

HJ

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1289—2023

土壤和沉积物 15 种酮类和 6 种醚类 化合物的测定 顶空/气相色谱-质谱法

Soil and sediment—Determination of 15 ketone and 6 ether
compounds—Headspace/gas chromatography-mass spectrometry

本电子版为正式标准文本，由生态环境部环境标准研究所审校排版。

2023-02-09 发布

2023-08-01 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.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 样品.....	2
7 分析步骤.....	3
8 结果计算与表示.....	5
9 准确度.....	7
10 质量保证和质量控制.....	8
11 废物处置.....	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） 目标化合物的定量参数.....	11
附录 C（资料性附录） 方法的准确度.....	12



前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国土壤污染防治法》，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范土壤和沉积物中 15 种酮类和 6 种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 15 种酮类和 6 种醚类化合物的顶空/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。

本标准主要起草单位：黑龙江省哈尔滨生态环境监测中心。

本标准验证单位：黑龙江省生态环境监测中心、吉林省长春生态环境监测中心、山西省太原生态环境监测中心、辽宁省鞍山生态环境监测中心、黑龙江省齐齐哈尔生态环境监测中心和黑龙江省大庆生态环境监测中心。

本标准生态环境部 2023 年 2 月 9 日批准。

本标准自 2023 年 8 月 1 日起实施。

本标准由生态环境部解释。

土壤和沉积物 15 种酮类和 6 种醚类化合物的测定

顶空/气相色谱-质谱法

警告：实验中使用的部分试剂和标准物质具有较高的毒性或致癌性，溶液配制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 15 种酮类和 6 种醚类化合物的顶空/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 15 种酮类和 6 种醚类化合物的测定。

当取样量为 2.0 g，顶空瓶体积为 22 ml，饱和氯化钠溶液体积为 10 ml 时，15 种酮类和 6 种醚类化合物的方法检出限为 0.1 mg/kg~2 mg/kg，测定下限为 0.4 mg/kg~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。

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 25.2	建设用地土壤污染风险管控和修复监测技术导则
HJ/T 166	土壤环境监测技术规范
HJ 494	水质 采样技术指导
HJ 613	土壤 干物质和水分的测定 重量法
HJ 1019	地块土壤和地下水中挥发性有机物采样技术导则

3 方法原理

在一定温度密封条件下，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经气相色谱分离、质谱检测。根据保留时间、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和分析纯试剂。实验用水为不含目标化合物的纯水。

4.1 甲醇（CH₃OH）：农残级或等效级。

HJ 1289—2023

4.2 氯化钠 (NaCl)。

使用前于 400 °C 灼烧 4 h，冷却后密封保存在磨口玻璃瓶中。

4.3 饱和氯化钠溶液。

用氯化钠 (4.2) 配制成饱和溶液。

4.4 标准溶液： $\rho=2000\ \mu\text{g}/\text{ml}\sim 20000\ \mu\text{g}/\text{ml}$ 。

可用标准物质配制，甲醇 (4.1) 为溶剂，-10 °C 以下密封、避光，可保存 2 个月。也可直接购买有证标准溶液，参照产品说明书保存。

4.5 内标溶液： $\rho=2000\ \mu\text{g}/\text{ml}$ 。

选用氟苯作为内标，也可选用目标化合物的同位素化合物作为内标。可直接购买有证标准溶液，参照产品说明书保存。

4.6 替代物溶液： $\rho=2000\ \mu\text{g}/\text{ml}$ 。

选用 4-甲基-2-戊酮- d_5 作为替代物，也可选用其他目标化合物的同位素化合物作为替代物。可直接购买有证标准溶液，参照产品说明书保存。

4.7 4-溴氟苯 (BFB)： $\rho=25\ \mu\text{g}/\text{ml}$ 。

可直接购买有证标准溶液，参照产品说明书保存。

4.8 石英砂：粒径 0.3 mm~0.8 mm (50 目~20 目)。

使用前于 400 °C 灼烧 4 h，冷却后密封保存在磨口玻璃瓶中。

4.9 氦气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱仪：气相色谱具有分流/不分流进样口，柱温箱可程序升温。质谱具有电子轰击 (EI) 源。

5.2 自动顶空进样器：温度控制范围在室温至 80 °C 可调，传输线温度范围在室温至 100 °C 可调。

5.3 色谱柱：长 30 m，内径 0.25 mm，膜厚 1.4 μm ，固定相为 6% 腈丙苯基/94% 二甲基聚硅氧烷，或其他等效色谱柱。

5.4 样品瓶：容积不小于 60 ml 棕色广口玻璃瓶。

5.5 顶空瓶：22 ml 螺旋口顶空瓶，密封盖具有聚四氟乙烯衬垫。

5.6 冷藏箱。

5.7 天平：实际分度值为 0.01 g。

5.8 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

6.1.1 样品的采集

按照 HJ/T 166 和 HJ 25.2 的相关规定进行土壤样品采集，按照 GB 17378.3 和 HJ 494 的相关规定进行沉积物样品采集。现场采集土壤样品时，可参照 HJ 1019 采用便携式有机物快速测定仪对样品浓度进行筛查，根据筛查结果进行样品采集；若不能进行样品浓度筛查，可同时采集低浓度、高浓度和水分含量三份样品。

注：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、

甲基叔丁基酮、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。

6.1.2 低浓度样品的采集

采样前，在预先洗净、烘干的顶空瓶（5.5）中加入 10 ml 饱和氯化钠溶液（4.3），称重（精确至 0.01 g）并记录其质量 m_1 。采样时，采集约 2 g 样品至顶空瓶中，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，置于冷藏箱（5.6）内冷藏、避光运输。

