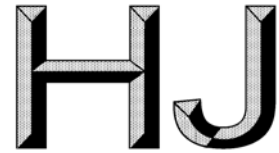


附件 4



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□-201□

土壤和沉积物 多氯联苯单体的测定 气相色谱-质谱法

Soil and sediment-Determination of polychlorinated
biphenyls-Gas chromatography/mass spectrometry

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

前 言	ii
1 适用范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法原理	2
5 试剂和材料	2
6 仪器和设备	3
7 样品	4
8 分析步骤	6
9 结果计算	7
10 精密度和准确度	8
11 质量保证和控制	9
12 废弃物的处理	10
13 注意事项	10
附录 A（资料性附录） 方法的检出限和测定下限	11
附录 B（资料性附录） 方法的精密度和准确度	12

前 言

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

本标准规定了测定土壤和沉积物中多氯联苯单体的气相色谱/质谱法。

本标准首次发布。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：江苏省环境监测中心。

本标准验证单位：泰州市环境监测中心站、河南省环境监测中心、南京市环境监测中心站、大连市环境监测中心、环境保护部南京环境保护科学研究所和南京市出入境检验检疫局电子电器产品实验室。

本标准环境保护部 201□年□□月□□日批准。

本标准自 201□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

土壤和沉积物 多氯联苯单体的测定 气相色谱/质谱法

警告：部分多氯联苯单体属于强致癌物，操作时应按要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣服。标准溶液的配制应在通风橱内进行；检测后的残渣残液应作妥善的安全处理。

1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中多氯联苯单体的气相色谱/质谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中 7 种指示性多氯联苯单体和 12 种共平面多氯联苯单体的测定。若通过验证本标准也可适用于其它多氯联苯单体的测定。

当取样量为 10g 时，多氯联苯的方法检出限为 0.4~0.7 μg/kg，测定下限为 1.6~2.8 μg/kg，详见表 A。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分 样品采集储存与运输

GB 17378.5 海洋监测规范 第 5 部分 沉积物分析

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××× 土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法

HJ××× 土壤和沉积物 有机物的提取 超声波提取法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准

3.1

指示性多氯联苯单体 indicator PCBs

指作为多氯联苯（PCBs）污染状况进行替代监测的多氯联苯单体。

表 1 7 种指示性多氯联苯单体

序号	化合物名称	化合物英文名称	简称
1	2,4,4'-三氯联苯	2,4,4'-trichlorobiphenyl	PCB 28
2	2,2',5,5'-四氯联苯	2,2',5,5'-tetrachlorobiphenyl	PCB 52
3	2,2',4,5,5'-五氯联苯	2,2',4,5,5'-pentachlorobiphenyl	PCB 101
4	2,3',4,4',5-五氯联苯	2,3',4,4',5-pentachlorobiphenyl	PCB 118
5	2,2',3,4,4',5'-六氯联苯	2,2',3,4,4',5'-hexachlorobiphenyl	PCB 138
6	2,2',4,4',5,5'-六氯联苯	2,2',4,4',5,5'-hexachlorobiphenyl	PCB 153
7	2,2',3,4,4',5,5'-七氯联苯	2,2',3,4,4',5,5'-heptachlorobiphenyl	PCB 180

3.2

共平面多氯联苯单体 coplanar PCBs

指多氯联苯（PCBs）中非邻位或单邻位取代的多氯联苯，与二恶英有类似的毒性。

表 2 12 种共平面多氯联苯单体

序号	化合物名称	化合物英文名称	简称
1	3,3',4,4'-四氯联苯	3,3',4,4'-tetrachlorobiphenyl	PCB 77
2	3,4,4',5-四氯联苯	3,4,4',5-tetrachlorobiphenyl	PCB 81
3	2,3,3',4,4'-五氯联苯	2,3,3',4,4'-pentachlorobiphenyl	PCB 105
4	2,3,4,4',5-五氯联苯	2,3,4,4',5-pentachlorobiphenyl	PCB 114
5	2,3',4,4',5-五氯联苯	2,3',4,4',5-pentachlorobiphenyl	PCB 118
6	2',3,4,4',5-五氯联苯	2',3,4,4',5-pentachlorobiphenyl	PCB 123
7	3,3',4,4',5-五氯联苯	3,3',4,4',5-pentachlorobiphenyl	PCB 126
8	2,3,3',4,4',5-六氯联苯	2,3,3',4,4',5-hexachlorobiphenyl	PCB 156
9	2,3,3',4,4',5'-六氯联苯	2,3,3',4,4',5'-hexachlorobiphenyl	PCB 157
10	2,3',4,4',5,5'-六氯联苯	2,3',4,4',5,5'-hexachlorobiphenyl	PCB 167
11	3,3',4,4',5,5'-六氯联苯	3,3',4,4',5,5'-hexachlorobiphenyl	PCB 169
12	2,3,3',4,4',5,5'-七氯联苯	2,3,3',4,4',5,5'-heptachlorobiphenyl	PCB 189

3.3

内标 internal standards

指样品中不含有，但其物理化学性质与要测定的分析物相似的物质。加入每份样品以及每份标准溶液中，用于分析物的定量。

3.4

替代物 surrogate standards

指样品中不含有，但其物理化学性质与要测定的分析物相似的物质。用于评价整个分析系统的可靠性。

3.5

基体加标 matrix spike

指在样品中添加已知量的待测分析物。用来评价分析物在样品中的基体效应影响。

4 方法原理

土壤或沉积物中的多氯联苯（PCBs）采用适合的萃取方法（微波萃取、超声波萃取等）提取，根据样品基体干扰情况选择适当的净化方法（浓硫酸磺化、铜粉脱硫、弗罗里硅土柱、氧化铝等固相净化小柱）去除干扰物，浓缩定容后用气相色谱/质谱法（GC/MS）检测。色谱峰保留时间和质谱峰特征离子定性，内标法定量。

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色谱纯试剂和蒸馏水。

5.1 二氯甲烷(CH₂Cl₂)。

5.2 甲苯 (C₆H₁₂)。

5.3 正己烷(C₆H₁₄)。

5.4 丙酮(CH₃COCH₃)。

5.5 无水硫酸钠(Na₂SO₄): 优级纯。

450℃烘烤 4 小时后冷却，置于干燥器内备用。

5.6 铜粉 (Cu): 99.5%。

铜粉使用前用稀硝酸 (5.15) 活化，去除表面的氧化物。用蒸馏水洗去残留的酸，再用丙

酮清洗，并在氮气流下干燥铜粉，使铜粉具光亮的表面。每次临用前处理。

5.7 浓硫酸 (H_2SO_4): $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.84\text{g/ml}$ 。

