

附件 2



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□-20□□

土壤和沉积物 酮类和醚类化合物 的测定 顶空/气相色谱-质谱法

Soil and sediment—Determination of ketones and
ethers—Headspace/gas chromatography-mass spectrometry

(征求意见稿)

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□实施

生态环境部 发布

目 次

前 言	ii
1 适用范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法原理	1
4 试剂和材料	2
5 仪器和设备	2
6 样品	3
7 分析步骤	4
8 结果计算与表示	6
9 精密度和准确度	7
10 质量保证和质量控制.....	9
11 废物处理.....	9
12 注意事项	9
附录 A（规范性附录）方法的检出限和测定下限.....	10
附录 B（资料性附录）目标物的定量参数.....	11
附录 C（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》和《中华人民共和国土壤污染防治法》，保护生态环境，保障人体健康，规范土壤和沉积物中酮类和醚类化合物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤和沉积物中乙醚等21种酮类和醚类化合物的顶空/气相色谱-质谱法。

本标准的附录A为规范性附录，附录B和附录C为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准起草单位：哈尔滨市环境监测中心站。

本标准验证单位：黑龙江省环境监测中心站、长春市环境监测中心站、太原市环境监测中心站、鞍山市环境监测中心站、齐齐哈尔市环境监测中心站和大庆市环境监测中心站。

本标准生态环境部20□□年□□月□□日批准。

本标准自20□□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

土壤和沉积物 酮类和醚类化合物的测定

顶空/气相色谱-质谱法

警告：实验中使用的部分试剂和标准溶液为易挥发的有毒化合物，配制过程应在通风橱中进行，应按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中酮类和醚类化合物的顶空/气相色谱-质谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中乙醚、丙酮、甲基叔丁基醚、二异丙基醚、乙基叔丁基醚、2-丁酮、甲基叔戊基醚、2-戊酮、乙基叔戊基醚、3-戊酮、甲基叔丁基酮、4-甲基-2-戊酮、2-己酮、环戊酮、3-庚酮、2-庚酮、环己酮、6-甲基-2-庚酮、二异丁基甲酮、3-辛酮、2-辛酮等 21 种酮类和醚类化合物的测定。

当取样量为 2.0 g 时，方法检出限为 0.1~1.2 mg/kg，测定下限为 0.4~4.8 mg/kg。详见附录 A。

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、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/T 166 土壤环境监测技术规范

HJ 494 水质 采样技术导则

HJ 495 水质 采样方案设计技术规定

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

3 方法原理

在一定的温度条件下，顶空瓶内样品中的酮类和醚类化合物向液上空间挥发，在气液固三相达到热力学动态平衡后，气相中的酮类和醚类化合物用气相色谱分离、质谱检测。根据质谱图、保留时间定性，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分析纯试剂。实验用水为二次蒸馏水或纯水设备制备水,使用前需经过空白检验,确认无目标物或目标物浓度低于方法检出限。

4.1 甲醇(CH₃OH):农残级。

4.2 氯化钠(NaCl)。

在马弗炉中400℃灼烧4h,冷却后转移至磨口玻璃瓶中密封保存。

4.3 饱和氯化钠溶液:按照氯化钠(4.2)的溶解度配制饱和溶液。

4.4 标准贮备液

直接购买市售有证标准溶液(乙醚、丙酮、甲基叔丁基醚、二异丙基醚、乙基叔丁基醚、2-丁酮、甲基叔戊基醚、2-戊酮、乙基叔戊基醚、3-戊酮、甲基叔丁基酮、4-甲基-2-戊酮、2-己酮、3-庚酮、2-庚酮、环戊酮、环己酮、6-甲基-2-庚酮、二异丁基甲酮、3-辛酮、2-辛酮)。可在-10℃以下避光保存3个月,或按说明书操作。

4.5 标准使用液

取适量标准贮备液(4.4),用甲醇(4.1)进行适当稀释。现用现配。

4.6 内标贮备液

选用氟苯作为内标。可直接购买市售有证标准溶液,也可用标准物质制备。在-10℃以下避光保存,可保存3个月。使用时应恢复至室温,并摇匀。

4.7 内标使用液:ρ=1000 μg/ml。

取适量内标贮备液(4.6),用甲醇(4.1)进行适当稀释。现用现配。

4.8 替代物贮备液

选用4-甲基-2-戊酮-d₅作为替代物。可直接购买市售有证标准溶液,也可用标准物质制备。在-10℃以下避光保存,可保存3个月。使用时应恢复至室温,并摇匀。

4.9 替代物使用液:ρ=1000 μg/ml。

取适量替代物贮备液(4.8),用甲醇(4.1)进行适当稀释。现用现配。

4.10 石英砂:300~850 μm(50~20目)。

在马弗炉中400℃灼烧4h,冷却后转移至磨口玻璃瓶中密封保存。

4.11 高纯氦气:纯度≥99.999%。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱仪:色谱部分具分流/不分流进样口,可程序升温。质谱部分具电子轰击(EI)电离源,具有手动/自动调谐、数据采集、定量分析及谱库检索等功能。

5.2 顶空仪或顶空进样器:温度控制范围在室温至100℃可调。

5.3 色谱柱:石英毛细管色谱柱,长30 m,内径0.25 mm,膜厚1.4 μm,固定相为6%氰丙基苯基/94%二甲基聚硅氧烷,或其他等效的毛细管色谱柱。

- 5.4 往复式振荡器：振荡频率 50~250 次/min，可固定顶空瓶。
- 5.5 采样瓶：具聚四氟乙烯衬垫的 60 ml 螺纹棕色玻璃瓶。
- 5.6 顶空瓶：22 ml 螺旋口或钳口顶空瓶（与顶空仪或顶空进样器相匹配），密封盖具聚四氟乙烯硅橡胶垫。
- 5.7 便携式冷藏箱：温度 4℃ 以下。
- 5.8 天平：精度为 0.01 g。
- 5.9 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 的相关规定进行土壤样品的采集和保存。按照 GB 17378.3、HJ 494、HJ 495 和 HJ/T 91 的相关规定进行沉积物样品的采集和保存。现场采集样品时，可采用便携式有机物快速测定仪对样品进行筛查，样品中乙醚、甲基叔丁基醚、二异丙基醚、乙基叔丁基醚、甲基叔戊基醚、2-戊酮、乙基叔戊基醚、3-戊酮、4-甲基-2-戊酮、甲基叔丁基酮、2-己酮、3-庚酮、2-庚酮、6-甲基-2-庚酮、二异丁基甲酮、3-辛酮、2-辛酮含量大于 50 mg/kg 为高浓度样品；样品中丙酮、2-丁酮、环戊酮、环己酮含量大于 500 mg/kg 为高浓度样品。

低浓度样品的采集：采样前，将预先洗净、烘干的顶空瓶（5.6）中加入 10 ml 饱和氯化钠溶液（4.3），称重（准确至 0.01 g）并记录其质量。采样时，采集约 2 g 样品至顶空瓶，快速清除掉瓶口螺纹处黏附的样品，拧紧瓶盖，清除顶空瓶外表面黏附的样品。置于便携式冷藏箱（5.7）内，带回实验室。

高浓度样品的采集：采样前，将预先洗净、烘干的顶空瓶（5.6）中加入 10 ml 甲醇（4.1），称重（准确至 0.01 g）并记录其质量。采样时，采集约 2 g 样品至顶空瓶，快速清除掉瓶口螺纹处黏附的样品，拧紧瓶盖，清除顶空瓶外表面黏附的样品。置于便携式冷藏箱（5.7）内，带回实验室。

测定含水率样品的采集：将样品尽快采集到 60 ml 采样瓶（5.5）中，并尽量填满。快速清除掉采样瓶口螺纹及外表面上黏附的样品，密封采样瓶。置于便携式冷藏箱（5.7）内，带回实验室。

样品到达实验室后，应尽快分析。若暂不能分析，应将样品于 4℃ 以下冷藏避光保存，保存期为 14 d。样品存放区域应无目标物干扰。

6.2 试样的制备

6.2.1 低浓度试样的制备

取出低浓度样品，恢复至室温，称重（准确至 0.01 g）。向顶空瓶中加入 10 μ l 替代物使用液（4.9）和 10 μ l 内标使用液（4.7），在往复式振荡器（5.4）上以 150 次/min 左右的频率