6.1.3 高浓度样品的采集

采样前，在预先洗净、烘干的顶空瓶（5.5）中加入 10 ml 甲醇（4.1），称重（精确至 0.01 g）并记录其质量 m_1 。采样时，采集约 2 g 样品至顶空瓶中，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，置于冷藏箱（5.6）内冷藏、避光运输。

6.1.4 测定水分含量样品的采集

按照 HJ/T 166、GB 17378.3 和 HJ 494 的相关规定，将样品尽快采集到样品瓶（5.4）中，置于冷藏箱（5.6）内冷藏、避光运输。

6.1.5 样品的保存

样品到达实验室后，应尽快分析。若不能及时分析，应将样品于 4 °C 以下冷藏、避光保存，保存期为 14 d。样品存放区域应无目标化合物干扰。

6.2 水分的测定

按照 HJ 613 测定土壤样品干物质含量；按照 GB 17378.5 测定沉积物样品含水率。

6.3 试样的制备

6.3.1 低浓度试样的制备

取出低浓度样品（6.1.2），恢复至室温，称重（精确至 0.01 g）并记录其质量 m_2 。向样品中加入 5 μ l 替代物溶液（4.6）和 5 μ l 内标溶液（4.5），充分振荡，待测。

6.3.2 高浓度试样的制备

取出高浓度样品（6.1.3），恢复至室温，称重（精确至 0.01 g）并记录其质量 m_2 。充分振荡，静置沉降后，移取 10 μ l~100 μ l 甲醇提取液至含有 2 g 石英砂（4.8）和 10 ml 饱和氯化钠溶液（4.3）的顶空瓶（5.5）中，立即密封，再加入 5 μ l 替代物溶液（4.6）和 5 μ l 内标溶液（4.5），充分振荡，待测。

6.4 空白试样的制备

用石英砂（4.8）代替样品，低浓度样品空白按照与低浓度试样的制备（6.3.1）相同的步骤制备空白试样，高浓度样品空白按照与高浓度试样的制备（6.3.2）相同的步骤制备空白试样。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 自动顶空进样器

加热平衡时间：30 min；加热平衡温度：60 ℃；传输线温度：90 ℃；进样时间：0.04 min（或进样体积：250 μl）。其他参数根据顶空进样器说明书设定。

7.1.2 气相色谱

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：氦气（4.9）；柱流量：1.2 ml/min（恒流）。

7.1.3 质谱

数据采集方式：全扫描模式（Scan）；质量扫描范围：43 amu~270 amu；电离电压：70 eV；离子化温度：230 ℃；接口温度：250 ℃。

7.2 校准

7.2.1 仪器性能检查

样品分析前，使用 BFB（4.7）对气相色谱-质谱系统进行仪器性能检查。进样口直接进样 1.0 μl，分析条件参照 7.1.2 和 7.1.3，得到的 BFB 关键离子丰度应符合表 1 要求。

表 1 BFB 关键离子丰度标准

质荷比 (m/z)	离子丰度标准	质荷比 (m/z)	离子丰度标准
50	基峰的 15%~40%	174	大于基峰的 50%
75	基峰的 30%~60%	175	174 峰的 5%~9%
95	基峰, 100%相对丰度	176	174 峰的 95%~101%
96	基峰的 5%~9%	177	176 峰的 5%~9%
173	小于 174 峰的 2%	—	—

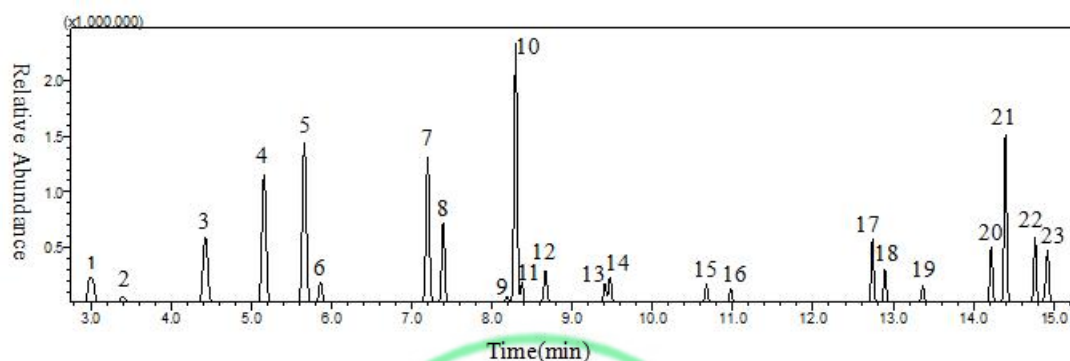
7.2.2 校准曲线的建立

向 5 支顶空瓶（5.5）中依次加入 10 ml 饱和氯化钠溶液（4.3）和 2 g 石英砂（4.8），再分别向顶空瓶中移取一定量的标准溶液（4.4）和替代物溶液（4.6），配制成标准系列（标准系列中标准物质参考含量见表 2），立即密封，加入 5 μl 内标溶液（4.5），充分振荡，待测。按照仪器参考条件（7.1）进行分析。可用平均相对响应因子法或校准曲线法进行校准曲线绘制。

在本标准推荐的仪器参考条件下，目标化合物的总离子色谱图见图 1。

表 2 标准系列中标准物质参考含量

目标化合物	标准系列中标准物质的含量 (μg)				
	CS-1	CS-2	CS-3	CS-4	CS-5
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 (替代物)、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	1.0	2.0	10.0	20.0	100
丙酮、2-丁酮、环戊酮、环己酮	10	20	100	200	1000



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 目标化合物的总离子色谱图

7.3 试样测定

按照与校准曲线的建立（7.2.2）相同的仪器条件进行试样（6.3）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（6.4）的测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

通过样品中目标化合物与标准系列中目标化合物的保留时间、碎片离子质荷比及其丰度等信息比较，对目标化合物进行定性。样品中目标化合物的保留时间与标准溶液中该化合物的保留时间的相对偏差控制在 $\pm 3\%$ 以内。

