ICS 13.080.01

CCS Z.18

团体标准

T/CQEEMA 10-2025

土壤和沉积物 2种邻苯二甲酸酯类化合物的测定 液相色谱–三重四极杆质谱法

**Soil and sediment—Determination of 2 phthalate esters**

**—Liquid chromatography–triple quadrupole mass spectrometry**

（征求意见稿）

20XX-XX-XX发布 20XX-XX-XX实施

重庆市生态环境监测协会  发布

目 次

[前 言 2](#_Toc28898)

[1 适用范围 1](#_Toc5297)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc12705)

[3 方法原理 1](#_Toc20776)

[4 干扰和消除 1](#_Toc8505)

[5 试剂和材料 2](#_Toc12293)

[6 仪器和设备 3](#_Toc9687)

[7 样品 3](#_Toc16432)

[8 分析步骤 4](#_Toc5738)

[9 结果计算与表示 6](#_Toc6620)

[10 准确度 9](#_Toc23377)

[11 质量保证和质量控制 10](#_Toc22786)

[12 注意事项 10](#_Toc26991)

[附 录 A （资料性附录） 液相系统干扰消除 11](#_Toc27803)

[附 录 B](#_Toc4850) [（资料性附录）](#_Toc26827)[方法的准确度 12](#_Toc17238)

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。

本文件验证单位：四川省生态环境监测总站、湖北省生态环境监测中心站、辽宁省生态环境监测中心、广西壮族自治区生态环境监测中心、江苏省徐州环境监测中心和四川省宜宾市生态环境监测站。

本文件主要起草人：邹志芬、吴晓妍、杨利利、皮宁宁、刘敏、谭铃、沈冬君、郭志顺、孙静、朱明吉、杜兰、李文俊、唐思羽、刘丹。

土壤和沉积物 2种邻苯二甲酸酯类化合物的测定

液相色谱-三重四极杆质谱法

警告：实验中使用的标准物质和有机溶剂均为有毒化合物，试剂配制和样品前处理过程应在通风橱内进行；操作时应按要求佩戴防护器具，避免吸入呼吸道或接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中2种邻苯二甲酸酯类化合物的液相色谱-三重四极杆质谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中邻苯二甲酸二异壬酯（DINP）、邻苯二甲酸二异癸酯（DIDP）的测定。

取样量为5 g，试样定容体积为10.0 ml，进样体积为5 μl时，DINP和DIDP的方法检出限均为4 μg/kg，测定下限均为16 μg/kg。

2 规范性引用文件

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

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

3 方法原理

土壤和沉积物中的邻苯二甲酸二异壬酯（DINP）、邻苯二甲酸二异癸酯（DIDP）经乙腈振荡提取、固相萃取柱净化，用液相色谱-三重四极杆质谱测定，根据保留时间、特征离子丰度比定性，内标法定量。

4 干扰和消除

4.1 样品采集和保存过程中，使用金属或木质采样器具，棕色具塞磨口玻璃瓶盛放，并用铝箔(5.14)包裹以消除干扰。

4.2 称取样品时，剔除瓶口表层样品来消除干扰。

4.3 进样瓶(6.14)的瓶垫会对测定结果产生干扰，可通过在样品瓶和瓶盖间垫一层铝箔(5.14)的方法来减少干扰。

5 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不含目标化合物的纯水。

## 5.1 乙腈（CH3CN）：色谱纯。

## 5.2 丙酮（CH3COCH3）：色谱纯。

5.3 二氯甲烷（CH2CL2）：色谱纯。

## 5.4 异丙醇（（CH3）2CHOH）：色谱纯。

## 5.5 甲酸（HCOOH）：色谱纯。

## 5.6 甲酸溶液：*φ*(HCOOH)=0.1%。

移取1 ml甲酸（5.5）于预先加入适量实验用水的1 L容量瓶中，用实验用水定容。

## 5.7 邻苯二甲酸酯类化合物标准贮备液：*ρ*=100 mg/L。

可购买有证标准溶液，目标化合物包括邻苯二甲酸二异壬酯（DINP）和邻苯二甲酸二异癸酯（DIDP），溶剂为甲醇或正己烷。标准贮备液参照产品说明书保存，使用时应恢复至室温并摇匀。