振荡 10 min，待测。

6.2.2 高浓度试样的制备

取出高浓度样品，恢复至室温，称重（准确至 0.01 g）。在往复振荡器（5.4）上以 150 次/min 左右的频率振荡 10 min，静置沉降后，将 10~100 μ l 提取液加入含有 2 g（准确至 0.01 g）石英砂（4.10）、10 ml 饱和氯化钠溶液（4.3）的顶空瓶中，迅速向顶空瓶中加入 10 μ l 替代物使用液（4.9）及 10 μ l 内标使用液（4.7），立即密封，待测。

6.3 空白试样的制备

称取 2 g（准确至 0.01 g）石英砂（4.10）代替样品，按照与试样的制备（6.2）相同的步骤进行实验室空白试样的制备。

6.4 水分的测定

按照 HJ 613 测定土壤样品中的干物质含量；按照 GB 17378.5 测定沉积物样品的含水率。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 顶空

加热平衡时间：30 min；加热平衡温度：60℃；传输线温度：90℃。

7.1.2 气相色谱仪

程序升温：柱温 30℃保持 3 min，以 10℃/min 的速率升高到 150℃保持 2 min；进样口温度：150℃；进样方式：分流进样，分流比：20:1；载气：高纯氦气（4.11）；柱流量：1.2 ml/min。

7.1.3 质谱仪

扫描方式：全扫描，扫描范围：45~270 amu；离子化方式：EI；电子加速电压：70 eV；离子源温度：230℃；接口温度：250℃。

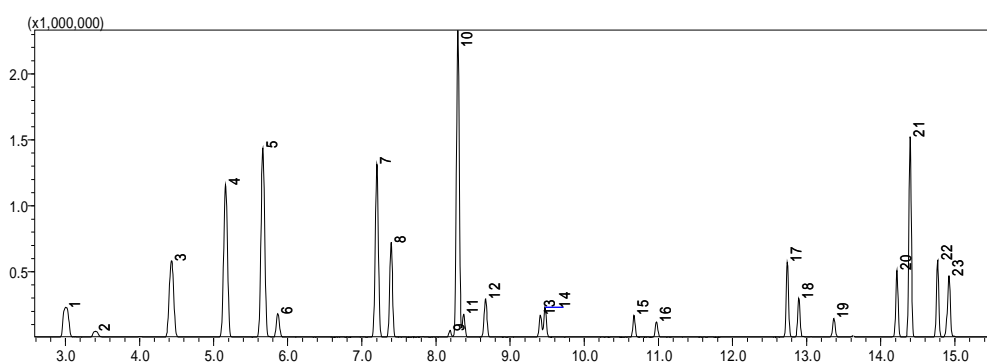
7.2 校准曲线的建立

7.2.1 仪器性能检查

分析样品前，应按仪器说明书规定的校准化合物及程序进行调谐和检查，符合要求后进行测定。

7.2.2 校准曲线

分别向 5 支顶空瓶 (5.9) 中依次加入 10 ml 饱和氯化钠溶液 (4.3)、2g (准确至 0.01g) 石英砂 (4.10)、100 μl 乙醚、甲基叔丁基醚、二异丙基醚、乙基叔丁基醚、甲基叔戊基醚、2-戊酮、乙基叔戊基醚、3-戊酮、甲基叔丁基酮、4-甲基-2-戊酮- d_5 、4-甲基-2-戊酮、2-己酮、3-庚酮、2-庚酮、6-甲基-2-庚酮、二异丁基甲酮、3-辛酮、2-辛酮浓度序列为 10.0、20.0、100、200、1000 $\mu\text{g/ml}$ 的标准使用液和 100 μl 丙酮、2-丁酮、环戊酮、环己酮浓度序列为 100、200、1000、2000、10000 $\mu\text{g/ml}$ 的标准使用液, 以及 10 μl 内标使用液 (4.7), 立即密封。配制乙醚、甲基叔丁基醚、二异丙基醚、乙基叔丁基醚、甲基叔戊基醚、2-戊酮、乙基叔戊基醚、3-戊酮、甲基叔丁基酮、4-甲基-2-戊酮- d_5 、4-甲基-2-戊酮、2-己酮、3-庚酮、2-庚酮、6-甲基-2-庚酮、二异丁基甲酮、3-辛酮、2-辛酮含量为 1.0、2.0、10.0、20.0、100 μg (浓度为 0.50、1.00、5.00、10.0、50.0 mg/kg); 丙酮、2-丁酮、环戊酮、环己酮含量为 10.0、20.0、100、200、1000 μg (浓度为 5.00、10.0、50.0、100、500 mg/kg) 的标准系列。在往复式振荡器 (5.5) 上以 150 次/min 左右的频率振荡 10 min, 按照仪器参考条件 (7.1) 进行分析, 得到不同目标物的色谱图。以目标物定量离子的响应值与内标物定量离子的响应值的比值为纵坐标, 目标物含量与内标物含量的比值为横坐标, 绘制校准曲线。图 1 为在本标准推荐的仪器条件下目标物标准样品的总离子流色谱图。定量离子见附录 B。



1—乙醚、2—丙酮、3—甲基叔丁基醚、4—二异丙基醚、5—乙基叔丁基醚、6—2-丁酮、7—甲基叔戊基醚、8—氟苯 (内标)、9—2-戊酮、10—乙基叔戊基醚、11—3-戊酮、12—甲基叔丁基酮、13—4-甲基-2-戊酮- d_5 (替代物)、14—4-甲基-2-戊酮、15—2-己酮、16—环戊酮、17—3-庚酮、18—2-庚酮、19—环己酮、20—6-甲基-2-庚酮、21—二异丁基甲酮、22—3-辛酮、23—2-辛酮

图 1 目标物标准样品的总离子流色谱图

7.3 试样测定

按照与校准曲线的建立 (7.2) 相同的仪器条件进行试样 (6.2) 的测定。

7.4 空白试验

按照与试样测定 (7.3) 相同的仪器条件进行空白试样 (6.3) 的测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

采用全扫描方式采集数据，以样品中目标物相对保留时间、辅助离子和定量离子丰度比来定性。

样品中目标物的相对保留时间与校准系列中间点该目标物的相对保留时间的偏差应在 ± 0.06 以内。样品中目标物的特征离子相对丰度在校准系列中间点该目标物的特征离子相对丰度的 $\pm 30\%$ 以内。

8.2 定量分析

根据目标物和内标定量离子的响应值进行计算。当样品中目标物的定量离子有干扰时，可以使用辅助离子定量，参见附录B。

8.2.1 样品中目标物质量 m_I 的计算

标准系列第 i 点目标物（或替代物）的响应因子（ RRF_i ），按公式（1）进行计算。

$$RRF_i = \frac{A_i}{A_{ISi}} \cdot \frac{m_{ISi}}{m_i} \quad (1)$$

式中： RRF_i ——标准系列中第 i 点目标物（或替代物）的相对响应因子；

A_i ——标准系列中第 i 点目标物（或替代物）定量离子的响应值；

A_{ISi} ——标准系列中内标定量离子的响应值；

m_{ISi} ——标准系列中内标物的质量， μg ；

m_i ——标准系列中第 i 点目标物（或替代物）的质量， μg 。

目标物（或替代物）的平均相对响应因子 \overline{RRF} ，按照公式（2）进行计算。

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

式中： \overline{RRF} ——目标物（或替代物）的平均相对响应因子；

RRF_i ——标准系列中第 i 点目标物（或替代物）的相对响应因子；

n ——标准系列点数。

样品中目标物的质量 m_I 按公式（3）进行计算。

$$m_I = \frac{A_x \times m_{IS} \times f}{A_{IS} \times \overline{RRF}} \quad (3)$$

式中： m_I ——目标物（或替代物）的质量， μg ；

A_x ——目标物（或替代物）定量离子的响应值；
 m_{IS} ——内标物的质量， μg ；
 A_{IS} ——内标定量离子的响应值；
 f ——提取液的稀释倍数（低浓度样品为1）；
 \overline{RRF} ——目标物的平均相对响应因子。

8.2.2 土壤样品结果计算

土壤样品中目标物的浓度（ mg/kg ），按照公式（4）进行计算。

$$w = \frac{m_I}{m \times W_{dm}} \quad (4)$$

式中： w ——样品中目标物的浓度， mg/kg ；
 m_I ——目标物的质量， μg ；
 m ——采样量（湿重）， g ；
 W_{dm} ——样品干物质含量，%。