目标化合物标准质谱图中相对丰度高于30%的所有离子应在样品质谱图中存在，样品质谱图和标准质谱图中上述特征离子的相对丰度偏差应在 $\pm 30\%$ 以内。分子离子峰，即使其相对丰度低于30%，也应该作为判别化合物的依据。如果实际样品存在明显的背景干扰，应扣除背景影响。

8.2 定量分析

目标化合物经定性鉴别后，根据定量离子的峰面积或峰高，采用内标法定量。当样品中目标化合物的定量离子有干扰时，可使用辅助离子定量。定量离子和辅助离子参见附录B。

8.2.1 用平均相对响应因子法计算

标准系列中第*i*点目标化合物（或替代物）的相对响应因子（ RRF_i ），按公式（1）进行计算。

$$RRF_i = \frac{A_i}{A_{IS}} \times \frac{m_{IS}}{m_i} \quad (1)$$

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

A_i ——标准系列中第 i 点目标化合物（或替代物）定量离子的响应值；

A_{is} ——标准系列中内标物定量离子的响应值；

m_{is} ——标准系列中内标物的含量， μg ；

m_i ——标准系列中第 i 点目标化合物（或替代物）的含量， μg 。

标准系列中目标化合物（或替代物）的平均相对响应因子（ \overline{RRF} ），按公式（2）进行计算。

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

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

RRF_i ——标准系列中第 i 点目标化合物（或替代物）的相对响应因子；

n ——标准系列点数。

试样中目标化合物（或替代物）的含量 m_x ，按公式（3）进行计算。

$$m_x = \frac{A_x \times m_{is}}{A_{is} \times \overline{RRF}} \quad (3)$$

式中： m_x ——试样中目标化合物（或替代物）的含量， μg ；

A_x ——试样中目标化合物（或替代物）定量离子的响应值；

m_{is} ——试样中内标物的含量， μg ；

A_{is} ——试样中内标物定量离子的响应值；

\overline{RRF} ——目标化合物（或替代物）的平均相对响应因子。

8.2.2 用校准曲线法计算

以目标化合物（或替代物）含量为横坐标，以目标化合物（或替代物）与内标物定量离子响应值的比值和内标物含量的乘积为纵坐标，建立校准曲线。试样中目标化合物（或替代物）含量通过相应的校准曲线计算。

8.3 结果计算

8.3.1 土壤样品结果计算

土壤样品中目标化合物（或替代物）的浓度 w ，按公式（4）进行计算。

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

式中： w ——样品中目标化合物（或替代物）的浓度， mg/kg ；

m_x ——试样中目标化合物（或替代物）的含量， μg ；

m ——称取样品的质量（湿重 $m_2 - m_1$ ）， g ；

W_{dm} ——样品干物质含量， $\%$ ；

D ——提取液的稀释倍数。

8.3.2 沉积物样品结果计算

沉积物样品中目标化合物（或替代物）的浓度 w ，按公式（5）进行计算。

$$w = \frac{m_x \times D}{m \times (1 - W_{H_2O})} \quad (5)$$

式中： w ——样品中目标化合物（或替代物）的浓度，mg/kg；

m_x ——试样中目标化合物（或替代物）的含量， μg ；

m ——称取样品的质量（湿重 $m_2 - m_1$ ），g；

W_{H_2O} ——样品含水率，%；

D ——提取液的稀释倍数。

8.4 结果表示

测定结果小数点后位数与方法检出限一致，最多保留 3 位有效数字。

9 准确度

9.1 精密度

6 家实验室对 18 种酮类和醚类化合物（包括替代物）加标浓度为 0.50 mg/kg、5.00 mg/kg、 5.00×10^3 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 3.0%~15%、0.4%~14%、1.1%~19%；实验室间相对标准偏差分别为 0.8%~8.0%、0.8%~9.2%、4.0%~12%；重复性限分别为 0.1 mg/kg~0.2 mg/kg、0.4 mg/kg~1.4 mg/kg、 7.7×10^2 mg/kg~ 1.9×10^3 mg/kg；再现性限分别为 0.1 mg/kg~0.2 mg/kg、0.4 mg/kg~1.4 mg/kg、 1.0×10^3 mg/kg~ 2.1×10^3 mg/kg。6 家实验室对其他 4 种酮类化合物加标浓度为 5.00 mg/kg、50.0 mg/kg、 5.00×10^4 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 1.4%~12%、0.2%~4.0%、1.2%~18%；实验室间相对标准偏差分别为 1.7%~2.7%、0.6%~1.4%、4.1%~20%；重复性限分别为 0.6 mg/kg~1.3 mg/kg、3.0 mg/kg~5.7 mg/kg、 1.4×10^4 mg/kg~ 1.8×10^4 mg/kg；再现性限分别为 0.7 mg/kg~1.4 mg/kg、3.4 mg/kg~6.1 mg/kg、 1.5×10^4 mg/kg~ 4.2×10^4 mg/kg。

6 家实验室对 18 种酮类和醚类化合物（包括替代物）加标浓度为 0.50 mg/kg、5.00 mg/kg、 5.00×10^3 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 1.2%~20%、0.7%~19%、0.4%~20%；实验室间相对标准偏差分别为 3.2%~12%、2.7%~12%、4.1%~14%；重复性限分别为 0.1 mg/kg~0.2 mg/kg、0.8 mg/kg~1.7 mg/kg、 7.3×10^2 mg/kg~ 1.8×10^3 mg/kg；再现性限分别为 0.1 mg/kg~0.2 mg/kg、1.1 mg/kg~2.1 mg/kg、 1.1×10^3 mg/kg~ 2.1×10^3 mg/kg。6 家实验室对其他 4 种酮类化合物加标浓度为 5.00 mg/kg、50.0 mg/kg、 5.00×10^4 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 1.1%~17%、0.7%~17%、0.3%~18%；实验室间相对标准偏差分别为 3.8%~10%、3.0%~7.4%、4.7%~13%；重复性限分别为 0.7 mg/kg~1.4 mg/kg、6.8 mg/kg~14 mg/kg、 8.5×10^3 mg/kg~ 1.4×10^4 mg/kg；再现性限分别为 1.0 mg/kg~1.7 mg/kg、10 mg/kg~15 mg/kg、 1.2×10^4 mg/kg~ 2.1×10^4 mg/kg。

