

土壤和地下水 石油烃（ $C_{10}-C_{40}$ ）中脂肪族
和芳香族分类及分段的测定 气相色谱法

Soil and underground water-Determination of aliphatic and aromatic classification
and segmentation in petroleum hydrocarbons ($C_{10}-C_{40}$)-Gas chromatography

2024 - 04 - 02 发布

2024 - 07 - 01 实施

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 方法原理 1

5 试剂和材料 2

6 仪器和设备 2

7 样品 2

8 分析步骤 3

9 结果计算与表示 5

10 检出限 7

11 准确度 7

12 质量保证和质量控制 7

13 废物处理 7

14 注意事项 8

附录 A（资料性）芳香族标准溶液中化合物名称 9

附录 B（资料性）方法的准确度 10

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。

本文件由上海市生态环境局提出并组织实施。

本文件由上海市生态环境局归口。

本文件起草单位：上海市环境监测中心。

本文件主要起草人：张建萍、李忆馨、王臻、沈燕军。

土壤和地下水 石油烃（C₁₀—C₄₀）中脂肪族和芳香族分类及分段的测定 气相色谱法

警告：实验中使用的溶剂和标准溶液对人体健康有害，溶液配制及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，避免直接接触皮肤和衣物。

1 范围

本文件规定了土壤和地下水中石油烃（C₁₀—C₄₀）中脂肪族和芳香族分类及分段气相色谱法测定的方法原理、试剂和材料、仪器和设备、样品、分析步骤、结果计算与表示、检出限等的要求。

本文件适用于土壤中石油烃（C₁₀—C₄₀）浓度高于826 mg/kg和地下水中石油烃（C₁₀—C₄₀）浓度高于0.6 mg/L的脂肪族和芳香族分类及分段的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 894—2017 水质 可萃取性石油烃（C₁₀—C₄₀）的测定 气相色谱法
- HJ 1021—2019 土壤和沉积物 石油烃（C₁₀—C₄₀）的测定 气相色谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

石油烃（C₁₀—C₄₀）中脂肪族 aliphatic in petroleum hydrocarbons（C₁₀—C₄₀）
石油烃（C₁₀—C₄₀）中具有脂肪特性的混合物。

3.2

石油烃（C₁₀—C₄₀）中芳香族 aromatic in petroleum hydrocarbons（C₁₀—C₄₀）
石油烃（C₁₀—C₄₀）中具有芳香特性的混合物。

注：脂肪特性混合物包括烷烃、烯烃、炔烃和环烷烃及其衍生物，芳香特性混合物包括单环芳烃、多环芳烃及其衍生物。

4 方法原理

石油烃（C₁₀—C₄₀）提取液，经固相萃取柱吸附，依次用正己烷洗脱得到石油烃（C₁₀—C₄₀）中脂肪族，用二氯甲烷洗脱得到石油烃（C₁₀—C₄₀）中芳香族，洗脱液分别浓缩定容后，经色谱柱分离，氢火焰离子化检测器（flame ionization detector, FID）检测，保留时间定性，外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 试剂和材料包括但不限于：

- a) 正己烷 (C_6H_{14})：HPLC 级；
- b) 二氯甲烷 (CH_2Cl_2)：HPLC 级；
- c) 石油烃 ($C_{10}-C_{40}$) 中脂肪族标准溶液： ρ ($C_{10}-C_{40}$) = 31000 mg/L。单组分正构烷烃质量浓度均为 1000 mg/L，溶剂为正己烷。可直接购买有证标准溶液；
- d) 石油烃 ($C_{10}-C_{40}$) 中芳香族标准溶液： ρ = 32000 mg/L。16 种多环芳烃混合标准溶液，单组分芳香烃化合物质量浓度均为 2000 mg/L，溶剂为正己烷。可直接购买有证标准溶液。具体化合物种类见附录 A；
- e) 石油烃 ($C_{10}-C_{40}$) 中芳香族标准使用液： ρ = 3200 mg/L，溶剂为正己烷；
- f) 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)：在 450℃ 下灼烧 4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器中保存；
- g) 氮气：纯度 $\geq 99.999\%$ ；
- h) 氢气：纯度 $\geq 99.99\%$ ；
- i) 空气：经变色硅胶除水和经除烃管除烃的空气，或经 5 Å 分子筛净化的无油空气。