8.2.3 沉积物样品结果计算

沉积物样品中目标物的浓度（ mg/kg ），按照公式（5）进行计算。

$$w = \frac{m_I}{m \times (1 - W_0)} \quad (5)$$

式中： w ——样品中目标物的浓度， mg/kg ；
 m_I ——目标物的质量， μg ；
 m ——采样量（湿重）， g ；
 W_0 ——样品含水率，%。

8.3 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，最多保留三位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

六家实验室分别对乙醚等 17 种酮类和醚类化合物加标浓度为 0.50 mg/kg 、5.00 mg/kg 和 $5.00 \times 10^3 \text{ mg/kg}$ 的空白样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差范围分别为 3.0%~15%，0.4%~14%，1.1%~19%；实验室间相对标准偏差范围分别为 0.8%~4.1%，0.8%~9.1%，4.0%~12%；重复性限范围为 0.1 mg/kg ~0.2 mg/kg ，0.4 mg/kg ~1.4 mg/kg ，925 mg/kg ~ $1.89 \times 10^3 \text{ mg/kg}$ ；再现性限范围为 0.1 mg/kg ~0.2 mg/kg ，0.4 mg/kg ~1.4 mg/kg ，

1.04×10³ mg/kg~2.12×10³ mg/kg。对丙酮等 4 种酮类和醚类化合物加标浓度为 5.00 mg/kg、50.0 mg/kg 和 5.00×10⁴ 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范围分别为 1.4%~12%，0.2%~4.0%，1.2%~18%；实验室间相对标准偏差范围分别为 1.7%~2.7%，0.6%~1.4%，4.1%~20%；重复性限范围为 0.6 mg/kg~1.3 mg/kg，3.0 mg/kg~5.7 mg/kg，1.37×10⁴ mg/kg~1.82×10⁴ mg/kg；再现性限范围为 0.7 mg/kg~1.40 mg/kg，3.4 mg/kg~6.1 mg/kg，1.48×10⁴ mg/kg~4.21×10⁴ mg/kg。

六家实验室分别对乙醚等 17 种酮类和醚类化合物加标浓度为 0.50 mg/kg、5.00 mg/kg 和 5.00×10³ 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范围分别为 1.2%~20%、0.7%~19%和 0.4%~20%；实验室间相对标准偏差范围分别为 3.2%~12%、2.7%~12%和 4.8%~14%；重复性限范围为 0.1~0.2 mg/kg、0.8~1.7 mg/kg 和 731~1.77×10³ mg/kg；再现性限范围为 0.1~0.2 mg/kg、1.1~2.1 mg/kg 和 1.12×10³~2.13×10³ mg/kg。对丙酮等 4 种酮类和醚类化合物加标浓度为 5.00 mg/kg、50.0 mg/kg 和 5.00×10⁴ 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范围分别为 1.1%~17%、0.7%~17%和 0.3%~18%；实验室间相对标准偏差范围分别为 3.8%~10%、3.0%~7.4%和 4.7%~13%；重复性限范围为 0.7~1.4 mg/kg、6.8~13.7 mg/kg 和 8.54×10³~1.44×10⁴ mg/kg；再现性限范围为 1.0~1.7 mg/kg、10.0~14.8 mg/kg 和 1.17×10⁴~2.12×10⁴ mg/kg。

六家实验室分别对乙醚等 17 种酮类和醚类化合物加标浓度为 0.50 mg/kg、5.00 mg/kg 和 5.00×10³ mg/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范围分别为 1.5%~19%、0.8%~18%和 0.4%~19%；实验室间相对标准偏差范围分别为 2.2%~8.1%、2.4%~15%和 4.8%~12%；重复性限范围为 0.1~0.2 mg/kg、0.7~1.4 mg/kg 和 701~1.68×10³ mg/kg；再现性限范围为 0.1~0.2 mg/kg、0.9~2.2 mg/kg 和 963~2.03×10³ mg/kg。对丙酮等 4 种酮类和醚类化合物加标浓度为 5.00 mg/kg、50.0 mg/kg 和 5.00×10⁴ mg/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范围分别为 1.4%~20%、1.2%~18%和 0.4%~18%；实验室间相对标准偏差范围分别为 4.9%~11%、4.0%~12%和 5.2%~8.3%；重复性限范围为 1.1~1.7 mg/kg、7.6~13.4 mg/kg 和 8.40×10³~1.40×10⁴ mg/kg；再现性限范围为 1.2~2.2 mg/kg、10.4~19.5 mg/kg 和 1.09×10⁴~1.68×10⁴ mg/kg。

精密度的汇总数据参见附录 C。

9.2 准确度

六家实验室分别对实际土壤样品进行了加标分析测定，乙醚等 17 种酮类和醚类化合物加标量分别为 0.50 mg/kg、5.00 mg/kg 和 5.00×10³ mg/kg；丙酮等 4 种酮类和醚类化合物加标量分别为 5.00 mg/kg、50.0 mg/kg 和 5.00×10⁴ mg/kg。加标回收率分别为 77.4%~117%、73.6%~111%和 67.2%~117%。

六家实验室分别对实际沉积物样品进行了加标分析测定，乙醚等 17 种酮类和醚类化合物加标量分别为 0.50 mg/kg、5.00 mg/kg 和 5.00×10³ mg/kg；丙酮等 4 种酮类和醚类化合物加标量分别为 5.00 mg/kg、50.0 mg/kg 和 5.00×10⁴ mg/kg。加标回收率分别为 79.2%~115%、

73.2%~118%和 76.6%~112%。

准确度的汇总数据参见附录 C。

10 质量保证和质量控制

10.1 校准

校准曲线至少需 5 个浓度点（不含 0 点），校准曲线的相关系数应 ≥ 0.990 ，或相对响应因子的标准偏差应 $\leq 20\%$ 。

每 24 小时分析 1 次校准曲线中间浓度点，其测定结果与校准曲线相应点浓度标准值的相对误差不超过 20%，否则应查找原因，重新绘制校准曲线。

10.2 空白测定

每批样品应至少测定一个实验室空白样品和一个全程序空白样品，目标物浓度应小于方法检出限。

10.3 平行样测定

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）分析一个平行样，单次平行样品测定结果相对偏差应小于 30%。

10.4 加标样测定

每批样品（最多 20 个）应做一次加标回收率测定，样品中目标物和替代物加标回收率应在 60%~120%之间。

11 废物处理

实验产生的废物应分类存放，集中保管，并做好相应标识，委托有资质的单位进行处理。

12 注意事项

12.1 为了防止采样工具污染，采样工具在使用前要用甲醇、实验用水充分洗净。在采集其他样品时，要注意更换采样工具和清洗采样工具，以防止交叉污染。

12.2 在样品的保存和运输过程中，要避免沾污，样品应放在便携冷藏箱中冷藏贮存。

12.3 在分析过程中对必要的器具、材料、药品等预先分析测定有无干扰目标物测定的物质。器具、材料可采用甲醇清洗，尽可能除去干扰物质。

附录 A
(规范性附录)
方法的检出限和测定下限

当土壤和沉积物取样量为 2.0g 时，21 种目标物的方法检出限、测定下限见表 A.1。

表 A.1 目标物检出限、测定下限

序号	目标物中文名称	CAS No.	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
1	乙醚	ether	0.2	0.8
2	丙酮	acetone	1.0	4.0
3	甲基叔丁基醚	methyl tert-butyl ether	0.1	0.4
4	二异丙基醚	isopropyl ether	0.2	0.8
5	乙基叔丁基醚	tert-butyl ethyl ether	0.1	0.4
6	2-丁酮	2-butanone	1.1	4.4
7	甲基叔戊基醚	tert-amyl methyl ether	0.2	0.8
8	2-戊酮	2-pentanone	0.2	0.8
9	乙基叔戊基醚	tert-amyl ethyl ether	0.2	0.8
10	3-戊酮	3-pentanone	0.2	0.8
11	甲基叔丁基酮	methyl tert-butyl ketone	0.1	0.4
12	4-甲基-2-戊酮	4-methyl-2-pentanone	0.2	0.8
13	2-己酮	2-hexanone	0.1	0.4
14	环戊酮	cyclopentanone	1.2	4.8
15	3-庚酮	3-heptanon	0.2	0.8
16	2-庚酮	2-heptanon	0.2	0.8
17	环己酮	cyclohexanone	1.1	4.4
18	6-甲基-2-庚酮	6-methyl-2-heptanone	0.2	0.8
19	二异丁基甲酮	2,6-dimethyl-4-heptanone	0.2	0.8
20	3-辛酮	3-octanone	0.2	0.8
21	2-辛酮	2-octanone	0.2	0.8