6 家实验室对 18 种酮类和醚类化合物（包括替代物）加标浓度为 0.50 mg/kg、5.00 mg/kg、 5.00×10^3 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分别为 1.5%~20%、0.8%~18%、0.4%~19%；实验室间相对标准偏差分别为 2.2%~8.1%、2.4%~14%、2.1%~12%；重复性限分别为 0.1 mg/kg~0.2 mg/kg、0.7 mg/kg~1.5 mg/kg、 7.0×10^2 mg/kg~ 1.7×10^3 mg/kg；再现性限分别为 0.1 mg/kg~0.2 mg/kg、0.9 mg/kg~2.2 mg/kg、 9.6×10^2 mg/kg~ 2.0×10^3 mg/kg。6 家实验室对其他 4 种酮类化合物加标浓度为 5.00 mg/kg、50.0 mg/kg、 5.00×10^4 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分别为 1.4%~20%、1.9%~18%、0.4%~18%；实验室间相对标准偏差分别为 4.9%~11%、4.0%~12%、5.2%~8.3%；重复性限分别为 1.1 mg/kg~1.7 mg/kg、7.6 mg/kg~13 mg/kg、 8.4×10^3 mg/kg~ 1.4×10^4 mg/kg；再现性限分别为 1.2 mg/kg~2.2 mg/kg、10 mg/kg~20 mg/kg、 1.1×10^4 mg/kg~ 1.7×10^4 mg/kg。

精密度数据参见附录 C 中表 C.1 和表 C.2。

9.2 正确度

6 家实验室对 18 种酮类和醚类化合物（包括替代物）加标浓度为 0.50 mg/kg、5.00 mg/kg、 5.00×10^3 mg/kg 的土壤样品，进行了 6 次重复测定，加标回收率分别为 77.6%~117%、73.6%~111%、69.2%~115%；加标回收率最终值分别为 $91.7\% \pm 18\%$ ~ $102\% \pm 15\%$ 、 $85.9\% \pm 10\%$ ~ $99.0\% \pm 15\%$ 、 $90.3\% \pm 24\%$ ~ $106\% \pm 13\%$ 。6 家实验室对其他 4 种酮类化合物加标浓度为 5.00 mg/kg、50.0 mg/kg、 5.00×10^4 mg/kg 的土壤样品，进行了 6 次重复测定，加标回收率分别为 77.4%~105%、85.0%~104%、67.2%~117%；加标回收率最终值分别为 $86.3\% \pm 15\%$ ~ $96.0\% \pm 11\%$ 、 $91.7\% \pm 5.4\%$ ~ $95.7\% \pm 11\%$ 、 $89.5\% \pm 24\%$ ~ $96.8\% \pm 20\%$ 。

6 家实验室对 18 种酮类和醚类化合物（包括替代物）加标浓度为 0.50 mg/kg、5.00 mg/kg、 5.00×10^3 mg/kg 的沉积物样品，进行了 6 次重复测定，加标回收率分别为 81.0%~115%、74.4%~118%、76.6%~112%；加标回收率最终值分别为 $91.4\% \pm 11\%$ ~ $106\% \pm 12\%$ 、 $87.1\% \pm 23\%$ ~ $99.6\% \pm 20\%$ 、 $87.8\% \pm 21\%$ ~ $97.9\% \pm 9.4\%$ 。6 家实验室对其他 4 种酮类化合物加标浓度为 5.00 mg/kg、50.0 mg/kg、 5.00×10^4 mg/kg 的沉积物样品，进行了 6 次重复测定，加标回收率分别为 79.2%~115%、73.2%~105%、81.2%~109%；加标回收率最终值分别为 $88.9\% \pm 13\%$ ~ $99.2\% \pm 22\%$ 、 $89.8\% \pm 21\%$ ~ $94.6\% \pm 7.6\%$ 、 $89.4\% \pm 11\%$ ~ $96.3\% \pm 15\%$ 。

正确度数据参见附录 C 中表 C.3。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品）至少测定 1 个实验室空白，其测定结果应低于方法检出限。

10.2 校准

校准曲线至少 5 个浓度点，目标化合物相对响应因子的相对标准偏差应 $\leq 20\%$ ，或目标化合物校准曲线的相关系数应 ≥ 0.990 。

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品）应测定 1 个标准系列中间浓度点，其测定结果与标准值相对误差应在 $\pm 20\%$ 以内。

10.3 平行样

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品）至少测定 1 个平行样，平行样测定结果的相对偏差应在 $\pm 30\%$ 以内。

10.4 基体加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品）至少测定 1 个基体加标样品，加标回收率应在 60%~120% 之间。