5.8 浓硝酸 (HNO_3): $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42\text{g/ml}$ 。

5.9 正己烷-丙酮混合溶剂: 1+1 (V/V)。

用二氯甲烷 (5.1) 和正己烷 (5.3) 按 1:1 的体积比混合。

5.10 正己烷-丙酮混合溶剂: 9+1 (V/V)。

用正己烷 (5.3) 和丙酮 (5.4) 按 1:1 的体积比混合。

5.11 硫酸钠溶液: $\rho = 20\text{g/L}$ 。

称取 2.0g 硫酸钠 (5.5) 溶于水中，定容至 100ml。

5.12 稀硝酸: 1+9 (V/V)。

量取 5ml 浓硝酸 (5.8)，缓慢加入到 45ml 水中。

5.13 多氯联苯单体标准贮备液: $\rho = 10 \sim 100\text{mg/L}$ 。

可直接购买有证标准溶液 (多氯联苯单体混合标准溶液或单个组分多氯联苯标准溶液)，也可用标准物质制备。标准溶液在 4°C 下避光冷藏，可保存半年。

5.14 多氯联苯单体标准使用液: $\rho = 1.0\text{mg/L}$ (参考浓度)。

用正己烷 (5.3) 稀释多氯联苯单体标准贮备液 (5.13)。

5.15 内标贮备液: $\rho = 1000 \sim 5000\text{mg/L}$ 。

可选择十氯联苯、2,2',4,4',5,5'-六溴联苯或邻硝基溴苯作为内标。可选择直接购买有证标准溶液。

5.16 内标使用液: $\rho = 10\text{mg/L}$ (参考浓度)。

用正己烷 (5.3) 稀释内标贮备液 (5.15)。

5.17 替代物贮备液: $\rho = 1000 \sim 5000\text{mg/L}$ 。

可选择十氯联苯、2,2',4,4',5,5'-六溴联苯或四氯间二甲苯作为内标。可选择直接购买有证标准溶液。

5.18 替代物使用液: $\rho = 5.0\text{mg/L}$ (参考浓度)。

用丙酮稀释替代物贮备液。

5.19 弗罗里硅土柱: 1g, 6ml。

5.20 硅胶柱: 1g, 6ml。

5.21 石墨碳柱: 1g, 6ml。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪: 具有毛细管分流/不分流进样口，柱温箱可程序升温。

6.2 质谱仪: 具有 70eV 的电子轰击 (EI) 电离源，具 NIST 质谱图库、手动/自动调谐、数据采集、定量分析及谱库检索等功能。

6.3 色谱柱: DB-5MS (30m×0.25mm×0.25 μm) 或等效质谱分析专用色谱柱。

6.4 提取装置: 微波萃取装置、索氏提取装置、超声提取装置或具有相当功能的设备，需定期进行空白试验，所有接口处严禁使用油脂润滑剂。

6.5 浓缩仪: 氮气浓缩仪、旋转蒸发仪、K-D 浓缩仪或具有相当功能的设备。

6.6 采样瓶：磨口棕色玻璃瓶。

6.7 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品的采集与保存

参照 HJ/T166 的相关要求采集土壤样品，参照 GB17378.3 的相关要求采集沉积物样品。保存在事先清洗洁净的磨口棕色玻璃瓶中。运输过程中应密封避光，尽快运回实验室分析。如暂不能分析应在 4℃ 以下冷藏保存，保存时间为 14d，样品提取溶液 4℃ 以下避光冷藏保存时间为 40d。

7.2 试样的制备

除去枝棒、叶片、石子等异物。

7.3 水分的测定

土壤样品含水率的测定按照 HJ 613 执行，沉积物样品含水率的测定按照 GB17378.5 执行。

7.4 样品的预处理

7.4.1 萃取

本方法推荐采用微波萃取法和超声萃取法，也可采用索氏提取、自动索氏提取、加压流体萃取等方法进行提取，具体操作步骤参见 HJ××× 或 HJ××× 等。

微波萃取法（参考条件）：用萃取罐直接称取制备好的样品约 10.0g（可根据实际土壤样品中待测组分的实际浓度适当增加或减少取样量），加入 30mL 正己烷-丙酮混合溶剂(1+1)(5.9)。萃取温度为 110℃，微波萃取时间 10min。

超声波萃取（参考条件）：称取 5.0-15.0 g 样品（可根据实际土壤样品中待测组分的实际浓度适当增加或减少取样量），加入等量无水硫酸钠并混合研磨脱水。置于玻璃烧杯中，加入 30ml 正己烷-丙酮混合溶剂(1+1)(5.9)，用探头式超声波萃取仪，室温下连续超声萃取 5min，倾出萃取溶液。上述萃取过程重复三次，合并萃取溶液。

7.4.2 过滤和脱水

如萃取液未能完全和固体样品分离、或存在明显水分，需要进行过滤和脱水。萃取完成后，待萃取液降至室温，在玻璃漏斗上垫上一层玻璃棉或玻璃纤维滤膜，铺加约 5g 无水硫酸钠（5.5），将萃取液经上述漏斗直接过滤到浓缩器皿中，每次用约 5ml 正己烷-丙酮混合溶剂（1+1）（5.9）充分洗涤萃取容器，将洗涤液也倒入漏斗中，重复 3 次。最后再用少许混合溶剂冲洗无水硫酸钠。

7.4.3 预浓缩

如萃取液体积较大，可在净化前根据净化方法的需要进行预浓缩，将萃取液体积浓缩至 10-50ml。本方法推荐采用氮吹浓缩，也可采用旋转蒸发浓缩、K-D 浓缩等其它浓缩方法。

氮吹浓度（参考条件）：浓缩仪设置温度 30℃，小流量氮气将提取液浓缩到 10-50ml。

7.4.4 净化

根据土壤和沉积物样品的实际情况，选择适合的净化方式，对提取液进行净化。

7.4.4.1 浓硫酸净化

如样品干扰严重，提取液颜色较深，可首先采用浓硫酸进行净化。将提取溶液置于分

液漏斗中，加入约十分之一提取液体积的浓硫酸（5.7），手动振摇 1min，静置分层，弃去硫酸层。按上述步骤重复数次，至正己烷提取液和浓硫酸两相界面清晰并均呈无色透明为止。