## 5.8 邻苯二甲酸酯类化合物标准使用液：*ρ*=1 mg/L。

取适量邻苯二甲酸酯类化合物标准贮备液（5.7）用乙腈（5.1）或丙酮（5.2）稀释，4℃以下冷藏、密封、避光保存，保存期为3个月。

## 5.9 内标贮备液：*ρ*=100 mg/L

可购买有证标准溶液，内标物为邻苯二甲酸二异壬酯-*d*4（DINP-*d*4），溶剂为甲醇或正己烷，也可使用其他性质相近的化合物做内标。内标贮备液参照产品说明书保存，使用时应恢复至室温并摇匀。

## 5.10 内标使用液：*ρ*=5 mg/L。

取适量内标贮备液（5.9）用乙腈（5.1）或丙酮（5.2）稀释，4℃以下冷藏、密封、避光保存，保存期为3个月。

5.11 净化柱：材质为玻璃，填料为氧化铝或硅胶柱，规格为500 mg/6 ml，或其他等效净化柱。

5.12 无水硫酸钠（Na2SO4）：优级纯。

使用前，在马弗炉中450 ℃烘烤4 h，稍冷后置于洁净干燥器中备用。

5.13 石英砂：粒径为150 μm~250 μm(100目～60目)。

使用前，在马弗炉中450 ℃烘烤4 h，稍冷后置于洁净干燥器中备用。

5.14 铝箔。

经450 ℃烘烤2 h或用乙腈冲洗。

5.15 氮气：纯度≥99.99%。

6 仪器和设备

## 6.1 采样瓶：棕色，具塞磨口玻璃瓶，250 ml。

## 6.2 液相色谱-三重四极杆质谱仪：配有电喷雾离子源（ESI），具备流动相梯度洗脱和质谱多反应监测功能。

## 6.3 色谱柱：填料粒径为2.6 µm，柱长为100 mm，内径为2.1 mm的双苯基色谱柱或其他等效色谱柱。

## 6.4 捕集柱：填料粒径为3 µm，柱长为50 mm，内径为2.1 mm的C18色谱柱或其他等效色谱柱。

6.5 冷冻干燥仪。

6.6 样品筛：不锈钢材质，孔径为250 μm（60目）。

6.7 分析天平：实际分度值为0.01 g。

6.8 提取装置：水平振荡仪或其他性能相当的设备。

6.9 漩涡振荡混匀器：转速范围为0~1000 r/min。

6.10 离心机：最小离心力2000×g。

6.11 离心管：玻璃材质，50 ml。

6.12 固相萃取装置：手动或自动，流速可调节。

## 6.13 微量注射器：10 μl、50 μl、250 μl、1000 μl，玻璃材质、金属推杆。

6.14 进样瓶：棕色，玻璃材质，2 ml。

6.15 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

### 7.1 样品采集和保存

按照HJ/T 166、HJ/T 91、HJ 494、HJ 442.4、GB 17378.3的相关要求采集和保存土壤和沉积物样品。样品置于洁净的采样瓶（6.1）中，4℃以下冷藏、密封、避光保存，14 d内完成萃取分析，提取液保存时间不超过30 d。

### 7.2 样品的制备

将样品放在洁净的铺有铝箔（5.14）的搪瓷盘或不锈钢盘中，除去样品中的异物（枝棒、叶片、石子等），采用干燥剂法或冷冻干燥法对样品进行干燥处理。样品干燥后，研磨、均质、过样品筛（6.6）。

方法一：干燥剂法。称取5 g(精确到0.01 g)新鲜样品，加入适量无水硫酸钠(5.12)，研磨均化成细小颗粒，充分拌匀至散粒状，待用。

方法二：冷冻干燥法。称取适量样品，放入冷冻干燥仪(6.5)中进行干燥脱水。干燥后的样品直接研磨、过样品筛（6.6）筛，称取5 g(精确到0.01 g)样品，待用。

### 7.3 水分的测定

按照HJ 613测定土壤干物质含量，按照GB 17378.5测定沉积物含水率。

## 7.4 试样的制备

### 7.4.1 提取

将样品（7.2）全部转移到离心管（6.11）中，加入10 ml乙腈（5.1），漩涡振荡混匀器（6.9）混合1 min后，用提取装置（6.8）以200 r/min常温振荡20 min，离心机（6.10）以3000 r/min的转速离心10 min，取全部上清液净化。