附录 B
(资料性附录)
目标物的定量参数

表 B.1 给出了目标物的 CAS No.、定量内标、定量离子和辅助离子等测定参数。

表 B.1 目标物的定量参数

序号	目标物	CAS No.	类型	定量离子	辅助离子
1	乙醚	60-29-7	目标物	59	74、45
2	丙酮	67-64-1	目标物	58	-
3	甲基叔丁基醚	1634-04-4	目标物	73	57、45
4	二异丙基醚	108-20-3	目标物	87	59、88
5	乙基叔丁基醚	637-92-3	目标物	59	87、88
6	2-丁酮	78-93-3	目标物	72	57
7	甲基叔戊基醚	994-05-8	目标物	73	55、87
8	氟苯	462-06-6	内标物	96	70、77
9	2-戊酮	107-87-9	目标物	86	71、58
10	乙基叔戊基醚	919-94-8	目标物	59	73、101
11	3-戊酮	96-22-0	目标物	57	86
12	甲基叔丁基酮	75-97-8	目标物	57	85、100
13	4-甲基-2-戊酮-d ₅ (替代物)	4840-81-7	替代物	90	105
14	4-甲基-2-戊酮	108-10-1	目标物	58	85、100
15	2-己酮	591-78-6	目标物	58	85、100
16	环戊酮	120-92-3	目标物	55	56、84
17	3-庚酮	106-35-4	目标物	57	85、114
18	2-庚酮	110-43-0	目标物	58	71、114
19	环己酮	108-94-1	目标物	55	83、98
20	6-甲基-2-庚酮	928-68-7	目标物	58	95、110
21	二异丁基甲酮	108-83-8	目标物	85	57、142
22	3-辛酮	106-68-3	目标物	72	85、99
23	2-辛酮	111-13-7	目标物	58	71、128

附录 C
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

表 C.1~C.2 给出了方法的精密度和准确度指标。

表 C.1.1 土壤方法精密度

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	测定含量 (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)		
		土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3
乙醚	0.50	0.47	0.46	0.52	3.9~16	2.1~13	3.9~15	5.8	9.9	7.4	0.2	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2
	5.00	4.80	4.60	4.75	2.0~15	3.7~17	2.1~11	9.1	5.2	12	1.6	1.5	0.9	1.9	1.5	1.7
	5.00×10^3	4.82×10^3	4.81×10^3	4.75×10^3	5.3~14	4.9~15	4.9~14	5.9	5.8	6.8	1.3	1.14×10^3	1.48×10^3	1.49×10^3	1.30×10^3	1.62×10^3
丙酮	5.00	4.34	4.39	4.58	1.1~8.5	1.8~8.2	2.6~9.4	9.8	10	7.6	0.9	0.7	0.9	1.5	1.4	1.3
	50.0	47.1	46.6	47.2	1.2~8.7	0.9~9.7	1.5~10	5.9	6.0	6.8	7.6	6.9	9.7	10.5	10.1	12.6
	5.00×10^4	4.84×10^4	4.69×10^4	4.74×10^4	1.4~11	0.3~10	0.4~9.9	11	10	6.0	9.46×10^3	8.54×10^3	9.36×10^3	1.68×10^4	1.55×10^4	1.17×10^4
甲基叔丁基醚	0.50	0.48	0.49	0.47	4.0~15	2.1~14	4.2~18	5.7	3.9	8.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2
	5.00	4.51	4.48	4.90	3.4~17	3.1~13	1.8~18	12	6.4	12	1.4	0.9	1.4	2.0	1.1	2.1
	5.00×10^3	5.06×10^3	4.95×10^3	4.75×10^3	2.1~8.7	1.4~12	1.2~13	7.6	5.8	14	9.22×10^2	1.06×10^3	1.03×10^3	1.36×10^3	1.26×10^3	2.13×10^3
二异丙基醚	0.50	0.49	0.49	0.51	5.1~15	2.8~13	3.8~14	5.7	12	4.6	0.1	0.1	0.15	0.2	0.2	0.15
	5.00	4.62	4.59	4.73	4.7~17	3.9~13	3.4~9.8	7.7	5.1	11	1.7	1.2	1.0	1.8	1.3	1.7
	5.00×10^3	4.99×10^3	4.74×10^3	4.78×10^3	2.6~9.8	3.5~8.5	5.6~14	9.5	6.0	11	1.16×10^3	8.64×10^2	1.19×10^3	1.69×10^3	1.12×10^3	1.85×10^3
乙基叔丁基醚	0.50	0.49	0.48	0.50	4.2~16	2.5~19	5.0~16	8.2	7.7	5.8	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
	5.00	4.76	4.62	4.85	3.1~19	4.2~15	1.9~10	5.2	5.4	7.9	1.6	1.1	0.9	1.6	1.2	1.4
	5.00×10^3	4.86×10^3	4.82×10^3	4.82×10^3	5.1~11	1.2~16	0.4~18	6.7	5.9	6.0	1.18×10^3	1.31×10^3	1.58×10^3	1.41×10^3	1.44×10^3	1.65×10^3

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	测定含量 (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)		
		土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3
2-丁酮	5.00	4.56	4.54	4.70	2.7~10	2.3~16	5.0~13	4.7	5.6	6.5	0.9	1.2	1.2	1.0	1.3	1.4
	50.0	47.3	46.1	47.5	0.7~11	1.0~10	1.8~8.4	6.4	6.1	6.3	9.0	6.8	9.3	11.8	10.0	11.9
	5.00×10^4	4.78×10^4	4.69×10^4	4.77×10^4	0.6~17	0.7~12	0.8~14	7.0	12	6.6	1.27×10^4	9.73×10^3	1.10×10^4	1.49×10^4	1.83×10^4	1.33×10^4
甲基叔戊基醚	0.50	0.48	0.48	0.50	4.3~14	2.9~19	5.4~18	5.3	3.7	6.4	0.1	0.2	0.2	0.1	0.2	0.2
	5.00	4.70	4.62	4.82	2.8~19	2.0~17	1.7~12	5.2	6.8	7.3	1.6	1.4	1.0	1.6	1.5	1.4
	5.00×10^3	4.97×10^3	4.84×10^3	4.82×10^3	5.2~16	0.5~14	0.7~18	7.7	8.7	7.3	1.59×10^3	1.45×10^3	1.59×10^3	1.80×10^3	1.78×10^3	1.76×10^3
2-戊酮	0.50	0.47	0.50	0.50	3.1~11	4.0~14	4.0~13	5.1	11	7.7	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.2
	5.00	4.55	4.44	4.81	3.5~19	2.9~9.0	2.3~19	12	8.5	11	1.3	0.9	1.4	1.9	1.3	1.9
	5.00×10^3	4.97×10^3	4.88×10^3	4.78×10^3	6.8~20	1.0~16	1.5~15	9.0	7.5	6.8	1.77×10^3	1.60×10^3	1.41×10^3	2.05×10^3	1.79×10^3	1.57×10^3
乙基叔戊基醚	0.50	0.50	0.48	0.50	4.0~16	5.6~16	6.3~17	8.7	11	4.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
	5.00	4.72	4.62	4.96	4.1~14	2.8~18	3.7~9.5	4.0	10	7.7	1.4	1.3	1.1	1.4	1.8	1.5
	5.00×10^3	4.86×10^3	4.59×10^3	4.94×10^3	2.6~17	1.2~10	2.0~9.6	5.7	9.8	8.5	1.57×10^3	7.31×10^2	1.01×10^3	1.63×10^3	1.43×10^3	1.49×10^3
3-戊酮	0.50	0.48	0.48	0.49	4.6~13	1.2~16	4.1~15	6.9	3.2	7.5	0.1	0.1	0.1	0.2	0.1	0.2
	5.00	4.73	4.64	4.79	3.5~19	2.9~18	2.3~8.0	6.7	6.4	5.6	1.4	1.3	0.8	1.6	1.5	1.1
	5.00×10^3	4.82×10^3	4.52×10^3	4.91×10^3	2.2~16	1.0~18	1.4~9.7	5.3	14	7.5	1.34×10^3	1.13×10^3	8.88×10^2	1.42×10^3	2.00×10^3	1.31×10^3
甲基叔丁基酮	0.50	0.47	0.49	0.50	4.9~16	1.8~15	4.4~14	9.6	5.0	8.6	0.1	0.1	0.2	0.2	0.1	0.2
	5.00	4.67	4.59	4.71	2.2~14	2.1~9.0	2.8~11	4.8	6.2	6.5	1.0	0.9	0.9	1.1	1.1	1.2
	5.00×10^3	4.89×10^3	4.67×10^3	4.95×10^3	2.0~17	1.3~16	0.9~14	8.7	12	9.2	1.38×10^3	1.22×10^3	1.18×10^3	1.73×10^3	1.97×10^3	1.67×10^3
4-甲基-2-戊酮	0.50	0.47	0.49	0.49	4.1~13	3.7~12	5.2~15	9.4	5.6	8.5	0.1	0.1	0.2	0.2	0.1	0.2
	5.00	4.60	4.60	4.71	0.7~13	3.7~9.2	3.6~9.8	4.7	6.9	6.8	1.0	0.9	0.8	1.1	1.2	1.2
	5.00×10^3	4.87×10^3	4.66×10^3	4.96×10^3	2.1~13	1.9~11	2.2~13	11	13	9.5	1.24×10^3	8.15×10^2	1.11×10^3	1.88×10^3	1.91×10^3	1.66×10^3