5.2 除非另有说明，分析时均使用分析纯试剂，实验用水为新制备的蒸馏水或去离子水。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪

选用的气相色谱仪应具备分流/不分流进样口，可程序升温，具有氢火焰离子化检测器 (FID) 和柱补偿功能，能实现一定时间范围内峰面积加和功能。

6.2 色谱柱

石英毛细管色谱柱，长 30 m，内径 320 μm ，膜厚 0.25 μm ，固定相为 5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷，或其它等效的色谱柱。

6.3 浓缩装置

氮吹浓缩仪或旋转蒸发装置，或其他等效浓缩装置。

6.4 固相萃取柱

混合型弱阴离子交换反相柱，填料规格为：含亲水基团的聚苯乙烯/二乙烯基苯共聚物上键合哌嗪基团，粒径 50 μm 、孔径 80 Å、比表面积 800 m^2/g ，柱规格为：柱体积 12 mL、填料填量 1500 mg。

6.5 微量注射器

注射器容量为 10 μL 、100 μL 、1000 μL 。

6.6 其它

烧杯、浓缩管、进样小瓶等一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集和保存

7.1.1 按 HJ 1021—2019 中 7.1 的相关规定进行土壤和沉积物样品的采集和保存。

7.1.2 按 HJ 894—2017 中 7.1 的相关规定进行地下水样品的采集和保存。

7.1.3 石油烃 (C₁₀—C₄₀) 提取液, 4℃ 以下密封、避光保存, 于 40 d 内完成分析。

7.2 样品的制备

7.2.1 按 HJ 1021—2019 中 7.2 至 7.4 的相关规定进行土壤和沉积物样品的提取和净化。

7.2.2 按 HJ 894—2017 中 7.2 的相关规定进行地下水样品的提取和净化。

7.2.3 若提取液溶剂为非正己烷, 需进行溶剂转换至正己烷, 再定容至 1.0 mL。

7.3 试样的制备

7.3.1 固相萃取柱活化

使用符合 5.1 b) 的二氯甲烷 15 mL, 按每次 5 mL 共三次活化符合 6.4 的固相萃取柱, 再使用符合 5.1 a) 的正己烷 10 mL, 按每次 5 mL 共二次活化该柱, 每次加入试剂前应等柱上溶剂近干。

7.3.2 石油烃 (C₁₀—C₄₀) 中脂肪族试样的收集

将 1 mL 石油烃 (C₁₀—C₄₀) 提取液全部转移至 7.3.1 中已活化后的固相萃取柱中, 收集石油烃 (C₁₀—C₄₀) 中脂肪族流出液, 待柱上提取液近干时, 使用符合 5.1 a) 的正己烷 6 mL, 按每次 2 mL 共三次洗脱该柱, 在同一收集管中继续收集石油烃 (C₁₀—C₄₀) 中脂肪族流出液至近干。将石油烃 (C₁₀—C₄₀) 中脂肪族流出液浓缩, 定容至 1.0 mL。

7.3.3 石油烃 (C₁₀—C₄₀) 中芳香族试样的收集

待 7.3.2 中固相萃取柱上正己烷近干时, 使用符合 5.1 b) 的二氯甲烷 10 mL, 按每次 5 mL 共二次洗脱该柱, 收集全部石油烃 (C₁₀—C₄₀) 中芳香族流出液。将石油烃 (C₁₀—C₄₀) 中芳香族流出液浓缩, 定容至 1.0 mL。

7.4 实验室空白试样的制备

取符合 5.1 a) 的正己烷 1 mL, 按与 7.3 试样的制备相同的步骤进行实验室空白试样的制备。

8 分析步骤

8.1 气相色谱参考条件

8.1.1 进样口温度: 300℃。

8.1.2 进样方式: 不分流进样。

8.1.3 柱温: 初始温度 50℃ 保持 2 min, 以 40℃/min 的速率升至 230℃, 以 20℃/min 的速率升至 320℃ 保持 20 min。

8.1.4 气体流量: 符合 5.1 g) 的氮气: 1.5 mL/min, 符合 5.1 h) 的氢气: 30 mL/min, 符合 5.1 i) 的空气: 300 mL/min。