注：干净样品可不净化。可直接移取1.0 ml离心后的上清液至进样瓶（6.14）中，用微量注射器（6.13）移取10 μl内标使用液（5.10），混匀，待测。

### 7.4.2 净化

依次用5 ml二氯甲烷（5.3）、5 ml乙腈（5.1）活化净化柱（5.11），弃去流出液，用真空泵抽气干燥小柱或用氮气（5.15）吹干小柱5 min。将全部待净化液通过净化柱（5.11），收集流出液。移取1.0 ml至进样瓶（6.14）中，用微量注射器（6.13）移取10 .0 μl内标使用液（5.10），混匀，待测。

## 7.5 空白试样的制备

以石英砂（5.13）代替样品，按照与试样的制备（7.4）相同的步骤，制备空白试样。

8 分析步骤

## 8.1 仪器参考条件

#### 8.1.1 液相色谱参考条件

流动相A：甲酸溶液（5.6）；流动相B：乙腈（5.1）；梯度洗脱程序见表1。流速：0.4 ml/min；柱温：40 ℃；进样体积：5 µl。

表1 流动相梯度洗脱程序

| 时间（min） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| --- | --- | --- |
| 0 | 60 | 40 |
| 1 | 60 | 40 |
| 3 | 0 | 100 |
| 5 | 0 | 100 |
| 5.1 | 60 | 40 |
| 8 | 60 | 40 |

### 8.1.2 质谱参考条件

离子源：电喷雾离子源（ESI），正离子模式；监测方式：多反应监测（MRM）；离子化电压：5500 V；离子源温度：300 ℃；雾化气压力：50 psi；辅助加热气压力：50 psi；气帘气压力：40 psi；目标化合物多反应监测条件见表2。

表2 目标化合物多反应离子监测条件

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 化合物 | 英文  简称 | CAS No. | 母离子  （*m*/*z*） | 子离子  （*m*/*z*） | 锥孔电压  （V） | 碰撞电压（V） | 驻留时间（s） |
| 邻苯二甲酸  二异壬酯 | DINP | 28553-12-0 | 419.3 | 275.3\* | 40 | 16 | 0.1 |
| 68515-48-0 | 149 | 13 | 0.1 |
| 邻苯二甲酸  二异癸酯 | DIDP | 26761-40-0 | 447.3 | 141.4\* | 50 | 16 | 0.1 |
| 68515-49-1 | 289.3 | 14 | 0.1 |
| 邻苯二甲酸  二异壬酯-*d*4 | DINP-*d*4 | / | 423.3 | 153.1\* | 40 | 25 | 0.1 |
| 127.3 | 16 | 0.1 |
| 注：\*为定量离子。DINP和DIDP可各选一种CAS No.。 | | | | | | | |