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	测定含量 (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)		
		土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3
2-己酮	0.50	0.47	0.48	0.49	5.5~19	4.8~15	7.6~17	6.4	5.8	7.0	0.2	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2
	5.00	4.61	4.55	4.72	3.0~19	2.9~12	4.3~7.9	3.5	8.3	6.1	1.6	1.0	0.8	1.7	1.4	1.1
	5.00×10^3	4.84×10^3	4.60×10^3	4.78×10^3	1.0~14	0.7~12	0.8~9.3	6.0	11	7.0	1.06×10^3	9.15×10^2	8.49×10^2	1.26×10^3	1.68×10^3	1.22×10^3
环戊酮	5.00	4.55	4.56	4.79	5.0~9.7	4.6~17	5.1~13	3.8	5.2	5.8	1.0	1.3	1.2	1.0	1.3	1.4
	50.0	47.2	46.1	47.0	1.6~17	1.7~10	2.4~11	6.1	6.3	7.4	13.7	8.4	10.8	14.8	11.2	13.8
	5.00×10^4	4.72×10^4	4.63×10^4	4.82×10^4	1.0~11	0.9~18	1.5~10	8.4	12	10	9.82×10^3	1.31×10^4	9.57×10^3	1.43×10^4	1.96×10^4	1.67×10^4
3-庚酮	0.50	0.47	0.49	0.47	7.1~10	6.0~15	7.4~13	10	5.9	9.9	0.1	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2
	5.00	4.31	4.57	4.68	4.5~16	2.6~16	4.0~15	5.2	7.3	5.3	1.0	1.2	1.1	1.1	1.5	1.2
	5.00×10^3	4.72×10^3	4.61×10^3	4.80×10^3	1.5~17	1.5~9.7	0.7~10	4.8	12	7.0	1.15×10^3	8.14×10^2	8.87×10^2	1.22×10^3	1.74×10^3	1.24×10^3
2-庚酮	0.50	0.47	0.48	0.49	5.5~12	6.0~15	6.1~14	8.3	5.9	6.8	0.1	0.1	0.2	0.2	0.1	0.2
	5.00	4.35	4.55	4.64	4.4~13	7.7~17	3.2~13	5.5	7.3	6.3	1.1	1.4	1.2	1.2	1.6	1.4
	5.00×10^3	4.83×10^3	4.65×10^3	4.93×10^3	2.0~16	1.2~9.9	1.1~9.1	5.1	11	8.2	1.42×10^3	8.05×10^2	9.36×10^2	1.46×10^3	1.62×10^3	1.42×10^3
环己酮	5.00	4.32	4.65	4.66	5.4~12	5.3~11	7.0~17	8.7	8.8	9.1	1.1	1.1	1.4	1.5	1.5	1.7
	50.0	45.9	46.1	47.8	2.8~13	3.1~12	4.6~14	3.0	5.9	5.5	11.0	11.3	13.1	11.2	12.8	14.1
	5.00×10^4	4.58×10^4	4.47×10^4	4.66×10^4	0.7~16	1.6~18	2.4~13	6.7	13	4.7	1.07×10^4	1.44×10^4	1.12×10^4	1.30×10^4	2.12×10^4	1.19×10^4
6-甲基-2-庚酮	0.50	0.47	0.48	0.48	4.0~14	6.1~10	6.7~18	4.6	3.7	8.1	0.1	0.1	0.2	0.1	0.1	0.2
	5.00	4.34	4.64	4.59	4.6~16	5.2~14	1.2~14	7.7	5.9	3.9	1.1	1.4	1.3	1.4	1.5	1.3
	5.00×10^3	4.80×10^3	4.64×10^3	4.75×10^3	1.0~14	0.7~15	0.8~13	5.7	11	5.8	1.14×10^3	1.11×10^3	9.93×10^2	1.29×10^3	1.73×10^3	1.19×10^3
二异丁基甲酮	0.50	0.47	0.47	0.49	5.1~13	5.6~13	6.1~16	4.8	7.8	9.9	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.2
	5.00	4.58	4.58	4.69	3.2~15	3.7~18	1.4~15	5.2	4.3	7.5	1.1	1.2	1.3	1.2	1.2	1.6
	5.00×10^3	4.76×10^3	4.63×10^3	4.79×10^3	0.9~15	2.0~11	1.4~7.2	5.0	11	7.2	1.14×10^3	9.31×10^2	8.11×10^2	1.24×10^3	1.67×10^3	1.22×10^3

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	测定含量 (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)		
		土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3
3-辛酮	0.50	0.47	0.47	0.49	4.5~9.9	6.6~12	5.5~14	6.6	6.5	12	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2
	5.00	4.30	4.54	4.60	5.0~13	3.3~17	3.6~16	6.0	6.4	2.9	1.1	1.5	1.2	1.3	1.6	1.3
	5.00×10^3	4.75×10^3	4.67×10^3	4.88×10^3	2.3~16	1.4~11	1.3~14	6.3	11	6.9	1.31×10^3	9.03×10^2	1.14×10^3	1.46×10^3	1.67×10^3	1.41×10^3
2-辛酮	0.50	0.46	0.48	0.49	4.5~15	5.8~20	5.8~14	7.6	4.8	9.6	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
	5.00	4.60	4.61	4.63	3.8~16	3.7~15	1.9~17	2.7	5.8	3.6	1.3	1.3	1.3	1.3	1.4	1.3
	5.00×10^3	4.85×10^3	4.66×10^3	4.67×10^3	8.8~18	0.8~18	0.5~9.1	6.4	5.9	6.9	1.73×10^3	1.38×10^3	9.13×10^2	1.80×10^3	1.48×10^3	1.22×10^3

表 C.1.2 空白样品和沉积物方法精密度

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	测定含量 (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)		
		空白	沉积物 1	沉积物 2	空白	沉积物 1	沉积物 2	空白	沉积物 1	沉积物 2	空白	沉积物 1	沉积物 2	空白	沉积物 1	沉积物 2
乙醚	0.50	0.49	0.47	0.48	6.5~15	3.0~12	5.5~19	4.1	4.2	4.4	0.2	0.1	0.2	0.2	0.1	0.2
	5.00	5.00	4.69	4.63	0.4~4.0	1.9~12	1.1~10	1.0	5.2	8.6	0.5	1.2	1.0	0.5	1.3	1.5
	5.00×10^3	4.92×10^3	4.81×10^3	4.74×10^3	5.9~12	1.2~15	2.3~15	12	8.3	10	1.17×10^3	1.49×10^3	1.40×10^3	1.96×10^3	1.76×10^3	1.86×10^3
丙酮	5.00	5.01	4.77	4.45	1.4~9.0	1.4~18	2.0~15	2.5	11	7.4	0.6	1.5	1.2	0.7	2.0	1.4
	50.0	50.0	47.1	46.2	0.2~2.8	2.3~10	2.7~9.4	0.6	4.5	7.8	5.7	9.3	8.7	6.1	10.4	12.8
	5.00×10^4	5.32×10^4	4.81×10^4	4.59×10^4	1.5~18	0.8~14	0.4~13	7.6	7.6	6.1	1.51×10^4	1.29×10^4	9.30×10^3	1.78×10^4	1.56×10^4	1.15×10^4
甲基叔丁基醚	0.50	0.50	0.47	0.47	5.0~13	3.4~12	1.5~14	0.8	5.0	6.9	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2
	5.00	5.00	4.50	4.48	0.8~3.6	2.1~16	4.3~8.8	0.8	8.3	12	0.5	1.3	1.0	0.5	1.5	1.7
	5.00×10^3	5.27×10^3	4.90×10^3	4.83×10^3	5.9~12	0.4~16	0.4~13	4.0	4.8	7.7	1.13×10^3	1.11×10^3	1.16×10^3	1.19×10^3	1.21×10^3	1.48×10^3