8.1.5 检测器温度: 325℃; 进样量: 1.0 μL。

8.2 校准

8.2.1 保留时间窗的确定

8.2.1.1 石油烃 (C₁₀—C₄₀) 中脂肪族各段的保留时间应符合表 1。

表 1 石油烃（C₁₀–C₄₀）中脂肪族的保留时间

	第一段 C ₁₀ –C ₁₂	第二段 C ₁₃ –C ₁₆	第三段 C ₁₇ –C ₂₁	第四段 C ₂₂ –C ₄₀
开始时间	C ₁₀ 出峰开始	C ₁₃ 出峰开始	C ₁₇ 出峰开始	C ₂₂ 出峰开始
结束时间	C ₁₃ 出峰开始前	C ₁₇ 出峰开始前	C ₂₂ 出峰开始前	C ₄₀ 出峰结束

8.2.1.2 石油烃（C₁₀–C₄₀）中芳香族各段的保留时间应符合表 2。

表 2 石油烃（C₁₀–C₄₀）中芳香族的保留时间

	第一段 C ₁₀ –C ₁₂	第二段 C ₁₃ –C ₁₆	第三段 C ₁₇ –C ₂₁	第四段 C ₂₂ –C ₄₀
开始时间	C ₁₀ 出峰开始	$\frac{1}{2} (C_{12}-C_{13})$	$\frac{1}{2} (C_{16}-C_{17})$	$\frac{1}{2} (C_{21}-C_{22})$
结束时间	$\frac{1}{2} (C_{12}-C_{13})$	$\frac{1}{2} (C_{16}-C_{17})$	$\frac{1}{2} (C_{21}-C_{22})$	C ₄₀ 出峰结束
注： $\frac{1}{2} (C_i-C_j)$ 为 C _i 出峰结束至 C _j 出峰开始的中间位置。				

8.2.2 校准曲线的建立

8.2.2.1 脂肪族校准曲线的建立

用符合 6.5 的微量注射器分别移取 8 μL、25 μL、50 μL、100 μL、300 μL 符合 5.1c) 的石油烃（C₁₀–C₄₀）脂肪族标准溶液，用符合 5.1a) 的正己烷定容至 1.0 mL，混匀，配制石油烃（C₁₀–C₄₀）中脂肪族标准系列，见表 3。

表 3 石油烃（C₁₀–C₄₀）中脂肪族标准系列

单位为毫克每升

序列	第一段 C ₁₀ –C ₁₂	第二段 C ₁₃ –C ₁₆	第三段 C ₁₇ –C ₂₁	第四段 C ₂₂ –C ₄₀
1	24	32	40	152
2	75	100	125	475
3	150	200	250	950
4	300	400	500	1900
5	900	1200	1500	5700

按照 8.1 气相色谱参考条件，从低浓度到高浓度依次测定。以浓度为横坐标，以 8.2.1 确定的保留时间窗内总峰面积为纵坐标，建立校准曲线。

8.2.2.2 芳香族校准曲线的建立

用符合 6.5 的微量注射器分别移取 3 μL、5 μL、30 μL、50 μL、100 μL 符合 5.1e) 的石油烃（C₁₀–C₄₀）芳香族标准溶液，用符合 5.1a) 的正己烷定容至 1.0 mL，混匀，配制成石油烃（C₁₀–C₄₀）中

芳香族标准系列，见表 4。

表 4 石油烃（C₁₀-C₄₀）中芳香族标准系列

单位为毫克每升

序列	第一段 C ₁₀ -C ₁₂	第二段 C ₁₃ -C ₁₆	第三段 C ₁₇ -C ₂₁	第四段 C ₂₂ -C ₄₀
1	1.8	3	3	1.8
2	3	5	5	3
3	18	30	30	18
4	30	50	50	30
5	60	100	100	60

按照 8.1 气相色谱参考条件，从低浓度到高浓度依次测定。以浓度为横坐标，以 8.2.1 确定的保留时间窗内总峰面积为纵坐标，建立校准曲线。

8.3 试样测定

按照与8.2.2校准曲线的建立相同仪器参考条件进行7.3中试样的测定。

8.4 实验室空白试验

按照与8.3试样测定相同的步骤进行7.4实验室空白试样的测定。

9 结果计算与表示

9.1 定性分析

9.1.1 脂肪族定性分析

根据 8.2.1 确定的保留时间窗对目标化合物进行定性，即从 C_i 出峰开始至 C_j 出峰结束连接一条水平基线进行积分。在 8.1 规定的参考色谱条件下，石油烃（C₁₀-C₄₀）中脂肪族参考色谱图见图 1。