### 8.1.3 仪器调谐

按照仪器使用说明书调谐仪器并确认仪器性能，仪器性能正常后测定样品。

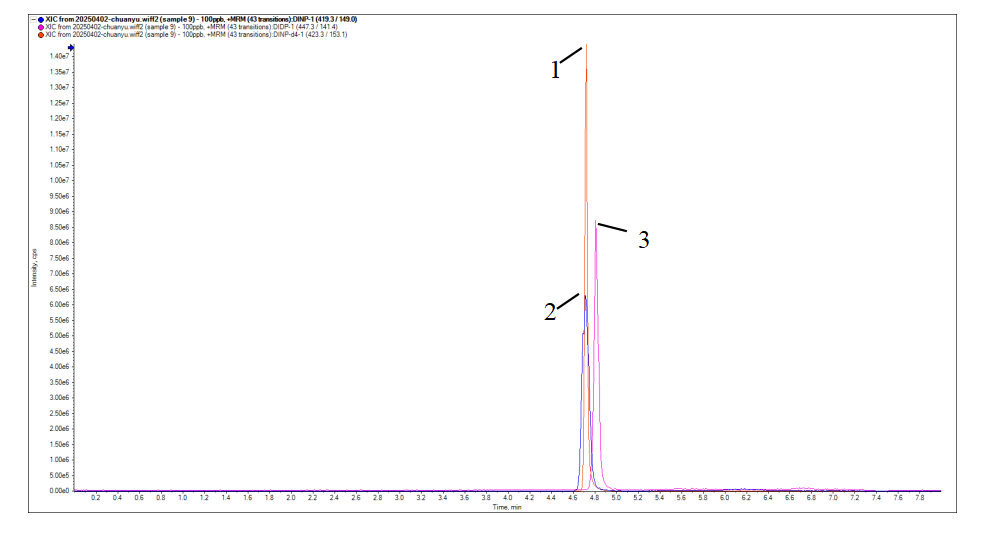
## 8.2 校准

### 8.2.1 标准系列的配制

取适量目标化合物标准使用液（5.8）和内标使用液（5.10），用乙腈（5.1）配制至少5个浓度点的标准系列，质量浓度分别为2.0 µg/L、5.0 µg/L、10.0 µg/L、50.0 µg/L、100 µg/L和200 µg/L（此为参考浓度），1 ml标准系列加入10 μl内标使用液，混匀，待测。

### 8.2.2 标准系列的测定

按照仪器参考条件（8.1），由低浓度到高浓度依次对进样分析，目标化合物及内标物总离子流色谱图见图1。



1——DINP-*d*4（内标1）；2——DINP；3——DIDP。

图1 目标化合物和内标物的总离子流色谱图（ρ=50.0 μg/L）

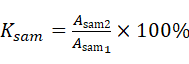
8.2.3 用最小二乘法绘制标准曲线

以标准系列溶液中目标化合物物的质量浓度为横坐标，以其对应峰面积与内标物峰面积的比值和内标物浓度的乘积为纵坐标，建立标准曲线。

8.2.4 平均相对响应因子计算

标准系列中第*j*点目标化合物*i*的相对响应因子（），按照公式（1）计算。

 （1）

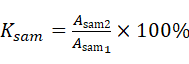


式中：

|  |  |
| --- | --- |
|  | ——标准系列中第*j*点目标化合物*i*的相对响应因子； |
|  | ——标准系列中第*j*点目标化合物*i*定量离子的峰面积； |
|  | ——标准系列中第*j*点目标化合物*i*相对应的内标物定量离子的峰面积； |
|  | ——标准系列中第*j*点目标化合物*i对应*内标物的质量浓度，µg/L； |
|  | ——标准系列中第*j*点目标化合物*i*的质量浓度，µg/L。 |

标准系列中目标化合物*i*的平均相对响应因子（），按照公式（2）计算。

 （2）



式中：

|  |  |
| --- | --- |
|  | ——标准系列中目标化合物*i*的平均相对响应因子； |
|  | ——标准系列中第*j*点目标化合物*i*的相对响应因子； |
|  | ——标准系列点数。 |

## 8.3 试样测定

按照与标准系列测定（8.2.2）相同的仪器条件测定试样（7.2）。

## 8.4 空白试验

按照与试样测定（8.3）相同的仪器条件测定空白试样（7.5）。

9 结果计算与表示

## 9.1 定性分析

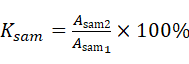
根据保留时间与离子对丰度比例定性分析。在相同的实验条件下，试样中目标化合物的保留时间与标准溶液中该目标化合物的保留时间比较，相差±0.2 min以内；样品中各目标化合物定性离子的相对丰度（）与浓度接近的标准溶液中对应的定性离子相对丰度（）进行比较，所得偏差在表3规定的最大允许偏差范围内，则可判定样品中存在该目标化合物。和分别按照公式（3）和公式（4）计算。

 （3）

式中：

|  |  |
| --- | --- |
|  | ——试样中目标化合物*i*定性离子的相对丰度，%； |
|  | ——试样中目标化合物*i*定性离子的响应值； |
|  | ——试样中目标化合物*i*定量离子的响应值。 |

 （4）



式中：

|  |  |
| --- | --- |
|  | ——标准溶液中目标化合物*i*定性离子的相对丰度，%； |
|  | ——标准溶液中目标化合物*i*定性离子的响应值； |
|  | ——标准溶液中目标化合物*i*定量离子的响应值。 |