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	测定含量 (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)		
		空白	沉积物 1	沉积物 2	空白	沉积物 1	沉积物 2	空白	沉积物 1	沉积物 2	空白	沉积物 1	沉积物 2	空白	沉积物 1	沉积物 2
二异丙基醚	0.50	0.50	0.48	0.50	4.8~12	4.0~12	2.5~14	1.5	4.3	6.9	0.2	0.1	0.1	0.2	0.1	0.2
	5.00	5.00	4.72	4.56	1.3~4.1	1.9~16	0.8~14	1.3	5.6	10	0.7	1.3	1.3	0.7	1.4	1.8
	5.00×10 ³	5.28×10 ³	4.88×10 ³	4.72×10 ³	6.3~12	2.9~19	5.8~11	4.0	7.7	7.6	1.27×10 ³	1.68×10 ³	1.18×10 ³	1.30×10 ³	1.86×10 ³	1.47×10 ³
乙基叔丁基醚	0.50	0.50	0.47	0.48	5.3~13	5.1~18	1.7~15	1.3	4.9	5.7	0.1	0.2	0.2	0.1	0.2	0.2
	5.00	5.00	4.77	4.75	1.1~4.0	1.7~11	1.1~12	1.6	5.3	5.7	0.5	0.9	1.1	0.5	1.1	1.3
	5.00×10 ³	4.95×10 ³	4.79×10 ³	4.41×10 ³	2.6~16	0.4~16	0.7~16	7.0	8.2	7.8	1.37×10 ³	1.59×10 ³	1.30×10 ³	1.58×10 ³	1.82×10 ³	1.53×10 ³
2-丁酮	5.00	5.03	4.59	4.63	1.4~7.2	2.2~12	3.5~12	1.7	9.1	4.9	0.7	1.3	1.1	0.7	1.7	1.2
	50.0	50.0	46.9	45.9	0.4~2.4	2.0~11	1.9~8.8	0.6	4.9	8.2	3.9	9.4	7.6	4.2	10.7	12.6
	5.00×10 ⁴	5.06×10 ⁴	4.82×10 ⁴	4.55×10 ⁴	1.6~14	1.5~17	1.1~9.2	12	8.1	6.0	1.37×10 ⁴	1.40×10 ⁴	8.40×10 ³	2.15×10 ⁴	1.68×10 ⁴	1.09×10 ⁴
甲基叔戊基醚	0.50	0.50	0.46	0.48	5.2~12	5.9~14	2.1~18	1.3	5.9	5.7	0.1	0.1	0.2	0.1	0.1	0.2
	5.00	5.00	4.77	4.77	0.9~4.7	3.6~13	4.7~9.3	1.7	4.1	6.0	0.4	1.1	1.0	0.5	1.2	1.2
	5.00×10 ³	5.35×10 ³	4.81×10 ³	4.39×10 ³	6.5~15	0.9~17	1.3~17	9.0	9.5	12	1.71×10 ³	1.49×10 ³	1.45×10 ³	2.06×10 ³	1.87×10 ³	2.00×10 ³
2-戊酮	0.50	0.51	0.48	0.48	3.0~10	3.7~18	4.1~16	2.1	4.3	3.9	0.1	0.2	0.1	0.1	0.2	0.2
	5.00	5.00	4.53	4.35	0.7~2.9	2.4~15	4.9~12	1.0	7.3	13	0.4	1.2	0.9	0.4	1.5	1.8
	5.00×10 ³	5.14×10 ³	4.75×10 ³	4.47×10 ³	1.1~17	2.5~18	4.1~16	9.9	8.9	12	1.49×10 ³	1.56×10 ³	1.49×10 ³	1.97×10 ³	1.85×10 ³	2.03×10 ³
乙基叔戊基醚	0.50	0.50	0.47	0.49	5.1~12	7.7~14	2.3~18	1.5	3.6	2.6	0.1	0.2	0.2	0.1	0.2	0.2
	5.00	4.99	4.98	4.87	1.0~8.7	4.9~14	5.9~15	2.8	9.9	7.1	0.7	1.2	1.5	0.7	1.8	1.6
	5.00×10 ³	5.02×10 ³	4.75×10 ³	4.60×10 ³	5.7~13	0.4~13	0.9~9.3	7.2	7.1	7.2	1.14×10 ³	1.08×10 ³	8.09×10 ²	1.45×10 ³	1.37×10 ³	1.19×10 ³
3-戊酮	0.50	0.50	0.49	0.49	3.1~10	4.0~14	2.0~18	2.3	6.3	4.2	0.1	0.1	0.2	0.1	0.2	0.2
	5.00	5.00	4.79	4.71	0.7~2.9	2.4~8.7	4.9~9.3	1.1	2.4	8.1	0.4	0.9	0.9	0.5	0.9	1.3
	5.00×10 ³	5.00×10 ³	4.75×10 ³	4.62×10 ³	3.7~9.1	1.5~14	1.3~11	6.9	7.1	7.6	1.10×10 ³	1.15×10 ³	8.58×10 ²	1.39×10 ³	1.41×10 ³	1.25×10 ³