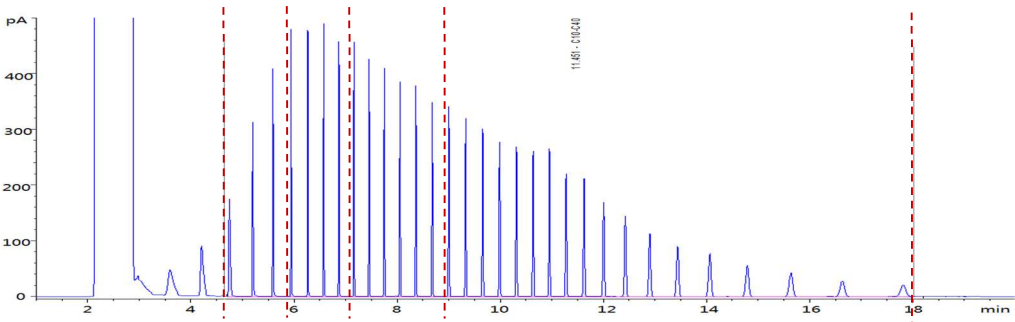


图1 石油烃（C₁₀-C₄₀）中脂肪族四段参考色谱图

9.1.2 芳香族定性分析

根据 8.2.1 确定的保留时间窗对目标化合物进行定性，即从 C_i 出峰开始至 C_j 出峰结束连接一条水平基线进行积分。在 8.1 规定的参考色谱条件下，石油烃（C₁₀-C₄₀）中芳香族参考色谱图见图 2。

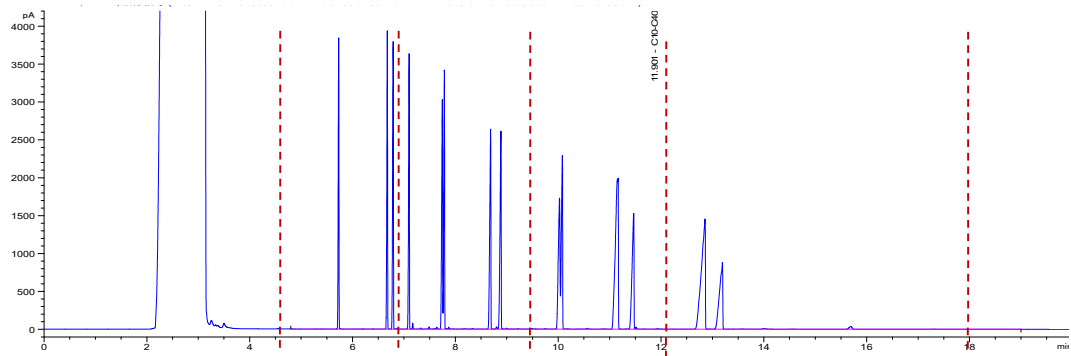


图2 石油烃（C₁₀-C₄₀）中芳香族四段参考色谱图

9.2 定量分析

9.2.1 根据 8.2.2 建立的校准曲线，石油烃（C_i-C_j）定性时间窗内总峰面积，外标法定量。

9.2.2 由于分析石油烃（C₁₀-C₄₀）的气相色谱条件会引起显著的柱流失，使基线上升，因此石油烃（C₁₀-C₄₀）的总峰面积应扣除柱流失的面积。

注：测定石油烃（C_i-C_j）时，一些化合物不能色谱分离导致在色谱图上出现“驼峰”，这是不同油品特征峰。

9.3 结果计算

9.3.1 土壤中石油烃（C₁₀-C₄₀）中脂肪族和芳香族含量，按公式（1）进行计算：

$$W_{(C_i-C_j)} = \frac{\rho_{(C_i-C_j)} \times V}{m \times W_{dm}} \quad (1)$$

式中：

$W_{(C_i-C_j)}$ ——土壤中石油烃（C₁₀-C₄₀）中脂肪族和芳香族的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$\rho_{(C_i-C_j)}$ ——由校准曲线计算所得石油烃（C_i-C_j）的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——流出液浓缩定容后的体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品量（湿重），单位为克（g）；