10.5 替代物

样品中替代物加标回收率应在 60%~120%之间。

10.6 内标

样品中内标的保留时间与当天校准或最近绘制的校准曲线中内标保留时间偏差不超过 0.5 min，定量离子峰面积变化应在 50%~150%之间。

11 废物处置

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



附 录 A
(规范性附录)
方法的检出限和测定下限

当取样量为 2.0 g，顶空瓶体积为 22 ml，饱和氯化钠溶液体积为 10 ml 时，15 种酮类和 6 种醚类化合物的方法检出限、测定下限见表 A.1。

表 A.1 方法检出限和测定下限

序号	名称	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
1	乙醚	0.2	0.8
2	丙酮	1	4
3	甲基叔丁基醚	0.1	0.4
4	二异丙基醚	0.2	0.8
5	乙基叔丁基醚	0.1	0.4
6	2-丁酮	2	8
7	甲基叔戊基醚	0.2	0.8
8	2-戊酮	0.2	0.8
9	乙基叔戊基醚	0.2	0.8
10	3-戊酮	0.2	0.8
11	甲基叔丁基酮	0.1	0.4
12	4-甲基-2-戊酮	0.2	0.8
13	2-己酮	0.1	0.4
14	环戊酮	2	8
15	3-庚酮	0.2	0.8
16	2-庚酮	0.2	0.8
17	环己酮	2	8
18	6-甲基-2-庚酮	0.2	0.8
19	二异丁基甲酮	0.2	0.8
20	3-辛酮	0.2	0.8
21	2-辛酮	0.2	0.8

附 录 B
(资料性附录)
目标化合物的定量参数

表 B.1 给出了目标化合物的 CAS 号、定量离子和辅助离子等参数。

表 B.1 目标化合物的定量参数

序号	名称	CAS 号	定量离子 (m/z)	辅助离子 (m/z)
1	乙醚	60-29-7	59	74、45
2	丙酮	67-64-1	58	43
3	甲基叔丁基醚	1634-04-4	73	57、45
4	二异丙基醚	108-20-3	87	59、88
5	乙基叔丁基醚	637-92-3	59	87、88
6	2-丁酮	78-93-3	72	57
7	甲基叔戊基醚	994-05-8	73	55、87
8	氟苯(内标)	462-06-6	96	70、77
9	2-戊酮	107-87-9	86	71、58
10	乙基叔戊基醚	919-94-8	59	73、101
11	3-戊酮	96-22-0	57	86
12	甲基叔丁基酮	75-97-8	57	85、100
13	4-甲基-2-戊酮- d_5 (替代物)	4840-81-7	90	105
14	4-甲基-2-戊酮	108-10-1	58	85、100
15	2-己酮	591-78-6	58	85、100
16	环戊酮	120-92-3	55	56、84
17	3-庚酮	106-35-4	57	85、114
18	2-庚酮	110-43-0	58	71、114
19	环己酮	108-94-1	55	83、98
20	6-甲基-2-庚酮	928-68-7	58	95、110
21	二异丁基甲酮	108-83-8	85	57、142
22	3-辛酮	106-68-3	72	85、99
23	2-辛酮	111-13-7	58	71、128

附 录 C
(资料性附录)
方法的准确度

表 C.1~C.3 给出了方法的精密度和正确度指标。

表 C.1 土壤加标样品方法的精密度汇总表

名称	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)		
		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	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	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	5.3~14	4.9~15	4.9~14	5.9	5.8	6.8	1.4×10^3	1.1×10^3	1.5×10^3	1.5×10^3	1.3×10^3	1.6×10^3
丙酮	5.00	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	1.2~8.7	0.9~9.7	1.5~10	5.9	6.0	6.8	7.6	6.9	9.7	10	10	13
	5.00×10^4	1.4~11	0.3~10	0.4~9.9	11	10	6.0	9.5×10^3	8.5×10^3	9.4×10^3	1.7×10^4	1.6×10^4	1.2×10^4
甲基叔丁基醚	0.50	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	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	2.1~8.7	1.4~12	1.2~13	7.6	5.8	14	9.2×10^2	1.1×10^3	1.0×10^3	1.4×10^3	1.3×10^3	2.1×10^3
二异丙基醚	0.50	5.1~15	2.8~13	3.8~14	5.7	12	4.6	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2
	5.00	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	2.6~9.8	3.5~8.5	5.6~14	9.5	6.0	11	1.2×10^3	8.6×10^2	1.2×10^3	1.7×10^3	1.1×10^3	1.8×10^3
乙基叔丁基醚	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	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	5.1~11	1.2~16	0.4~18	6.7	5.9	6.0	1.2×10^3	1.3×10^3	1.6×10^3	1.4×10^3	1.4×10^3	1.6×10^3

名称	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)		
		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	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	0.7~11	1.0~10	1.8~8.4	6.4	6.1	6.3	9.0	6.8	9.3	12	10	12
	5.00×10^4	0.6~17	0.7~12	0.8~14	7.0	12	6.6	1.3×10^4	9.7×10^3	1.1×10^4	1.5×10^4	1.8×10^4	1.3×10^4
甲基叔戊基醚	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	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	5.2~16	0.5~14	0.7~18	7.7	8.7	7.3	1.6×10^3	1.4×10^3	1.6×10^3	1.8×10^3	1.8×10^3	1.8×10^3
2-戊酮	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	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	6.8~20	1.0~16	1.5~15	9.0	7.5	6.8	1.8×10^3	1.6×10^3	1.4×10^3	2.0×10^3	1.8×10^3	1.6×10^3
乙基叔戊基醚	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	4.1~14	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	2.6~17	1.2~10	2.0~9.6	5.7	9.8	8.5	1.6×10^3	7.3×10^2	1.0×10^3	1.6×10^3	1.4×10^3	1.5×10^3
3-戊酮	0.50	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	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	2.2~16	1.0~18	1.4~9.7	5.3	14	7.5	1.3×10^3	1.1×10^3	8.9×10^2	1.4×10^3	2.0×10^3	1.3×10^3
甲基叔丁基酮	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	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	2.0~17	1.3~16	0.9~14	8.7	12	9.2	1.4×10^3	1.2×10^3	1.2×10^3	1.7×10^3	2.0×10^3	1.7×10^3
4-甲基-2-戊酮-d ₅ (替代物)	0.50	6.0~9.0	4.6~14	5.0~12	9.3	5.1	4.3	0.1	0.1	0.1	0.2	0.1	0.1
	5.00	4.2~16	5.3~12	4.6~10	6.6	6.4	5.7	1.3	1.2	1.0	1.5	1.4	1.2
	5.00×10^3	2.5~13	1.4~12	6.5~12	5.5	8.0	4.1	1.3×10^3	9.1×10^2	1.3×10^3	1.4×10^3	1.4×10^3	1.3×10^3
4-甲基-2-戊酮	0.50	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	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	2.1~13	1.9~11	2.2~13	11	13	9.5	1.2×10^3	8.2×10^2	1.1×10^3	1.9×10^3	1.9×10^3	1.7×10^3