表3 相对离子丰度的最大允许偏差

|  |  |
| --- | --- |
| （%） | 最大允许偏差（%） |
| ＞50 | ±20 |
| 20＜≤50 | ±25 |
| 10＜≤20 | ±30 |
| ≤10 | ±50 |

9.2 定量分析

9.2.1 平均相对响应因子法

土壤样品中目标化合物i的质量浓度按照公式（5）计算：

 （5）



式中：

|  |  |
| --- | --- |
|  | ——样品中目标化合物*i*的质量浓度，μg/kg； |
|  | ——样品中目标化合物*i*定量离子的峰面积； |
|  | ——内标物的质量浓度，µg/L； |
|  | ——试样提取液的体积，ml； |
|  | ——试样称样量，g； |
|  | ——试样干物质含量，%； |
|  | ——内标物定量离子的峰面积； |
|  | ——目标化合物*i*的平均相对响应因子； |
|  | ——稀释倍数。 |

沉积物样品中目标化合物i的质量浓度按照公式（6）计算：

 （6）



式中：

|  |  |
| --- | --- |
|  | ——样品中目标化合物*i*的质量浓度，μg/kg； |
|  | ——样品中目标化合物*i*定量离子的峰面积； |
|  | ——内标物的质量浓度，µg/L； |
|  | ——试样提取液的体积，ml； |
|  | ——试样称样量，g； |
|  | ——试样含水率，%； |
|  | ——内标物定量离子的峰面积； |
|  | ——目标化合物*i*的平均相对响应因子； |
|  | ——稀释倍数。 |

9.2.2 最小二乘法

土壤样品中目标化合物i的质量浓度按照公式（7）计算：

 （7）



式中：

|  |  |
| --- | --- |
|  | ——试样中的目标化合物含量，μg/kg； |
|  | ——试样提取液的体积，ml； |
|  | ——试样中目标化合物的质量浓度，μg/L； |
|  | ——试样称样量，g； |
|  | ——试样干物质含量，%； |
|  | ——稀释倍数。 |

沉积物样品中目标化合物i的质量浓度按照公式（8）进行计算：

 （8）



式中：

|  |  |
| --- | --- |
|  | ——试样中的目标化合物含量，μg/kg； |
|  | ——试样提取液的体积，ml； |
|  | ——试样中目标化合物的质量浓度，μg/L； |
|  | ——试样称样量，g； |
|  | ——试样含水率，%； |
|  | ——稀释倍数。 |

## 9.3 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致，最多保留3位有效数字。

10 准确度

## 10.1 精密度

六家实验室分别对加标浓度为20 µg/kg、100 µg/kg和360 µg/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2.2%~13%、4.6%~12%和2.0%~4.5%；实验室间相对标准偏差分别为2.2%～13%、4.6%～12%和1.8%～4.5%；重复性限分别为3.5 µg/kg～5.1 µg/kg、均为20 µg/kg和26 µg/kg～32 µg/kg；再现性限分别为9.2 µg/kg～25 µg/kg、26 µg/kg～98 µg/kg和87 µg/kg～396 µg/kg。

六家实验室分别对加标浓度为20 µg/kg、100 µg/kg和360 µg/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3.2%~18%、5.7%~16%和1.8%~19%；实验室间相对标准偏差分别为3.2%～18%、5.7%～16%和1.3%～5.0%；重复性限分别为4.5 µg/kg～5.7 µg/kg、27 µg/kg～28 µg/kg和26 µg/kg～35 µg/kg；再现性限分别为5.9 µg/kg～9.1 µg/kg、均为31µg/kg和63 µg/kg～67 µg/kg。

六家实验室分别对加标浓度为20 µg/kg、100 µg/kg和360 µg/kg的沉积物样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为0.8%~19%、5.3%~15%和2.2%~7.7%；实验室间相对标准偏差分别为0.8%～19%、5.3%～15%和2.2%～7.7%；重复性限分别为4.9 µg/kg～7.6 µg/kg、23 µg/kg～24 µg/kg和36 µg/kg～48 µg/kg；再现性限分别为5.6 µg/kg～7.8 µg/kg、29 µg/kg～33 µg/kg和56 µg/kg～62 µg/kg。