W_{dm} ——土壤干物质含量，以百分数表示。

9.3.2 地下水中石油烃（C₁₀-C₄₀）中脂肪族和芳香族含量，按公式（2）进行计算：

$$\rho'_{(C_i-C_j)} = \frac{\rho_{(C_i-C_j)} \times V}{V'} \quad (2)$$

式中：

$\rho'_{(C_i-C_j)}$ ——地下水中石油烃（C₁₀-C₄₀）中脂肪族和芳香族的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

$\rho_{(C_i-C_j)}$ ——由校准曲线计算所得石油烃（C_i-C_j）的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——流出液浓缩定容后的体积，单位为毫升（mL）；

V' ——样品取样体积，单位为毫升（mL）。

9.4 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与HJ 1021—2019中第1章和HJ 894—2017中第1章规定的方法检出限一致，最多保留3位有效数字。

10 检出限

10.1 土壤中的方法检出限为 6 mg/kg，测定下限为 24 mg/kg。

10.2 地下水中的方法检出限为 0.01 mg/L，测定下限为 0.04 mg/L。

11 准确度

11.1 6 家实验室对石油烃（C₁₀—C₄₀）中脂肪族和芳香族的石英砂空白加标样品、土壤样品、有证标准土壤样品和地下水样品，分别进行了 6 次重复测定，得到实验室内相对标准偏差、实验室间相对标准偏差、重复性限、再现性限的精密度数据，见附录 B。

11.2 6 家实验室对石油烃（C₁₀—C₄₀）中脂肪族和芳香族的石英砂空白加标样品、土壤样品、有证标准土壤样品和地下水样品，分别进行了 6 次重复测定，得到加标回收率、加标回收率最终值的正确度数据，见附录 B。

12 质量保证和质量控制

12.1 空白试验

每分析20个样品或每批次（少于20个样品时为一批）至少分析一个实验室空白。实验室空白测定结果应低于方法检出限。

12.2 校准

校准曲线的相关系数应不小于 0.999。每分析 20 个样品或每批次（少于 20 个样品时为一批）进行一次校准，校准点测定值的相对误差应在±10%以内。

当校准时目标物的保留时间窗与建立校准曲线时目标物的保留时间窗不一致时，应重新按9.1确定保留时间窗。

12.3 样品平行和样品加标

土壤按HJ 1021—2019中的11.3和11.4执行、地下水按HJ 894—2017中第11章执行。平行样测定结果的相对偏差应不大于25%，样品加标的加标回收率应在50%~140%。

12.4 空白加标

取符合5.1 a) 的正己烷1 mL，加入校准曲线中间点附近浓度的符合5.1c) 的石油烃（C₁₀—C₄₀）中脂肪族标准溶液与符合5.1e) 的石油烃（C₁₀—C₄₀）中芳香族标准溶液，按7.3规定的步骤进行实验室空白加标测定，每分析20个样品或每批次（少于20个样品时为一批）进行一次空白加标，加标回收率应在70%~120%。

13 废物处理

实验中产生的废液和废物应集中收集，分类保存，并做好相应标识，委托有资质的单位进行处理。

14 注意事项

14.1 分析样品前应检查柱补偿，避免柱流失变化带来误差。如扣除柱补偿后基线仍然维持在较高的水平，则应查明原因，必要时更换进样口、老化色谱柱以及烘烤检测器，重新进行柱补偿分析。

14.2 每批次固相萃取柱应做空白和空白加标验收，空白测定结果不得超过 HJ 1021 中第 1 章和 HJ 894 中第 1 章规定的方法检出限，空白加标回收率应满足本文件中 12.4 的要求。

14.3 如土壤样品测定值超过校准曲线最高点，应减少取样量，最少不应低于 1.0 g，重新按 HJ 1021—2019 中的 7.4 进行样品制备，不得稀释测定。