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	测定含量 (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)		
		空白	沉积物 1	沉积物 2	空白	沉积物 1	沉积物 2	空白	沉积物 1	沉积物 2	空白	沉积物 1	沉积物 2	空白	沉积物 1	沉积物 2
甲基叔丁基酮	0.50	0.50	0.49	0.48	3.1~9.4	5.9~18	2.1~12	1.8	8.1	5.9	0.1	0.2	0.1	0.1	0.2	0.1
	5.00	5.00	4.73	4.60	0.8~4.4	2.9~6.9	2.5~10	1.5	4.3	8.8	0.4	0.7	0.8	0.4	0.9	1.4
	5.00×10 ³	5.30×10 ³	4.77×10 ³	4.59×10 ³	3.4~18	4.7~17	2.8~7.8	7.7	7.1	6.2	1.59×10 ³	1.28×10 ³	7.49×10 ²	1.85×10 ³	1.51×10 ³	1.04×10 ³
4-甲基-2-戊酮	0.50	0.50	0.50	0.47	4.4~12	5.3~13	2.6~17	1.8	6.3	4.8	0.1	0.2	0.2	0.1	0.2	0.2
	5.00	5.00	4.73	4.56	1.4~5.5	4.0~7.3	2.8~13	1.6	4.5	10	0.8	0.8	0.9	0.8	1.0	1.6
	5.00×10 ³	5.31×10 ³	4.77×10 ³	4.59×10 ³	2.9~15	4.5~17	4.8~9.9	7.5	6.9	6.4	1.46×10 ³	1.43×10 ³	1.01×10 ³	1.74×10 ³	1.60×10 ³	1.23×10 ³
2-己酮	0.50	0.50	0.47	0.48	3.9~12	4.5~15	3.7~18	2.3	6.8	4.6	0.1	0.1	0.2	0.1	0.2	0.2
	5.00	4.99	4.69	4.57	1.3~7.5	4.7~9.6	3.1~11	2.4	4.5	11	0.5	0.9	1.0	0.5	1.0	1.7
	5.00×10 ³	5.08×10 ³	4.79×10 ³	4.55×10 ³	3.0~8.8	2.6~12	1.9~7.4	4.2	6.6	5.8	1.12×10 ³	1.07×10 ³	7.01×10 ²	1.19×10 ³	1.31×10 ³	9.78×10 ²
环戊酮	5.00	5.02	4.60	4.64	2.1~9.9	3.7~14	4.0~17	2.7	8.1	6.0	1.2	1.3	1.3	1.2	1.6	1.4
	50.0	49.9	46.7	47.0	0.7~3.3	2.6~15	4.2~11	0.8	5.2	9.2	4.1	11.9	10.3	4.3	12.8	15.2
	5.00×10 ⁴	5.32×10 ⁴	4.77×10 ⁴	4.56×10 ⁴	1.2~12	2.3~15	1.7~13	4.1	7.0	5.2	1.48×10 ⁴	1.14×10 ⁴	1.09×10 ⁴	1.48×10 ⁴	1.40×10 ⁴	1.20×10 ⁴
3-庚酮	0.50	0.50	0.47	0.48	4.8~13	5.5~18	3.5~18	2.0	4.4	4.7	0.1	0.2	0.2	0.1	0.2	0.2
	5.00	4.96	4.69	4.64	3.8~8.8	5.6~10	3.2~13	3.6	5.0	13	0.9	1.0	1.1	0.9	1.1	1.9
	5.00×10 ³	5.11×10 ³	4.80×10 ³	4.57×10 ³	4.0~9.3	4.3~13	1.8~9.1	4.2	6.1	5.3	9.25×10 ²	1.05×10 ³	7.33×10 ²	1.04×10 ³	1.26×10 ³	9.63×10 ²
2-庚酮	0.50	0.50	0.48	0.47	4.3~12	6.9~17	4.5~14	1.6	7.3	5.3	0.1	0.2	0.1	0.1	0.2	0.2
	5.00	4.97	4.69	4.66	3.3~9.3	4.6~11	4.1~12	3.6	4.1	14	0.8	1.0	1.2	0.9	1.1	2.1
	5.00×10 ³	5.06×10 ³	4.78×10 ³	4.62×10 ³	4.7~9.7	3.4~12	2.0~11	4.8	6.3	6.4	1.2×10 ³	1.04×10 ³	9.92×10 ²	1.29×10 ³	1.27×10 ³	1.22×10 ³
环己酮	5.00	5.05	4.96	4.49	2.7~12	2.8~16	3.2~20	2.5	11	10	1.3	1.7	1.7	1.4	2.2	2.0
	50.0	50.0	47.3	44.9	0.7~4.0	4.4~18	7.4~15	1.4	4.0	12	3.0	13.0	13.4	3.4	13.0	19.5
	5.00×10 ⁴	4.97×10 ⁴	4.62×10 ⁴	4.47×10 ⁴	1.2~14	4.0~18	2.0~15	20	8.3	6.0	1.82×10 ⁴	1.31×10 ⁴	1.28×10 ⁴	4.21×10 ⁴	1.60×10 ⁴	1.39×10 ⁴

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	测定含量 (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)		
		空白	沉积物 1	沉积物 2	空白	沉积物 1	沉积物 2	空白	沉积物 1	沉积物 2	空白	沉积物 1	沉积物 2	空白	沉积物 1	沉积物 2
6-甲基-2-庚酮	0.50	0.50	0.46	0.48	5.1~12	6.1~18	6.6~15	1.6	2.2	4.5	0.1	0.2	0.2	0.1	0.2	0.2
	5.00	4.96	4.69	4.57	7.1~13	3.6~14	5.2~13	4.1	4.6	6.0	1.3	1.1	1.2	1.3	1.2	1.4
	5.00×10^3	4.88×10^3	4.87×10^3	4.58×10^3	6.9~16	2.6~12	1.9~10	9.3	8.7	5.2	1.26×10^3	1.09×10^3	7.87×10^2	1.72×10^3	1.55×10^3	9.80×10^2
二异丁基甲酮	0.50	0.51	0.46	0.48	6.1~10	4.1~17	6.6~17	1.0	5.9	4.5	0.1	0.1	0.2	0.1	0.1	0.2
	5.00	4.99	4.63	4.54	5.0~14	4.1~15	2.8~14	3.1	7.8	9.5	1.1	1.2	1.3	1.1	1.5	1.7
	5.00×10^3	5.07×10^3	4.81×10^3	4.54×10^3	6.8~19	4.8~12	2.7~14	9.3	5.6	5.7	1.82×10^3	1.07×10^3	9.86×10^2	2.12×10^3	1.24×10^3	1.15×10^3
3-辛酮	0.50	0.51	0.47	0.49	4.4~12	5.3~16	6.0~17	2.0	3.0	6.9	0.1	0.2	0.2	0.1	0.2	0.2
	5.00	4.93	4.64	4.33	7.4~14	3.6~18	4.6~15	9.1	5.8	8.7	1.4	1.2	1.4	1.4	1.4	2.2
	5.00×10^3	5.09×10^3	4.81×10^3	4.59×10^3	9.5~16	3.3~12	2.0~12	6.4	7.4	6.8	1.89×10^3	1.11×10^3	1.19×10^3	1.95×10^3	1.42×10^3	1.39×10^3
2-辛酮	0.50	0.51	0.47	0.48	5.2~12	2.5~20	8.2~16	2.0	3.5	7.2	0.1	0.2	0.2	0.1	0.2	0.2
	5.00	4.97	4.69	4.51	7.7~12	2.9~13	3.9~9.0	3.7	5.2	6.0	1.3	1.0	0.9	1.3	1.2	1.1
	5.00×10^3	5.00×10^3	4.76×10^3	4.43×10^3	8.3~18	1.5~18	6.0~15	6.3	9.0	10	1.75×10^3	1.43×10^3	1.32×10^3	1.82×10^3	1.77×10^3	1.75×10^3

表 C.2 方法准确度

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	回收率均值 (%)			加标回收率 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$			回收率均值 (%)		加标回收率 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	
		土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3	沉积物 1	沉积物 2	沉积物 1	沉积物 2
乙醚	0.50	94.2	91.7	102	94.2±11	91.7±18	102±15	93.4	95.0	93.4±8	95.0±7
	5.00	95.9	91.9	95.0	95.9±17	91.9±10	95.0±22	93.9	92.6	93.9±10	92.6±16
	5.00×10^3	96.4	96.1	95.0	96.4±11	96.1±11	95.0±13	96.1	95.0	96.1±16	95.0±20

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	回收率均值 (%)			加标回收率 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$			回收率均值 (%)		加标回收率 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	
		土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3	沉积物 1	沉积物 2	沉积物 1	沉积物 2
丙酮	5.00	86.9	87.7	91.7	86.9 ± 17	87.7 ± 18	91.7 ± 14	95.5	88.9	95.5 ± 22	88.9 ± 13
	50.0	94.3	93.2	94.3	94.3 ± 11	93.2 ± 11	94.3 ± 13	94.2	92.3	94.2 ± 8	92.3 ± 14
	5.00 × 10 ⁴	96.8	93.8	94.9	96.8 ± 21	93.8 ± 19	94.9 ± 12	96.3	91.9	96.3 ± 15	91.9 ± 11
甲基叔丁基醚	0.50	95.1	97.8	95.0	95.1 ± 10	97.8 ± 8	95.0 ± 16	93.9	94.1	93.9 ± 10	94.1 ± 10
	5.00	90.3	89.6	98.0	90.3 ± 22	89.6 ± 11	98.0 ± 23	89.9	89.6	89.9 ± 15	89.6 ± 22
	5.00 × 10 ³	101	98.8	94.9	101 ± 15	98.8 ± 11	94.9 ± 27	97.9	96.7	97.9 ± 9	96.7 ± 15
二异丙基醚	0.50	98.5	96.9	101	98.5 ± 12	96.9 ± 23	101 ± 10	95.5	98.5	95.5 ± 9	98.5 ± 13
	5.00	92.5	91.8	94.7	92.5 ± 14	91.8 ± 9	94.7 ± 21	94.3	91.2	94.3 ± 11	91.2 ± 19
	5.00 × 10 ³	99.7	94.8	95.6	99.7 ± 19	94.8 ± 11	95.6 ± 22	97.6	94.3	97.6 ± 15	94.3 ± 14
乙基叔丁基醚	0.50	97.9	96.3	98.6	97.9 ± 16	96.3 ± 14	98.6 ± 11	93.8	95.0	93.8 ± 9	95.0 ± 11
	5.00	95.2	92.4	97.0	95.2 ± 10	92.4 ± 10	97.0 ± 15	95.4	95.0	95.4 ± 10	95.0 ± 11
	5.00 × 10 ³	97.1	96.3	96.3	97.1 ± 13	96.3 ± 11	96.3 ± 12	95.6	88.1	95.6 ± 15	88.1 ± 14
2-丁酮	5.00	91.1	90.8	93.8	91.1 ± 9	90.8 ± 10	93.8 ± 12	91.7	92.6	91.7 ± 16	92.6 ± 9
	50.0	94.8	92.2	94.8	94.8 ± 12	92.2 ± 11	94.8 ± 12	93.8	91.8	93.8 ± 9	91.8 ± 15
	5.00 × 10 ⁴	95.6	93.7	95.4	95.6 ± 13	93.7 ± 23	95.4 ± 12	96.2	91.0	96.2 ± 15	91.0 ± 11
甲基叔戊基醚	0.50	96.2	95.9	98.8	96.2 ± 11	95.9 ± 7	98.8 ± 11	91.4	95.6	91.4 ± 11	95.6 ± 11
	5.00	93.9	92.3	96.3	93.9 ± 10	92.3 ± 12	96.3 ± 14	95.5	95.4	95.5 ± 8	95.4 ± 12
	5.00 × 10 ³	99.4	96.8	96.2	99.4 ± 15	96.8 ± 17	96.2 ± 14	96.1	87.8	96.1 ± 18	87.8 ± 21
2-戊酮	0.50	94.3	98.2	99.6	94.3 ± 10	98.2 ± 21	99.6 ± 15	95.8	96.4	95.8 ± 7	96.4 ± 2
	5.00	90.8	88.8	96.2	90.8 ± 21	88.8 ± 15	96.2 ± 20	90.5	87.1	90.5 ± 13	87.1 ± 23
	5.00 × 10 ³	99.1	97.7	95.5	99.1 ± 18	97.7 ± 15	95.5 ± 13	94.9	89.5	94.9 ± 17	89.5 ± 22