精密度数据详见附录B.1。

## 10.2 正确度

六家实验室分别对加标浓度为20 µg/kg、100 µg/kg和360 µg/kg的空白样品进行了6次重复测定：实验室内加标回收率范围分别为87.7%~129%、70.0%~90.2%和74.4%~103%，实验室间加标回收率范围分别为87.7%～129%、70%～90.2%和74.4%～103%，加标回收率最终值分别为104%±16.1%～103%±28.6%、82.4%±11.8%～78.6%±13.2%和92.5%±12.4%～89.2%±16.3%。

六家实验室分别对加标浓度为20 µg/kg、100 µg/kg和360 µg/kg的土壤样品进行了6次重复测定：实验室内加标回收率范围分别为81.0%~112%、70.1%~95.9%和77.4%~102%，实验室间加标回收率范围分别为81%～112%、70.1%～95.9%和77.4%～102%，加标回收率最终值分别为100%±22.9%～97.1%±18.9%、84.6%±15.9%～80.6%±15.8%和61.1%±17.7%～89.2%±12.5%。

六家实验室分别对加标浓度为20 µg/kg、100 µg/kg和360 µg/kg的沉积物样品进行了6次重复测定：实验室内加标回收率范围分别为78.5%~116%、71.7%~98.4%和81.1%~98.5%，实验室间加标回收率范围分别为78.5%～116%、71.7%～98.4%和81.1%～98.5%，加标回收率最终值分别为102%±31.9%～98.9%±14.4%、83.4%±21.4%～81.4%±14.7%和90.7%±10.4%～88.4%±9.4%。

正确度数据详见附录B.2。

11 质量保证和质量控制

## 11.1 空白试验

每20个样品或每批次（≤20个样品/批）至少测定1个全程序空白和实验室空白，实验室空白测定结果应低于方法检出限，全程序空白测定结果应低于方法测定下限。

## 11.2 校准

相对响应因子的相对标准偏差应≤25%或标准曲线的相关系数*r*≥0.990，否则应查找原因，重新建立标准系列。

选择标准系列的中间浓度点进行连续校准，每分析20个样品或每批（≤20个样品/批）进行1次连续校准，测定结果相对误差应在±25%以内。否则应查找原因，重新建立标准系列。

## 11.3 平行样

每20个样品或每批次（≤20个样品/批）应至少测定1个平行样，平行样的相对偏差应在±30%以内。

## 11.4 基体加标

每20个样品或每批次（≤20个样品/批）应至少测定1个基体加标样，基体加标回收率范围应在60%～140%之间。

12 注意事项

12.1 邻苯二甲酸酯类化合物在测定过程中存在本底干扰，故样品采集和保存及样品分析过程中均应注意全程避免接触或使用塑料制品。

12.2 液相色谱应安装捕集柱（附录A），以避免液相色谱系统中目标化合物的干扰。

12.3 进样针洗针液中应加入20%以上的异丙醇（5.4），以消除高浓度样品进样后的残留。

12.4 采样瓶采用重铬酸钾洗液浸润3~5次后分别用自来水、蒸馏水冲洗，待玻璃瓶干燥后，用玻璃塞或铝箔（5.14）密封，采样前用乙腈（5.1）润洗3~5次，清洗晾干后立即使用。实验过程中所用实验材料和玻璃器皿，在使用前均用乙腈(5.1)清洗3~5次，清洗晾干后立即使用。

## 12.5 标准贮备液或内标贮备液溶剂为不易与乙腈(5.1)互溶的溶剂如正己烷时，可用丙酮（5.2）稀释。

12.6 建议尽量选择较厚的玻璃离心管，离心速率可小于3000 r/min，满足两相分离即可。

# 附 录 A （资料性附录） 液相系统干扰消除

仪器分析过程中，可在液相系统溶剂混合器和进样阀之间串联一支与分析柱固定相相同的色谱柱为捕集柱，样品中的目标化合物直接进入分析色谱柱，而液相系统中存在的目标化合物先由捕集柱捕集后再随着流动相进入分析色谱柱，因此来自液相系统的目标化合物出峰时间较样品中目标化合物出峰时间晚，可以实现系统背景干扰与样品中目标化合物的分离。捕集柱安装位置示意见图B.1。