在净化后的正己烷提取液中加入相当于其一半体积的硫酸钠溶液（5.11），振摇后，静置分层，弃去水相。可重复上述步骤 2~4 次直至水相呈中性。再按（7.4.2）同样步骤对正己烷提取液进行脱水。

注 1：在浓硫酸净化过程中，须防止发热爆炸，加浓硫酸后先慢慢振摇，不断放气，再稍剧烈振摇。

7.4.4.2 脱硫

样品存在硫干扰须脱硫。若提取液预浓缩时产生硫结晶，可以采用离心使晶体沉降在玻璃容器底部，再用滴管小心转移出溶液。注意此过程中萃取液的完全转移。

在提取浓缩液中加大约 2g 活化后的铜粉（5.6），振荡混合至少 1~2min，将溶液吸出使其与铜粉分离，转移至干净的玻璃容器内，待进一步净化或浓缩。

7.4.4.3 氟罗里柱净化

a) 氟罗里柱洗涤活化

用约 8ml 正己烷洗涤活化氟罗里柱。慢慢打开装置阀让正己烷浸润净化柱，并流出数滴溶剂以除去气泡，再关闭阀门让溶剂浸润净化小柱吸附剂约 5min。

慢慢打开装置阀门让正己烷流出小柱，当溶剂在小柱表面上至少还有 1~2mm 时关闭阀门，保持小柱吸附剂表面浸润。如小柱吸附剂表面变干，则需重新活化小柱。

b) 浓缩和溶剂替换

氮吹浓缩仪设置温度 30℃，小流量氮气将提取液浓缩到 1.5-2.0ml，用约 5ml 正己烷洗涤浓缩器管壁，再用小流量氮气浓缩至 1.5~2.0ml。重复上述步骤三次，最后浓缩至 1.0 ml 以下。

注 2：也可参用 K-D 浓缩、旋转蒸发浓缩等方法浓缩。

c) 过柱

用吸管将上述提取浓缩液转移到小柱上，同时用少量正己烷洗涤浓缩管，将洗涤液同样加到氟罗里柱上，停留 1min。打开阀门，让溶液流出小柱并弃去，当溶剂在小柱表面上至少还有 1mm 时关闭阀门。加入约 2ml 正己烷/丙酮溶液（9+1）（5.10），停留 1min，打开阀门，用 10ml 小型浓缩管接收洗脱液，继续用正己烷/丙酮溶液（9+1）（5.10）洗涤小柱，至接收的洗脱液体积到 10ml 为止。

7.4.4.4 硅胶柱净化

a) 硅胶柱洗涤活化

用约 10ml 正己烷（5.3）洗涤活化硅胶柱。具体步骤参见 7.4.4.3（a）部分。

b) 浓缩和溶剂替换

将提取液浓缩并替换至正己烷溶剂体系，具体步骤参见 7.4.4.3（b）部分。

c) 过柱

用硅胶柱对溶剂替换后的浓缩液进行净化，具体步骤参见 7.4.4.3（c）部分。

7.4.4.5 石墨碳柱净化

a) 石墨碳柱洗涤活化

用约 10ml 正己烷洗涤活化石墨碳柱。具体步骤参见 7.4.4.3（a）部分。

b) 提取液浓缩、溶剂替换

将提取液浓缩并替换至正己烷溶剂体系，具体步骤参见 7.4.4.3（b）部分。

c) 过柱

分析 14 种多氯联苯单体 (PCB81、PCB77、PCB126 和 PCB169 除外) 时, 可采用正己烷/丙酮混合溶液 (5.9) 为洗脱溶液, 具体步骤参见 7.4.3.3 (c) 部分进行, 收集洗脱液体积至 12ml 以上。分析全部 18 种多氯联苯单体时, 则改用甲苯溶剂为洗脱溶液, 具体洗脱步骤参见 7.4.4.3 (c) 部分, 收集的洗脱体积至 12ml。

7.4.5 浓缩和定容

将净化后的洗脱液浓缩至并定容至 1.0ml。

7.4.6 加内标、转移

取一定量内标使用液加入浓缩定容后的试样中, 混匀后转移至 2ml 样品瓶中, 待分析。

8 分析步骤

8.1 标准曲线绘制

配置至少 5 个不同浓度的标准曲线, 标准曲线浓度范围应参考实际样品的浓度, 尽量使待测样品浓度落在标准曲线中段, 并应不超过气相色谱/质谱的定量范围。

分别取适量多氯联苯标准使用液 (5.3), 加入 5ml 容量瓶中, 用正己烷稀释配制 5~6 个不同浓度的系标准列溶液, 例如 10、20、50、100、200、500 $\mu\text{g/L}$, 定容后向每个浓度点标准溶液中加入 20~50 μl 相同体积的内标使用液, 如使溶液中内标物浓度为 200 $\mu\text{g/L}$ 。

8.2 气相色谱/质谱联用分析

8.2.1 气相色谱/质谱联用分析 (参考条件)

进样口温度: 270 $^{\circ}\text{C}$, 不分流进样 (0.75min 后打开分流, 分流流量 60ml/min)

柱流量: 1.0ml/min (恒流);

柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$ (0min) $\xrightarrow{20^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 280 $^{\circ}\text{C}$ (5min) (总分析时间 21.00 min)

四极杆: 150 $^{\circ}\text{C}$ 离子源: 230 $^{\circ}\text{C}$ 接口: 280 $^{\circ}\text{C}$