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	回收率均值 (%)			加标回收率 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$			回收率均值 (%)		加标回收率 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	
		土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3	沉积物 1	沉积物 2	沉积物 1	沉积物 2
乙基叔戊基醚	0.50	99.8	96.6	98.7	99.8 ± 17	96.6±22	98.7±8	93.8	97.8	93.8±7	97.8±6
	5.00	94.3	92.4	99.0	94.3 ± 8	92.4±19	99.0±15	99.6	97.4	99.6±20	97.4±14
	5.00×10 ³	97.1	91.8	98.7	97.1 ± 11	91.8±18	98.7±17	94.9	92.1	94.9±13	92.1±13
3-戊酮	0.50	95.8	96.0	96.7	95.8 ± 13	96.0±7	96.7±15	97.7	96.9	97.7±13	96.9±8
	5.00	94.4	92.8	95.7	94.4 ± 12	92.8±12	95.7±11	95.8	94.3	95.8±5	94.3±16
	5.00×10 ³	96.3	90.3	98.2	96.3 ± 10	90.3±24	98.2±15	95.1	92.3	95.1±14	92.3±14
甲基叔丁基酮	0.50	93.7	96.9	99.9	93.7 ± 18	96.9±10	99.9±17	97.1	95.0	97.1±17	95.0±11
	5.00	93.3	91.8	94.2	93.3 ± 9	91.8±11	94.2±12	94.6	91.8	94.6±8	91.8±16
	5.00×10 ³	97.8	93.5	98.8	97.8 ± 17	93.5±23	98.8±18	95.3	91.9	95.3±13	91.9±11
4-甲基-2-戊酮	0.50	94.0	97.2	97.8	94.0 ± 18	97.2±11	97.8±17	98.8	93.9	98.8±13	93.9±9
	5.00	92.0	91.9	94.1	92.0 ± 9	91.9±12	94.1±13	94.5	91.1	94.5±9	91.1±19
	5.00×10 ³	97.3	93.2	99.1	97.3 ± 21	93.2±26	99.1±19	95.3	91.7	95.3±13	91.7±12
2-己酮	0.50	92.6	95.6	97.4	92.6 ± 13	95.6±12	97.4±13	93.8	95.9	93.8±12	95.9±8
	5.00	92.1	91.1	94.3	92.1 ± 6	91.1±15	94.3±12	93.8	91.4	93.8±8	91.4±20
	5.00×10 ³	97.0	91.9	95.6	97.0 ± 12	91.9±21	95.6±13	95.7	91.0	95.7±12	91.0±11
环戊酮	5.00	91.1	91.1	96.0	91.1 ± 7	91.1±9	96.0±11	91.9	92.7	91.9±15	92.7±11
	50.0	94.4	92.3	93.9	94.4 ± 11	92.3±12	93.9±14	93.3	93.2	93.3±10	93.2±17
	5.00×10 ⁴	94.4	92.5	96.5	94.4 ± 16	92.5±22	96.5±20	95.2	91.2	95.2±13	91.2±9
3-庚酮	0.50	93.0	96.8	94.0	93.0 ± 18	96.8±10	94.0±19	93.4	96.4	93.4±8	96.4±9
	5.00	86.2	91.3	93.7	86.2 ± 9	91.3±14	93.7±10	93.8	92.8	93.8±9	92.8±23
	5.00×10 ³	94.4	92.2	96.0	94.4 ± 9	92.2±23	96.0±14	96.0	91.3	96.0±12	91.3±10

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	回收率均值 (%)			加标回收率 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$			回收率均值 (%)		加标回收率 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	
		土壤 1	土壤 2	土壤 3	土壤 1	土壤 2	土壤 3	沉积物 1	沉积物 2	沉积物 1	沉积物 2
2-庚酮	0.50	93.3	94.5	97.3	93.3 ± 16	94.5±12	97.3±14	95.5	93.9	95.5±14	93.9±10
	5.00	87.0	91.1	92.7	87.0 ± 10	91.1±13	92.7±11	93.8	93.1	93.8±8	93.1±26
	5.00×10 ³	96.6	93.0	98.4	96.6 ± 10	93.0±21	98.4±16	95.7	92.3	95.7±12	92.3±12
环己酮	5.00	86.3	93.1	93.2	86.3 ± 15	93.1±17	93.2±17	99.2	89.8	99.2±22	89.8±19
	50.0	91.7	92.1	95.7	91.7 ± 5	92.1±11	95.7±11	94.6	89.8	94.6±8	89.8±21
	5.00×10 ⁴	91.5	89.5	93.1	91.5 ± 12	89.5±24	93.1±9	92.2	89.4	92.2±15	89.4±11
6-甲基-2-庚酮	0.50	93.3	95.8	96.0	93.3 ± 9	95.8±7	96.0±15	93.0	95.9	93.0±4	95.9±10
	5.00	86.7	92.7	91.8	86.7 ± 13	92.7±11	91.8±7	93.8	91.3	93.8±9	91.3±11
	5.00×10 ³	95.9	92.7	95.0	95.9 ± 11	92.7±20	95.0±11	97.2	91.5	97.2±12	91.5±9
二异丁基甲酮	0.50	94.6	94.4	96.3	94.6 ± 9	94.4±15	96.3±19	92.2	96.7	99.2±12	96.7±9
	5.00	91.5	91.7	93.7	91.5 ± 9	91.7±8	93.7±14	92.7	90.8	92.7±15	90.8±17
	5.00×10 ³	95.1	92.7	95.8	95.1 ± 9	92.7±21	95.8±14	96.0	90.7	96.0±11	90.7±10
3-辛酮	0.50	93.7	94.1	96.8	93.7 ± 12	94.1±12	96.8±21	94.0	98.5	94.0±6	98.5±14
	5.00	85.9	90.7	92.1	85.9 ± 10	90.7±12	92.1±5	92.8	88.6	92.8±11	88.6±15
	5.00×10 ³	95.0	93.3	97.4	95.0 ± 12	93.3±21	97.4±14	96.2	91.8	96.2±14	91.8±12
2-辛酮	0.50	92.4	94.4	96.4	92.4 ± 14	94.4±9	96.4±17	93.4	95.7	93.4±6	95.7±14
	5.00	92.0	92.2	92.7	92.0 ± 5	92.2±11	92.7±7	93.9	90.3	93.9±10	90.3±11
	5.00×10 ³	97.1	93.1	93.5	97.1 ± 13	93.1±11	93.5±13	95.0	88.5	95.0±17	88.5±18