名称	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)		
		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	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	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	1.0~14	0.7~12	0.8~9.3	6.0	11	7.0	1.1×10^3	9.2×10^2	8.5×10^2	1.3×10^3	1.7×10^3	1.2×10^3
环戊酮	5.00	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	1.6~17	1.7~10	2.4~11	6.1	6.3	7.4	14	8.4	11	15	11	14
	5.00×10^4	1.0~11	0.9~18	1.5~10	8.4	12	10	9.8×10^3	1.3×10^4	9.6×10^3	1.4×10^4	2.0×10^4	1.7×10^4
3-庚酮	0.50	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	4.5~16	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	1.5~17	1.5~9.7	0.7~10	4.8	12	7.0	1.2×10^3	8.1×10^2	8.9×10^2	1.2×10^3	1.7×10^3	1.2×10^3
2-庚酮	0.50	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	4.4~13	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	2.0~16	1.2~9.9	1.1~9.1	5.1	11	8.2	1.4×10^3	8.0×10^2	9.4×10^2	1.5×10^3	1.6×10^3	1.4×10^3
环己酮	5.00	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	2.8~13	3.1~12	4.6~14	3.0	5.9	5.5	11	11	13	11	13	14
	5.00×10^4	0.7~16	1.6~18	2.4~13	6.7	13	4.7	1.1×10^4	1.4×10^4	1.1×10^4	1.3×10^4	2.1×10^4	1.2×10^4
6-甲基-2-庚酮	0.50	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	4.6~16	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	1.0~14	0.7~15	0.8~13	5.7	11	5.8	1.1×10^3	1.1×10^3	9.9×10^2	1.3×10^3	1.7×10^3	1.2×10^3
二异丁基甲酮	0.50	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	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	0.9~15	2.0~11	1.4~7.2	5.0	11	7.2	1.1×10^3	9.3×10^2	8.1×10^2	1.2×10^3	1.7×10^3	1.2×10^3
3-辛酮	0.50	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	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	2.3~16	1.4~11	1.3~14	6.3	11	6.9	1.3×10^3	9.0×10^2	1.1×10^3	1.5×10^3	1.7×10^3	1.4×10^3

名称	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)		
		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-辛酮	0.50	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	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	8.8~18	0.8~18	0.5~9.1	6.4	5.9	6.9	1.7×10 ³	1.4×10 ³	9.1×10 ²	1.8×10 ³	1.5×10 ³	1.2×10 ³

表 C.2 空白和沉积物加标样品方法的精密度汇总表

名称	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)		
		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	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	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	5.9~12	1.2~15	2.3~15	12	8.3	10	1.2×10 ³	1.5×10 ³	1.4×10 ³	2.0×10 ³	1.8×10 ³	1.9×10 ³
丙酮	5.00	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	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	13
	5.00×10 ⁴	1.5~18	0.8~14	0.4~13	7.6	7.6	6.1	1.5×10 ⁴	1.3×10 ⁴	9.3×10 ³	1.8×10 ⁴	1.6×10 ⁴	1.2×10 ⁴
甲基叔丁基醚	0.50	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	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	5.9~12	0.4~16	0.4~13	4.0	4.8	7.7	1.1×10 ³	1.1×10 ³	1.2×10 ³	1.2×10 ³	1.2×10 ³	1.5×10 ³
二异丙基醚	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	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	6.3~12	2.9~19	5.8~11	4.0	7.7	7.6	1.3×10 ³	1.7×10 ³	1.2×10 ³	1.3×10 ³	1.9×10 ³	1.5×10 ³
乙基叔丁基醚	0.50	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	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	2.6~16	0.4~16	0.7~16	7.0	8.2	7.8	1.4×10 ³	1.6×10 ³	1.3×10 ³	1.6×10 ³	1.8×10 ³	1.5×10 ³
2-丁酮	5.00	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	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	11	13
	5.00×10 ⁴	1.6~14	1.5~17	1.1~9.2	12	8.1	6.0	1.4×10 ⁴	1.4×10 ⁴	8.4×10 ³	2.2×10 ⁴	1.7×10 ⁴	1.1×10 ⁴