10

液体流动方向

11

7

8

9

1——废液出口；2——定量环出口；3——流动相入口；4——流动相出口；5——定量环入口；6——样品入口；7——定量环；8——色谱柱；9——捕集柱；10——溶剂混合器；11——六通阀。

图A.1 捕集柱安装示意图

# 附 录 B

# （资料性附录）

# 方法的准确度

表B.1～表B.2给出了方法的精密度和正确度。

表B.1 方法的精密度汇总表

| 序号 | 目标  化合物 | 样品名称 | 样品测定值（μg/kg） | 加标浓度  （μg/kg） | 实验室内相对  标准偏差（%） | 实验室间相对标准偏差（%） | 重复性限（μg/kg） | 再现性限（μg/kg） |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | DINP | 空白 | ND | 20 | 4.5~7.9 | 4.5~7.9 | 3.5 | 25 |
| ND | 100 | 4.6~12 | 4.6~12 | 20 | 98 |
| ND | 360 | 2.0~4.4 | 2.0~4.4 | 26 | 396 |
| 土壤 | ND | 20 | 3.8~18 | 3.7~18 | 5.7 | 5.9 |
| ND | 100 | 5.7~16 | 5.7~16 | 28 | 31 |
| ND | 360 | 4.5~7.9 | 1.4~5.7 | 35 | 67 |
| 沉积物 | ND | 20 | 0.8~19 | 0.8~19 | 7.6 | 7.8 |
| ND | 100 | 5.9~15 | 5.9~15 | 23 | 33 |
| ND | 360 | 2.2~4.9 | 2.2~4.9 | 36 | 56 |
| 2 | DIDP | 空白 | ND | 20 | 2.2~13 | 2.2~13 | 5.1 | 9.2 |
| ND | 100 | 5.2~12 | 5.2~12 | 20 | 26 |
| ND | 360 | 1.8~4.5 | 1.8~4.5 | 32 | 87 |
| 土壤 | ND | 20 | 3.2~10 | 3.5~10 | 4.5 | 9.1 |
| ND | 100 | 8.3~16 | 8.3~16 | 27 | 31 |
| ND | 360 | 1.8~19 | 1.3~4.9 | 26 | 63 |
| 沉积物 | ND | 20 | 1.9~13 | 1.9~13 | 4.9 | 5.6 |
| ND | 100 | 5.3~14 | 5.3~14 | 24 | 29 |
| ND | 360 | 2.9~7.7 | 2.9~7.7 | 48 | 62 |
| 注：ND为未检出。 | | | | | | | | |

表B.2 方法的正确度汇总表

| 序号 | 目标  化合物 | 样品名称 | 原样测定值（μg/kg） | 加标浓度  （μg/kg） | 加标回收率范围（%） | 加标回收率最终值  （%） |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | DINP | 空白 | ND | 20 | 97.0~114 | 104±16.1 |
| ND | 100 | 75.0~90.2 | 82.4±118 |
| ND | 360 | 84.4~103 | 93.4±13.6 |
| 土壤 | ND | 20 | 81.0~112 | 100±22.9 |
| ND | 100 | 73.5~95.9 | 84.6±15.9 |
| ND | 360 | 83.7~102 | 92.5±12.4 |
| 沉积物 | ND | 20 | 78.5~116 | 102±31.9 |
| ND | 100 | 71.7~98.4 | 83.4±21.4 |
| ND | 360 | 83.4~98.5 | 90.7±10.4 |
| 2 | DIDP | 空白 | ND | 20 | 87.7~129 | 103±28.6 |
| ND | 100 | 70.0~88.2 | 78.6±13.2 |
| ND | 360 | 74.4~95.0 | 89.2±16.3 |
| 土壤 | ND | 20 | 86.0~110 | 97.1±18.9 |
| ND | 100 | 70.1~93.2 | 80.6±15.8 |
| ND | 360 | 77.4~96.1 | 89.2±12.5 |
| 沉积物 | ND | 20 | 88.0~109 | 98.9±14.4 |
| ND | 100 | 71.8~93.1 | 81.4±14.7 |
| ND | 360 | 81.1~94.4 | 88.4±9.4 |
| 注：ND为未检出。 | | | | | | |