103	93.6±18