名称	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)		
		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
甲基叔戊基醚	0.50	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	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	6.5~15	0.9~17	1.3~17	9.0	9.5	12	1.7×10^3	1.5×10^3	1.4×10^3	2.1×10^3	1.9×10^3	2.0×10^3
2-戊酮	0.50	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	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	1.1~17	2.5~18	4.1~16	9.9	8.9	12	1.5×10^3	1.6×10^3	1.5×10^3	2.0×10^3	1.8×10^3	2.0×10^3
乙基叔戊基醚	0.50	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	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	5.7~13	0.4~13	0.9~9.3	7.2	7.1	7.2	1.1×10^3	1.1×10^3	8.1×10^2	1.4×10^3	1.4×10^3	1.2×10^3
3-戊酮	0.50	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	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	3.7~9.1	1.5~14	1.3~11	6.9	7.1	7.6	1.1×10^3	1.2×10^3	8.6×10^2	1.4×10^3	1.4×10^3	1.2×10^3
甲基叔丁基酮	0.50	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	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	3.4~18	4.7~17	2.8~7.8	7.7	7.1	6.2	1.6×10^3	1.3×10^3	7.5×10^2	1.8×10^3	1.5×10^3	1.0×10^3
4-甲基-2-戊酮- d_5 (替代物)	0.50	6.0~11	5.4~13	7.0~11	8.0	4.2	6.4	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	5.00	3.1~7.4	3.0~13	3.2~13	9.2	4.2	9.4	0.7	1.1	1.1	1.3	1.2	1.6
	5.00×10^3	2.8~9.2	6.4~12	2.5~11	8.7	2.1	5.7	7.7×10^2	1.3×10^3	1.1×10^3	1.3×10^3	1.4×10^3	1.3×10^3
4-甲基-2-戊酮	0.50	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	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	2.9~15	4.5~17	4.8~9.9	7.5	6.9	6.4	1.5×10^3	1.4×10^3	1.0×10^3	1.7×10^3	1.6×10^3	1.2×10^3
2-己酮	0.50	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	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	3.0~8.8	2.6~12	1.9~7.4	4.2	6.6	5.8	1.1×10^3	1.1×10^3	7.0×10^2	1.2×10^3	1.3×10^3	9.8×10^2

名称	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)		
		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
环戊酮	5.00	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	0.7~3.3	2.6~15	4.2~11	0.8	5.2	9.2	4.1	12	10	4.3	13	15
	5.00×10^4	1.2~12	2.3~15	1.7~13	4.1	7.0	5.2	1.5×10^4	1.1×10^4	1.1×10^4	1.5×10^4	1.4×10^4	1.2×10^4
3-庚酮	0.50	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	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	4.0~9.3	4.3~13	1.8~9.1	4.2	6.1	5.3	9.2×10^2	1.0×10^3	7.3×10^2	1.0×10^3	1.3×10^3	9.6×10^2
2-庚酮	0.50	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	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	4.7~9.7	3.4~12	2.0~11	4.8	6.3	6.4	1.2×10^3	1.0×10^3	9.9×10^2	1.3×10^3	1.3×10^3	1.2×10^3
环己酮	5.00	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	0.7~4.0	4.4~18	7.4~15	1.4	4.0	12	3.0	13	13	3.4	13	20
	5.00×10^4	1.2~14	4.0~18	2.0~15	20	8.3	6.0	1.8×10^4	1.3×10^4	1.3×10^4	4.2×10^4	1.6×10^4	1.4×10^4
6-甲基-2-庚酮	0.50	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	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	6.9~16	2.6~12	1.9~10	9.3	8.7	5.2	1.3×10^3	1.1×10^3	7.9×10^2	1.7×10^3	1.6×10^3	9.8×10^2
二异丁基甲酮	0.50	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	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	6.8~19	4.8~12	2.7~14	9.3	5.6	5.7	1.8×10^3	1.1×10^3	9.9×10^2	2.1×10^3	1.2×10^3	1.2×10^3
3-辛酮	0.50	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	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	9.5~16	3.3~12	2.0~12	6.4	7.4	6.8	1.9×10^3	1.1×10^3	1.2×10^3	2.0×10^3	1.4×10^3	1.4×10^3
2-辛酮	0.50	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	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	8.3~18	1.5~18	6.0~15	6.3	9.0	10	1.8×10^3	1.4×10^3	1.3×10^3	1.8×10^3	1.8×10^3	1.8×10^3

表 C.3 方法的正确度汇总表

名称	加标浓度 (mg/kg)	加标回收率 (%)			加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$			加标回收率 (%)		加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	
		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	88.0~102	81.8~103	92.8~111	94.2±11	91.7±18	102±15	88.6~100	90.8~101	93.4±7.6	95.0±7.4
	5.00	87.2~107	87.0~98.4	80.6~111	95.9±17	91.9±9.6	95.0±22	89.0~99.2	83.2~103	93.9±10	92.6±16
	5.00×10 ³	90.2~104	86.2~103	88.8~106	96.4±11	96.1±11	95.0±13	88.2~110	82.2~108	96.1±16	95.0±20
丙酮	5.00	78.2~99.4	77.4~100	81.4~99.8	86.9±17	87.7±18	91.7±14	80.4~110	80.0~96.4	95.5±22	88.9±13
	50.0	89.0~102	87.4~103	86.2~100	94.3±11	93.2±11	94.3±13	86.8~98.4	84.2~101	94.2±8.5	92.3±14
	5.00×10 ⁴	87.2~117	79.0~106	86.4~104	96.8±20	93.8±19	94.9±12	86.6~108	83.6~96.2	96.3±15	91.9±11
甲基叔丁基醚	0.50	90.2~103	91.4~101	84.6~107	95.1±10	97.8±7.8	95.0±16	86.4~101	87.0~104	93.9±9.5	94.1±14
	5.00	78.4~107	81.6~98.8	80.0~110	90.3±22	89.6±11	98.0±24	79.8~99.2	79.6~103	89.9±15	89.6±22
	5.00×10 ³	93.8~112	90.8~106	72.8~114	101±15	98.8±11	94.9±28	92.6~106	84.8~107	97.9±9.4	96.7±15
二异丙基醚	0.50	92.0~112	80.4~116	95.0~108	98.5±12	96.9±24	101±10	90.0~101	91.4~110	95.5±8.6	98.5±13
	5.00	86.2~105	86.4~97.4	81.0~109	92.5±14	91.8±9.4	94.7±20	89.0~100	78.0~103	94.3±11	91.2±19
	5.00×10 ³	85.4~112	87.4~105	84.0~114	99.7±19	94.8±11	95.6±22	88.6~108	85.6~106	97.6±15	94.3±14
乙基叔丁基醚	0.50	92.0~112	84.6~105	91.2~107	97.9±16	96.3±14	98.6±11	88.4~99.8	90.0~104	93.8±9.5	95.0±11
	5.00	88.6~100	84.4~98.8	88.6~109	95.2±10	92.4±10	97.0±15	88.8~100	88.8~102	95.4±10	95.0±11
	5.00×10 ³	88.6~107	90.0~105	89.2~104	97.1±13	96.3±11	96.3±12	88.6~108	80.0~99.6	95.6±15	88.1±14
2-丁酮	5.00	86.6~97.4	85.6~100	87.0~101	91.1±8.6	90.8±10	93.8±12	79.2~103	88.0~98.8	91.7±16	92.6±9.2
	50.0	89.2~104	87.4~103	86.6~100	94.8±12	92.2±11	94.8±12	86.0~98.4	83.2~102	93.8±9.2	91.8±15
	5.00×10 ⁴	87.0~107	75.6~109	86.8~106	95.6±13	93.7±22	95.4±12	86.4~109	83.6~96.2	96.2±15	91.0±11
甲基叔戊基醚	0.50	92.0~105	90.4~100	90.8~107	96.2±11	95.9±6.6	98.8±11	85.2~99.8	90.4~104	91.4±11	95.6±11
	5.00	88.4~98.6	82.4~101	88.8~106	93.9±10	92.3±12	96.3±14	89.2~99.6	88.0~102	95.5±8.0	95.4±12
	5.00×10 ³	88.8~109	89.8~113	89.0~108	99.4±15	96.8±17	96.2±14	84.0~111	76.6~108	96.1±18	87.8±21
2-戊酮	0.50	90.0~102	87.0~117	90.6~110	94.3±10	98.2±22	99.6±15	90.8~101	94.0~104	95.8±7.0	96.4±7.6
	5.00	78.4~104	81.2~103	80.8~109	90.8±20	88.8±15	96.2±20	79.8~99.0	78.2~103	90.5±13	87.1±23
	5.00×10 ³	87.6~113	90.2~111	89.6~107	99.1±18	97.7±15	95.5±13	82.2~105	79.2~110	94.9±17	89.5±22