14.4 当土壤取样量为 1.0 g，样品测定值仍超校准曲线最高点时，重新按 HJ 1021—2019 中的 7.4 进行样品制备，并可适当增大浓缩定容体积。

14.5 当地下水样品测定值超过校准曲线最高点，重新按 HJ 894—2017 中的 7.2 进行样品制备，并可适当增大浓缩定容体积。

附 录 A
(资料性)
芳香族标准溶液中化合物名称

表 A.1 给出了石油烃（C₁₀–C₄₀）中芳香族标准溶液所含 16 种化合物中英文名称。

表 A.1 芳香族标准溶液中化合物名称

序号	名称	英文名
1	萘	Naphthalene
2	萘烯	Acenaphthylene
3	萘	Acenaphthene
4	芴	Fluorene
5	荧蒹	Fluoranthene
6	菲	Phenanthrene
7	蒽	Anthracene
8	芘	Pyrene
9	苯并[<i>a</i>]蒽	Benzo(<i>a</i>)anthracene
10	蒎	Chrysene
11	苯并[<i>b</i>]荧蒹	Benzo(<i>b</i>)fluoranthene
12	苯并[<i>k</i>]荧蒹	Benzo(<i>k</i>)fluoranthene
13	苯并[<i>a</i>]芘	Benzo(<i>a</i>)pyrene
14	茚并[1,2,3- <i>cd</i>]芘	Indeno(1,2,3- <i>cd</i>)pyrene
15	二苯并[<i>a,h</i>]蒽	Dibenz (<i>a,h</i>)anthracene
16	苯并[<i>g,h,i</i>]芘	Benzo(<i>g,h,i</i>)perylene

附 录 B
(资料性)
方法的准确度

表 B. 1~B. 2 中给出了方法的精密度和正确度汇总数据。

表 B. 1 方法的精密度

样品		化合物	总均值 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 r mg/kg	再现性限 R mg/kg
空白加标 样品 1	脂肪族	C ₁₀ -C ₁₂	11	1.3~6.2	17	1	6
		C ₁₃ -C ₁₆	17	2.1~6.8	8.1	2	4
		C ₁₇ -C ₂₁	23	2.1~7.0	12	3	8
		C ₂₂ -C ₄₀	73	1.7~3.7	12	6	26
	芳香族	C ₁₀ -C ₁₂	2	4.5~9.1	17	0.5	1
		C ₁₃ -C ₁₆	3	3.8~8.6	14	1	1
		C ₁₇ -C ₂₁	3	2.5~7.9	19	0.5	2
		C ₂₂ -C ₄₀	2	3.7~14	20	0.5	1
空白加标 样品 2	脂肪族	C ₁₀ -C ₁₂	31	1.9~8.3	12	4	11
		C ₁₃ -C ₁₆	43	2.4~8.5	11	6	14
		C ₁₇ -C ₂₁	55	2.2~8.6	14	9	23
		C ₂₂ -C ₄₀	214	2.6~8.9	11	39	74
	芳香族	C ₁₀ -C ₁₂	6	3.1~7.9	16	1	3
		C ₁₃ -C ₁₆	10	3.7~7.7	10	1	3
		C ₁₇ -C ₂₁	9	3.1~7.8	17	2	5
		C ₂₂ -C ₄₀	6	3.2~7.6	14	1	3
土壤样品	脂肪族	C ₁₀ -C ₁₂	92	0.3~14	10	20	32
		C ₁₃ -C ₁₆	243	0.4~15	19	35	136
		C ₁₇ -C ₂₁	190	0.5~15	21	29	115
		C ₂₂ -C ₄₀	601	0.8~14	17	118	308
	芳香族	C ₁₀ -C ₁₂	5	1.0~7.1	8.4	0.4	1
		C ₁₃ -C ₁₆	9	1.1~7.1	5.5	0.9	2
		C ₁₇ -C ₂₁	7	1.1~7.8	13	1.0	3
		C ₂₂ -C ₄₀	5	1.5~25	10	1.6	2
有证标准 土壤样品	脂肪族	C ₁₀ -C ₁₂	ND	—	—	—	—
		C ₁₃ -C ₁₆	ND	—	—	—	—
		C ₁₇ -C ₂₁	ND	—	—	—	—
		C ₂₂ -C ₄₀	482	0.5~10	8.9	84	143
	芳香族	C ₁₀ -C ₁₂	3	0.6~14	6.1	0.5	1
		C ₁₃ -C ₁₆	6	0.6~12	4.4	0.9	1
		C ₁₇ -C ₂₁	5	0.7~12	14	0.9	2
		C ₂₂ -C ₄₀	3	0.6~8.9	12	0.5	1