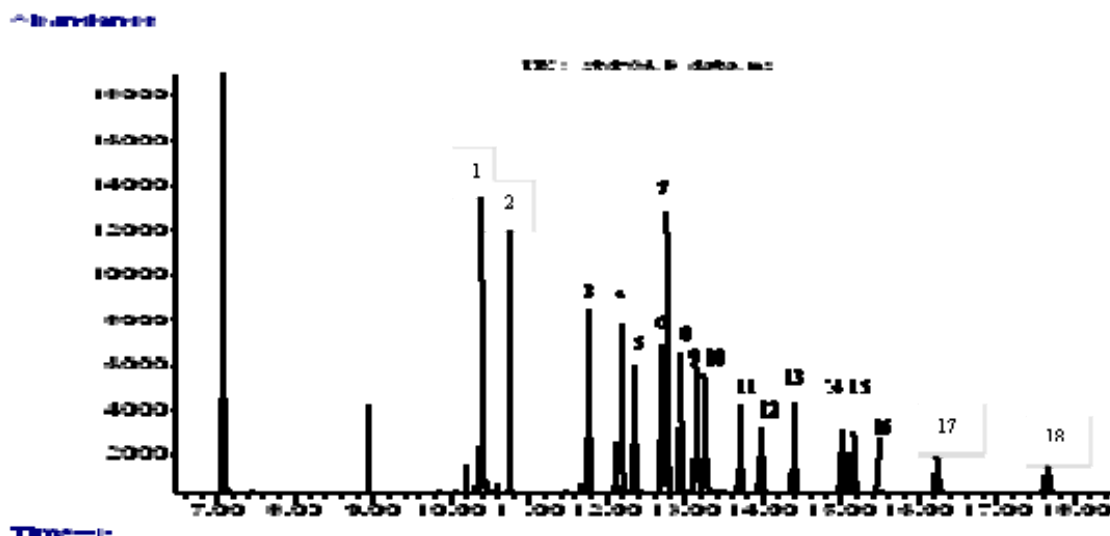
选择离子扫描 (SIM) 模式, 18 种 PCB 的主要选择离子见表 3。

进样量: 1 μl 。

表 3 18 种多氯联苯单体的保留时间及主要选择离子

序号	保留时间	化合物	选择离子(M/Z)
1	10.389	PCB 28(2,4,4'-三氯联苯)	256/258/186/188
2	10.735	PCB 52 (2,2',5,5'-四氯联苯)	292/290/222/220
3	11.767	PCB 101 (2,2',4,5,5'-五氯联苯)	326/328/254/256
4	12.192	PCB81 (3,4,4',5-四氯联苯)	292/290/220/222
5	12.351	PCB 77 (3,3',4,4'-四氯联苯)	292/290/220/222
6	12.685	PCB 123(2',3,4,4',5-五氯联苯)	326/328/254/256
7	12.748	PCB 118 (2,3',4,4',5-五氯联苯)	326/328/254/256
8	12.946	PCB 114(2,3,4,4',5-五氯联苯)	326/328/254/256
9	13.133	PCB 153 (2,2',4,4',5,5'-六氯联苯)	360/362/290/288
10	13.241	PCB 105(2, 3, 3', 4, 4'-五氯联苯)	326/328/254/256
11	13.706	PCB 138 (2,2',3,4,4',5'-六氯联苯)	360/362/290/288
12	13.955	PCB 126(3, 3', 4, 4', 5-五氯联苯)	326/328/254/256

8.2.2 气相色谱/质谱图



1- 2,4,4'-三氯联苯; 2- 2,2',5,5'-四氯联苯; 3- 2,2',4,5,5'-五氯联苯; 4- 3,4,4',5-四氯联苯; 5- 3,3',4,4'-四氯联苯; 6- 2', 3, 4, 4', 5-五氯联苯; 7- 2,3',4,4',5-五氯联苯; 8- 2,3,4,4',5-五氯联苯; 9- 2,2',4,4',5,5' 六氯联苯; 10- 2,3,3',4,4'-五氯联苯; 11-2,2',3,4,4',5'-六氯联苯; 12- 3,3',4,4',5-五氯联苯; 13- 2,3',4,4',5,5'-六氯联苯; 14- 2,3,3',4,4',5-六氯联苯; 15- 2,3,3',4,4',5'-六氯联苯; 16- 2,2',3,4,4',5,5' 七氯联苯; 17- 3,3',4,4',5,5'-六氯联苯; 18- 2,3,3',4,4',5,5'-七氯联苯

图1 100µg/L 的 18 种多氯联苯单体气相色谱/质谱图

8.3 测定

8.3.1 定性分析

目标化合物以保留时间（或相对保留时间）和与标准物质质谱图比较进行定性。

8.3.2 定量分析

本方法规定在能够保证准确性检出目标化合物时，用质谱图中特征离子中丰度较大的离子作为定量离子。通过定量离子的峰面积或峰高，采用内标法或外标法定量。当样品中目标物的定量离子有干扰时，可选择其他特征离子作为定量离子。

注2：特征离子指相对丰度最大的多个离子，如果标准品质谱图中没有三个这样的离子，则可选择相对丰度超过 30% 的其它离子。

9 结果计算与表示

9.1 计算结果

样品中的目标化合物含量 ω ($\mu\text{g}/\text{kg}$)，按照公式 (1) 进行计算。

$$\omega = \frac{A_x \times \rho_{IS} \times V_x}{A_{IS} \times RF \times m \times (1 - w)} \times 1000$$

式中： ω ——样品中的目标物含量， $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；

A_x ——测试试样中目标化合物定量离子的峰面积；

A_{is} ——测试试样中内标化合物定量离子的峰面积；

ρ_{is} ——测试液中内标化合物的质量浓度，mg/L；
RF——校准曲线的平均相对响应因子；
 V_x ——样品提取液的定容体积 ml；
 w ——样品含水率，%；
 m ——试样量，g。

$$RF = \frac{A_x}{A_{IS}} \times \frac{C_{IS}}{C_x}$$

式中： A_x ——目标化合物定量离子峰面积；
 A_{IS} ——内标化合物特征离子峰面积；
 ρ_{is} ——内标化合物的质量浓度，mg/L；
 ρ_x ——目标化合物的质量浓度，mg/L。

9.2 结果表示

测定结果小于 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时，结果保留小数点后一位；测定结果大于等于 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时，结果保留三位有效数字。

10 精密度和准确度

6家方法验证实验室对空白石英砂高中低三个浓度加标样品进行测试，精密度和准确度良好，数据参见附录B。同时进行单实验室内或6家实验室方法适用性检验实验，对4种能比较完全代表不同性质土壤的空白土壤样品（砂质土、砂质壤土、粘壤土和沙子）、国内5个不同流域的沉积物样品（长江沉积物、松花江沉积物、滇池沉积物、海河沉积物和太湖沉积物）不同浓度加标样品测试。

10.1 精密度

经6家实验室对2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、80.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 三个浓度空白石英砂加标样品精密度测试，实验室间相对偏差范围为：2.7%~10.7%；实验室间重复性限为：0.30 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~16.7 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；再现性限为：0.31 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~16.9 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

实验室内选取四种能比较完全代表不同性质土壤的土壤样品：砂质土、砂质壤土、粘壤土和沙子，分别对2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、80.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 土壤样品加标测试，实验室内相对偏差范围：砂土2.2%~14.5%，砂质4.6%~10.7%，粘壤土2.3%~13.6%之间，沙子2.2%~10.2%。

10.2 准确度

经6家实验室准确度方法验证对2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、80.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 三个浓度空白石英砂加标样品，相对误差最终值-24.5 \pm 2.6~0.3 \pm 3.2。

实验室内分别对四种能比较完全代表不同性质土壤样品：砂质土、砂质壤土、粘壤土和沙子，作2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、80.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 空白土壤样品加标测试，加标回收率范围为63.5% \pm 9.6~108% \pm 16.6。6家实验室对砂质壤土20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标样品测试，加标回收率范围67.9% \pm 6.5~90.9 \pm 4.8%。

实验室内选用国内5个不同流域的沉积物样品：长江沉积物、松花江沉积物、滇池沉积物、海河沉积物和太湖沉积物，对20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 浓度加标样品测试，加标回收率范围61.2%~122%。6

家实验室对太湖沉积物20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 浓度加标样品测试，回收率范围63.2% \pm 5.4~115.9% \pm 13.8。

11 质量控制和质量保证

11.1 保留时间

样品分析前，应建立保留时间窗 $t \pm 3s$ 。t 为初次校准是各浓度标准物质保留时间的平均值，s 为初次校准时各标准物质保留时间的标准偏差。当样品分析时，目标化合物保留时间应在保留时间窗内。如目标化合物保留时间未能满足在保留时间窗内，则应重新分析绘制目标化合物的校准曲线。

11.2 校准曲线

11.2.1 初始校准

在初次使用仪器，或在仪器维修、更换色谱柱或连续校准不合格时需要进行初始校准。即建立校准曲线。校准曲线的相关系数 ≥ 0.995 ，否则应重新绘制校准曲线。

11.2.2 连续校准

每批次样品测试须使用初始校准曲线时，应先用一定浓度的标准样品（推荐用初始校准曲线的中间浓度点或次高浓度点）按样品测定完全相同的仪器分析条件进行定量测定，如果测定结果与样品浓度相对偏差 $\leq 20\%$ ，则初始校准曲线可沿用；如果任何一个化合物的相对偏差 $> 20\%$ ，应查找原因并采取措施，如采取措施后仍不能使测定相对偏差达到要求，应重新绘制新的标准曲线。

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）进行一次连续校准分析，以检验初始标准曲线是否继续适用。

11.3 空白实验

实验室溶剂、试剂、玻璃器具和其他用于前处理的部件对目标化合物分析产生的干扰物，可以通过实验室空白进行检验。每批次样品（不超过20个样品）至少应做一个实验室空白，要求空白实验分析结果中，所有待测目标化合物浓度均应低于方法检出限。

当实验室空白中某个或者某些目标化合物组分测定浓度高于方法检出限时，应检查所有可能对实验室空白产生影响的环节，如所用试剂、溶剂、标准样品、玻璃器具和其他用于前处理的部件等，仔细查找干扰源，及时消除，至实验室空白检验分析合格后，才能继续进行样品分析。

11.4 平行样品的测定

每10个样品或每批次（少于10个样品/批）分析一个平行样，平行样品测定结果的相对偏差应在20%以内。

11.5 空白加标样品的测定

每10个样品或每批次（少于10个样品/批）分析一个空白加标，回收率应在60%~130%之间。

如空白加标样品测定的回收率不能满足质量控制要求，则应查明原因，直至回收率满足质控要求后，才能继续进行样品分析。

11.6 样品加标的测定

每批次样品至少分析一个加标样品，加标浓度为原样品浓度的1~5倍，加标样品在与原始

样品相同的测试条件下进行分析。土壤加标样品的回收率应在60%~130%之间，沉积物加标样品的回收率应在55%~135%。

如果加标样品的回收率超过允许标准，则应进行加标样品平行样的测定。如测定结果与前一次样品加标测定结果吻合，则表明因为存在样品的基体干扰，上述分析数据可正常使用。如样品加标平行的测定结果与前一次样品加标测定结果不吻合，则应重新进行样品加标分析，直至样品加标的回收满足实验室的质量控制要求，才能继续进行样品分析。

12 废弃物的处理

实验室应由专人负责危险废弃物的收集、处理和管理的工作，应按废弃物类别备有相应的收集容器，收集容器上应有明显标识。对已收集的废弃物应建立相应的防护设施和处理程序。

13 注意事项

13.1 多氯联苯属于持久性有机物，实验操作时分析人员应注意避免直接接触而对健康造成的伤害。

13.2 实验操作过程使用了一定量的有机溶剂具有较强的挥发性，应在通风橱内进行操作。

附录 A
(资料性附录)

方法的检出限和测定下限
表 A 方法检出限和测定下限

序号	化合物名称	组分简称	选择离子(M/Z)	检出限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	测定下限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
1	2,4,4'-三氯联苯	PCB 28	256/258/186/188	0.5	2.0
2	2,2',5,5'-四氯联苯	PCB 52	292/290/222/220	0.6	2.4
3	2,2',4,5,5'-五氯联苯	PCB 101	326/328/254/256	0.6	2.4
4	3,4,4',5-四氯联苯	PCB81	292/290/220/222	0.7	2.8
5	3,3',4,4'-四氯联苯	PCB 77	292/290/220/222	0.6	2.4
6	2',3,4,4',5-五氯联苯	PCB 123	326/328/254/256	0.5	2.0
7	2,3',4,4',5-五氯联苯	PCB 118	326/328/254/256	0.6	2.4
8	2,3,4,4',5-五氯联苯	PCB 114	326/328/254/256	0.6	2.4
9	2,2',4,4',5,5'-六氯联苯	PCB 153	360/362/290/288	0.6	2.4
10	2,3,3',4,4'-五氯联苯	PCB 105	326/328/254/256	0.5	2.0
11	2,2',3,4,4',5'-六氯联苯	PCB 138	360/362/290/288	0.5	2.0
12	3,3',4,4',5-五氯联苯	PCB 126	326/328/254/256	0.6	2.4
13	2,3',4,4',5,5'-六氯联苯	PCB 167	360/362/290/288	0.5	2.0
14	2,3,3',4,4',5'-六氯联苯	PCB 156	360/362/290/288	0.5	2.0
15	2,3,3',4,4',5'-六氯联苯	PCB 157	360/362/290/288	0.5	2.0
16	2,2',3,4,4',5,5'-七氯联苯	PCB 180	394/396/324/326	0.6	2.4
17	3,3',4,4',5,5'-六氯联苯	PCB 169	360/362/290/288	0.6	2.4
18	2,3,3',4,4',5,5'-七氯联苯	PCB 189	394/396/326/324	0.5	2.0