表 B.1 方法的精密度（续）

样品		化合物	总均值 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 <i>r</i> mg/kg	再现性限 <i>R</i> mg/kg
地下水 样品	脂肪族	C ₁₀ –C ₁₂	0.06	0.8~9.8	11	0.01	0.02
		C ₁₃ –C ₁₆	0.13	1.1~9.1	14	0.02	0.05
		C ₁₇ –C ₂₁	0.10	1.6~8.7	17	0.01	0.05
		C ₂₂ –C ₄₀	0.30	1.1~14	28	0.06	0.24
	芳香族	C ₁₀ –C ₁₂	0.01	1.1~16	10	0.002	0.004
		C ₁₃ –C ₁₆	0.02	2.3~16	8.4	0.005	0.007
		C ₁₇ –C ₂₁	0.02	2.9~14	10	0.005	0.007
		C ₂₂ –C ₄₀	0.01	3.3~13	12	0.002	0.004

表 B.2 方法的正确度

样品		化合物	加标浓度 mg/kg	加标回收率 %	加标回收率最终值 %
空白加标 样品 1	脂肪族	C ₁₀ –C ₁₂	13	57.9~99.2	87.5±31
		C ₁₃ –C ₁₆	17	87.6~105	96.9±16
		C ₁₇ –C ₂₁	22	91.7~120	106±25
		C ₂₂ –C ₄₀	83	71.3~101	88.6±22
	芳香族	C ₁₀ –C ₁₂	1.8	95.8~139	115±34
		C ₁₃ –C ₁₆	3.0	81.6~115	100±23
		C ₁₇ –C ₂₁	3.0	78.2~113	95.5±29
		C ₂₂ –C ₄₀	1.8	85.3~119	100±28
空白加标 样品 2	脂肪族	C ₁₀ –C ₁₂	38	68.8~95	82.3±19
		C ₁₃ –C ₁₆	50	71.4~97.7	85.8±19
		C ₁₇ –C ₂₁	63	74.3~104	88.6±25
		C ₂₂ –C ₄₀	238	75.5~101	90.1±20
	芳香族	C ₁₀ –C ₁₂	6.0	84.9~138	108±36
		C ₁₃ –C ₁₆	10	82.2~104	95.7±18
		C ₁₇ –C ₂₁	10	66.3~110	92.5±32
		C ₂₂ –C ₄₀	6.0	80.3~124	103±30
地下水 样品	脂肪族	C ₁₀ –C ₁₂	0.08	65.5~84.6	73.3±16
		C ₁₃ –C ₁₆	0.16	63.0~93.9	81.5±22
		C ₁₇ –C ₂₁	0.12	64.3~103	85.3±28
		C ₂₂ –C ₄₀	0.34	55.5~116	87.9±49
	芳香族	C ₁₀ –C ₁₂	0.01	99.3~130	113±23
		C ₁₃ –C ₁₆	0.02	97.8~121	108±18
		C ₁₇ –C ₂₁	0.02	73.3~99.0	91.5±19
		C ₂₂ –C ₄₀	0.01	80.9~114	99.0±24

表 B.2 方法的正确度（续）

样品		化合物	标准值 mg/kg	相对误差 %	相对误差最终值 %
土壤样品	脂肪族	C ₁₀ -C ₁₂	104	-19~1.8	-11±18
		C ₁₃ -C ₁₆	273	-39~7.1	-11±34
		C ₁₇ -C ₂₁	221	-43~3.5	-14±36
		C ₂₂ -C ₄₀	703	-34~-1.2	-15±29
	芳香族	C ₁₀ -C ₁₂	6	-31~-16	-21±13
		C ₁₃ -C ₁₆	10	-17~-2.3	-9.1±10
		C ₁₇ -C ₂₁	10	-42~-17	-25±19
		C ₂₂ -C ₄₀	6	-30~-8.8	-19±17
有证标准 土壤样品	脂肪族	C ₁₀ -C ₁₂	—	—	—
		C ₁₃ -C ₁₆	—	—	—
		C ₁₇ -C ₂₁	—	—	—
		C ₂₂ -C ₄₀	509	-18~7.5	-5.3±17
	芳香族	C ₁₀ -C ₁₂	4	-22~-8.9	-15±10
		C ₁₃ -C ₁₆	6	-10~2.6	-3.4±8.4
		C ₁₇ -C ₂₁	6	-36~-1.2	-13±23
		C ₂₂ -C ₄₀	4	-26~-4.5	-15±20