附录 B
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

表 B 中给出了方法的重复性限、再现性限和加标回收率等精密度和准确度指标。

表 B.1 方法的精密度和准确度汇总表

化合物名称	测定次数	含量 (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 r(μg/kg)	再现性限 R(μg/kg)	实验室间相对误差 $\overline{RE\%}$	实验室间相对误差的标 准偏差 S_{RE}	$\overline{RE\%} \pm 2S_{RE}$
PCB28	6	1.54	4.8-7.8	2.1	0.30	0.31	-23.2	1.6	-23.2±3.2
	6	15.8	5.0-10.1	2.5	3.25	3.32	-21.2	2.0	-21.2±4.0
	6	61.0	5.1-7.9	1.0	10.7	11.4	-23.8	0.8	-23.8±1.6
PCB52	6	1.82	5.1-9.5	3.7	0.38	0.39	-8.9	3.4	-8.9±6.8
	6	17.0	4.1-5.7	2.4	2.39	2.48	-14.8	2.1	-14.8±4.2
	6	63.5	4.5-6.5	2.3	9.67	9.73	-20.6	1.8	-20.6±3.6
PCB101	6	1.75	5.5-9.3	1.5	0.36	0.39	-12.3	1.3	-12.3±2.5
	6	16.7	4.2-7.8	2.6	2.79	2.82	-16.8	2.2	-16.8±4.3
	6	64.6	4.4-8.5	4.8	12.2	14.1	-17.5	1.0	-17.5±1.9
PCB81	6	1.86	6.4-10.1	3.2	0.47	0.48	-7.0	3.0	-7.0±6.0
	6	17.3	4.2-7.1	2.5	2.66	2.71	-13.5	2.1	-13.5±4.3
	6	66.7	5.0-8.4	1.6	13.5	14.3	-16.6	1.4	-16.6±2.8
PCB77	6	1.84	6.8-9.7	2.5	0.43	0.44	-7.8	2.3	-7.8±4.6
	6	17.1	4.1-6.1	2.3	2.36	2.43	-14.6	2.0	-14.6±4.0
	6	67.6	2.2-10.4	3.9	16.7	16.9	-15.5	3.3	-15.5±6.5
PCB123	6	1.95	5.7-9.4	3.9	0.41	0.43	-2.6	3.8	-2.6±7.6
	6	17.9	3.8-5.3	1.3	2.28	2.38	-10.4	1.2	-10.4±2.4
	6	68.0	2.0-3.9	5.5	5.81	11.7	-15.8	3.4	-15.8±6.8
PCB118	6	2.11	3.8-7.5	1.9	0.35	0.36	5.4	2.0	5.4±4.0
	6	18.1	3.4-5.3	1.4	2.06	2.11	-9.5	1.3	-9.5±2.5
	6	73.6	2.6-6.2	1.5	8.33	8.47	-8.0	1.4	-8.0±2.7
PCB114	6	2.01	6.3-8.1	2.5	0.40	0.41	0.4	2.6	0.4±5.1
	6	18.8	3.2-5.0	1.6	2.15	2.16	-5.9	1.5	-5.9±3.0
	6	72.3	2.6-6.3	2.2	8.48	8.92	-9.6	2.0	-9.6±4.0
PCB153	6	1.86	4.8-10.0	2.1	0.42	0.44	-6.8	2.0	-6.8±3.9
	6	18.5	3.1-5.5	1.9	2.24	2.27	-7.5	1.8	-7.5±3.6
	6	72.8	2.7-4.9	2.0	7.83	8.26	-9.0	1.9	-9.0±3.7
PCB105	6	2.13	3.3-6.9	2.6	0.34	0.35	6.3	2.8	6.3±5.6
	6	18.7	3.5-4.4	1.3	2.10	2.16	-6.7	1.2	-6.7±2.5
	6	74.9	2.6-5.1	2.7	8.14	9.33	-6.3	2.5	-6.3±5.0
PCB138	6	1.80	4.5-7.9	2.0	0.34	0.35	-10.0	1.8	-10.0±3.6
	6	18.7	2.9-4.8	1.0	2.21	2.32	-6.4	1.0	-6.4±1.9
	6	73.0	2.7-6.0	2.5	8.84	9.53	-8.8	2.3	-8.8±4.5

化合物名称	测定次数	含量 (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 r(µg/kg)	再现性限 R(µg/kg)	实验室间相对误差 $\overline{RE\%}$	实验室间相对误差的标准偏差 S_{RE}	$\overline{RE\%} \pm 2S_{RE}$
PCB126	6	1.86	4.6-9.5	1.9	0.37	0.39	-7.2	1.7	-7.2±3.5
	6	17.8	3.4-6.1	1.8	2.42	2.46	-11.1	1.6	-11.1±3.2
	6	71.2	4.1-5.8	2.4	9.95	10.3	-11.0	2.2	-11.0±4.3
PCB167	6	1.81	4.9-9.6	2.1	0.36	0.37	-9.5	1.9	-9.5±3.7
	6	18.0	3.4-5.3	1.3	2.17	2.25	-10.1	1.2	-10.1±2.4
	6	73.2	4.1-6.9	2.9	11.2	11.9	-8.6	2.7	-8.6±5.3
PCB156	6	2.05	3.5-8.6	2.1	0.37	0.38	2.3	2.2	2.3±4.4
	6	18.2	3.2-5.1	1.9	2.15	2.19	-9.3	1.7	-9.3±3.5
	6	74.2	3.7-6.0	1.5	9.77	10.1	-7.3	1.4	-7.3±2.8
PCB157	6	1.82	5.8-9.1	2.1	0.40	0.42	-8.9	2.0	-8.9±3.9
	6	20.1	2.5-4.8	1.6	2.02	2.06	0.3	1.6	0.3±3.2
	6	79.8	2.8-5.7	2.5	8.93	9.83	-0.3	2.5	-0.3±4.9
PCB180	6	1.82	5.8-11.1	2.2	0.39	0.41	-8.9	2.0	-8.9±3.9
	6	15.1	4.2-7.5	1.7	2.16	2.22	-24.5	1.3	-24.5±2.6
	6	75.1	3.5-7.3	2.7	10.6	11.2	-6.1	2.5	-6.1±5.0
PCB169	6	1.96	6.2-8.2	5.1	0.38	0.45	-2.2	5.0	-2.2±10.0
	6	17.6	2.0-5.0	1.9	1.89	1.96	-11.8	1.7	-11.8±3.3
	6	74.8	4.1-5.5	2.6	10.3	10.8	-6.6	2.4	-6.6±4.8
PCB189	6	2.10	3.7-6.6	0.7	0.30	0.32	5.0	0.8	5.0±1.6
	6	18.4	3.3-4.2	2.0	1.99	2.08	-8.1	1.8	-8.1±3.6
	6	73.5	4.2-5.8	3.5	10.6	12.1	-8.1	3.2	-8.1±6.5

表 B.2 为对实验室内 4 种空白土壤加标样品、4 种底泥加标样品及 6 家实验室对砂质壤土和太湖沉积物方法验证结果。

表 B.2 实验室内 4 种土壤加标样品回收率及标准偏差测试数据汇总表

化合物	加标浓度 (µg/kg)	空白样品加标回收率及标准偏差 (P%±2S _p)			
		沙子	砂土	砂质壤土	粘壤土
PCB 28	2.0	73.4±7.2	83.2±5.4	65.5±10.0	67.1±9.0
	20.0	77.2±6.4	85.1±6.0	70.2±11.0	67.9±10.6
	80.0	63.5±9.6	65.0±5.6	64.4±10.8	72.5±5.6
PCB 52	2.0	95.6±7.6	109±6.4	86.6±11.6	94.1±20.0
	20.0	88.4±4.8	101±8.6	85.1±12.8	85.6±12.0
	80.0	72.7±12.6	74.1±9.2	73.9±11.0	87.7±9.2
PCB 101	2.0	84.1±5.6	89.6±10.0	85.3±9.2	82.1±11.0
	20.0	89.3±2.8	90.1±6.6	85.6±10.2	81.1±11.8
	80.0	88.7±16.2	92.3±5.0	82.2±14.0	74.8±5.0
PCB81	2.0	105±10.4	98.5±11.0	107±14.4	106±4.6

	20.0	91.9±6.0	96.9±6.8	94.5±16.0	87.1±12.8
	80.0	103±16.6	104±4.4	93.1±14.8	78.1±4.4
	2.0	102±15.4	91.6±5.2	102±13.6	100±10.2
PCB 77	20.0	91.1±5.2	94.9±7.2	91.3±15.0	82.2±15.4
	80.0	93.4±16.0	94.2±6.6	84.5±12.8	73.8±9.9
	2.0	107±4.6	91.7±6.8	110±13.2	104±13.0
PCB 123	20.0	92.9±10.4	99.1±7.4	93.5±14.6	88.7±13.4
	80.0	97.5±17.8	98.4±5.6	90.4±13.4	76.7±5.6
	2.0	103±14.4	93.9±6.6	103±10.4	84.1±17.4
PCB 118	20.0	95.0±6.0	89.9±7.4	85.8±11.6	79.2±16.0
	80.0	86.1±14.4	82.3±5.4	73.2±13.8	70.2±5.4
	2.0	89.7±11.8	106±10.0	89.0±13.8	95.6±18.4
PCB 114	20.0	97.1±6.0	98.2±7.2	95.4±15.2	87.1±13.2
	80.0	80.1±13.4	84.2±5.0	74.2±13.4	77.8±5.0
	2.0	88.8±8.2	94.3±9.2	83.8±16.0	101.2±9.0
PCB 153	20.0	99.2±5.4	91.5±7.2	86.5±17.8	84.0±10.6
	80.0	82.1±14.6	86.1±3.6	75.8±15.4	77.4±3.6
	2.0	107±15.8	119±6.6	111±9.8	105±12.4
PCB 105	20.0	99.7±8.4	95.2±7.4	91.7±10.8	85.5±16.2
	80.0	89.7±14.0	90.9±6.0	82.2±13.0	73.8±6.0
	2.0	99.7±11.2	105±17.4	96.8±9.0	117±9.4
PCB 138	20.0	97.7±5.4	88.6±8.6	82.8±10.0	83.0±11.2
	80.0	94.0±15.4	92.8±3.8	85.9±13.6	77.7±3.8
	2.0	100±8.4	90.5±8.0	101±15.8	93.5±5.4
PCB 126	20.0	90.2±9.0	82.9±5.6	78.5±17.4	72.5±11.2
	80.0	102±14.0	84.2±5.0	93.9±12.6	76.5±5.0
	2.0	96.8±10.2	87.8±8.6	96.9±14.4	90.6±8.0
PCB 167	20.0	95.1±7.0	87.8±7.0	81.7±16.0	80.8±15.0
	80.0	99.0±15.6	81.3±5.4	89.8±16.0	72.0±5.4
	2.0	107±5.6	110±13.2	104±13.4	90.4±10.4
PCB 156	20.0	98.6±7.4	91.9±6.4	87.0±14.8	84.7±12.4
	80.0	98.4±17.0	89.6±6.0	88.8±14.8	74.1±6.0
	2.0	89.1±12.4	87.0±9.2	89.3±10.2	89.9±14.8
PCB 157	20.0	104±5.4	91.9±5.8	88.9±11.2	87.6±8.6
	80.0	76.0±14.4	75.5±8.2	67.3±9.8	68.7±8.4
	2.0	98.6±8.2	121±11.4	92.0±9.4	119±22.6
PCB 180	20.0	73.8±6.0	83.5±24.2	68.7±10.4	67.0±9.6
	80.0	80.5±16.4	83.9±7.2	73.8±13.0	68.1±9.2
	2.0	102±10.2	105±17.8	117±17.0	69.5±9.4
PCB 169	20.0	94.7±7.2	85.2±5.8	79.8±18.8	83.7±14.6
	80.0	86.7±10.4	81.8±3.4	75.7±10.4	66.7±3.4
	2.0	98.5±11.0	112±13.0	108±16.6	92.7±9.0
PCB189	20.0	93.2±4.0	94.8±12.8	97.8±18.4	74.0±12.8
	80.0	98.8±18.8	102±9.2	87.0±18.6	86.1±9.2

表 B. 3 实验室内对 5 种不同流域沉积物样品及样品加标测试数据汇总表 单位: $\mu\text{g}/\text{kg}$

化合物名称	长江沉积物		松花江沉积物		滇池沉积物		海河沉积物		太湖沉积物	
	测定值	加标回收率	测定值	加标回收率	测定值	加标回收率	测定值	加标回收率	测定值	加标回收率
PCB 28	ND	61.2%	ND	64.8%	2.9	65.1%	ND	78.9%	0.6	67.9%
PCB 52	2.5	76.3%	2.8	80.3%	2.4	87.3%	3.4	101%	0.6	79.3%
PCB 101	ND	73.7%	ND	108 %	2.8	82.8%	ND	89.6%	ND	122%
PCB81	ND	98.8%	ND	73.2%	ND	87.1%	ND	96.1%	ND	82.5%
PCB 77	ND	81.9%	ND	90.2%	ND	78.8%	ND	66.4%	ND	118%
PCB 123	ND	81.8%	ND	101 %	ND	80.6%	ND	73.8%	ND	78.6%
PCB 118	ND	83.2%	ND	79.7%	ND	79.2%	ND	77.2%	ND	99.9%
PCB 114	1.0	80.0%	1.1	81.1%	4.9	98.1%	0.7	84.5%	0.9	101%
PCB 153	ND	81.6%	ND	80.4%	ND	114%	ND	73.1%	ND	86.2%
PCB 105	ND	79.5%	ND	76.6%	ND	60.6%	ND	83.5%	ND	87.2%
PCB 138	ND	75.8%	ND	83.3%	ND	76.8%	ND	74.4%	ND	98.0%
PCB 126	ND	88.0%	ND	85.4%	ND	88.4%	ND	71.5%	ND	94.9%
PCB 167	ND	74.0%	ND	79.0%	ND	65.4%	ND	68.6%	ND	90.3%
PCB 156	ND	81.7%	ND	93.0%	ND	78.4%	ND	69.3%	ND	114%
PCB 157	ND	87.4%	ND	83.7%	ND	72.6%	ND	72.5%	ND	93.9%
PCB 180	ND	80.1%	ND	90.2%	ND	67.8%	ND	78.9%	ND	93.9%
PCB 169	ND	77.9%	ND	78.6%	ND	65.2%	ND	104%	ND	92.7%
PCB189	ND	72.0%	ND	91.6%	ND	72.5%	ND	89.6%	ND	93.4%

表 B. 4 6 家实验室对砂质壤土和太湖沉积物加标回收率测试数据汇总表

化合物名称	样品类型	样品浓度	加标水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	$\overline{P\%}$	S_p^-	$\overline{p\%} \pm 2S_p^-$
PCB28	砂质土壤	4	20.0	67.9	3.2	67.9±6.5
	太湖沉积物	4	20.0	63.2	2.7	63.2±5.4
PCB52	砂质土壤	4	20.0	77.7	3.9	77.7±7.8
	太湖沉积物	4	20.0	72.0	3.4	72.0±6.9
PCB101	砂质土壤	4	20.0	81.2	2.1	81.2±4.2

	太湖沉积物	4	20.0	115.9	6.9	115.9±13.8
PCB81	砂质土壤	4	20.0	86.8	3.5	86.8±7.0
	太湖沉积物	4	20.0	78.8	4.7	78.8±9.4
PCB77	砂质土壤	4	20.0	88.7	3.5	88.7±7.0
	太湖沉积物	4	20.0	104.7	5.4	104.7±10.7
PCB123	砂质土壤	4	20.0	89.2	2.7	89.2±5.5
	太湖沉积物	4	20.0	77.2	2.9	77.2±5.8
PCB118	砂质土壤	4	20.0	90.9	2.4	90.9±4.8
	太湖沉积物	4	20.0	92.9	4.6	92.9±9.3
PCB114	砂质土壤	4	20.0	89.5	3.7	89.5±7.3
	太湖沉积物	4	20.0	90.5	5.4	90.5±10.8
PCB153	砂质土壤	4	20.0	90.3	2.8	90.3±5.6
	太湖沉积物	4	20.0	84.0	3.8	84.0±7.6
PCB105	砂质土壤	4	20.0	90.1	2.6	90.1±5.2
	太湖沉积物	4	20.0	81.3	1.7	81.3±3.5
PCB138	砂质土壤	4	20.0	86.5	2.9	86.5±5.7
	太湖沉积物	4	20.0	91.7	4.1	91.7±8.2
PCB126	砂质土壤	4	20.0	83.5	2.6	83.5±5.2
	太湖沉积物	4	20.0	91.8	2.2	91.8±4.3
PCB167	砂质土壤	4	20.0	86.4	2.8	86.4±5.5
	太湖沉积物	4	20.0	88.0	4.4	88.0±8.8
PCB156	砂质土壤	4	20.0	87.1	3.0	87.1±6.0
	太湖沉积物	4	20.0	107.2	5.1	107.2±10.1
PCB157	砂质土壤	4	20.0	86.5	3.3	86.5±6.6
	太湖沉积物	4	20.0	95.0	3.7	95.0±7.4
PCB180	砂质土壤	4	20.0	81.2	4.5	81.2±8.9
	太湖沉积物	4	20.0	90.0	1.9	90.0±3.7
PCB169	砂质土壤	4	20.0	78.4	3.3	78.4±6.6
	太湖沉积物	4	20.0	91.6	2.0	91.6±4.0
PCB189	砂质土壤	4	20.0	89.0	2.7	89.0±5.3
	太湖沉积物	4	20.0	87.8	3.7	87.8±7.5