名称	加标浓度 (mg/kg)	加标回收率 (%)			加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$			加标回收率 (%)		加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	
		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	91.2~115	79.0~114	93.2~103	99.8±17	96.6±22	98.7±7.8	89.2~98.0	95.0~102	93.8±7.0	97.8±5.8
	5.00	89.8~98.8	76.8~104	89.0~108	94.3±7.6	92.4±19	99.0±15	89.2~118	88.6~106	99.6±20	97.4±14
	5.00×10 ³	88.2~105	76.4~102	86.4~110	97.1±11	91.8±18	98.7±17	86.8~106	83.0~99.4	94.9±13	92.1±13
3-戊酮	0.50	88.2~103	92.0~100	86.2~109	95.8±13	96.0±6.4	96.7±15	91.2~109	93.6~103	97.7±13	96.9±7.8
	5.00	88.0~104	87.6~103	87.2~101	94.4±12	92.8±12	95.7±11	92.2~99.0	81.0~103	95.8±4.6	94.3±16
	5.00×10 ³	88.0~102	69.2~102	86.6~107	96.3±10	90.3±24	98.2±15	87.0~107	82.6~101	95.1±14	92.3±14
甲基叔丁基酮	0.50	77.6~104	90.6~104	86.0~109	93.7±18	96.9±9.6	99.9±17	88.0~111	89.2~104	97.1±17	95.0±11
	5.00	89.4~99.6	88.2~103	88.2~101	93.3±8.9	91.8±11	94.2±12	90.4~99.4	80.8~101	94.6±8.2	91.8±16
	5.00×10 ³	88.0~112	76.8~109	86.2~113	97.8±17	93.5±24	98.8±18	88.2~107	83.2~96.4	95.3±13	91.9±11
4-甲基-2-戊酮-d ₅ (替代物)	0.50	92.0~95.2	90.5~104	88.3~100	93.7±2.1	97.4±9.8	94.0±8.1	81.0~112	98.0~115	102±22	106±12
	5.00	91.8~98.0	92.4~109	86.0~101	94.6±4.3	97.3±13	94.3±11	93.0~103	92.0~95.0	98.2±8.8	93.7±2.0
	5.00×10 ³	97.6~115	88.2~109	89.5~99.7	106±13	97.6±15	96.6±7.8	81.0~93.0	92.0~98.0	90.0±9.0	94.7±4.4
4-甲基-2-戊酮	0.50	79.8~103	88.2~105	86.2~108	94.0±18	97.2±11	97.8±17	91.4~110	88.4~101	98.8±13	93.9±9.4
	5.00	88.8~101	86.8~104	86.4~101	92.0±9.0	91.9±12	94.1±13	89.0~99.8	77.4~102	94.5±8.6	91.1±19
	5.00×10 ³	85.0~115	73.4~107	86.4~113	97.3±22	93.2±24	99.1±19	89.2~107	83.6~97.0	95.3±13	91.7±12
2-己酮	0.50	81.0~98.2	87.0~102	88.8~106	92.6±13	95.6±12	97.4±13	86.6~102	89.4~101	93.8±12	95.9±8.2
	5.00	88.8~98.2	84.2~106	88.2~101	92.1±6.4	91.1±15	94.3±12	88.6~99.2	76.6~105	93.8±8.4	91.4±20
	5.00×10 ³	87.4~104	73.4~102	86.4~107	97.0±12	91.9±20	95.6±13	87.2~105	83.6~96.4	95.7±12	91.0±11
环戊酮	5.00	87.2~96.6	86.2~100	88.4~103	91.1±6.9	91.1±9.4	96.0±11	81.2~102	84.0~98.6	91.9±15	92.7±11
	50.0	88.2~102	87.8~104	85.2~99.8	94.4±11	92.3±12	93.9±14	85.2~98.6	83.4~105	93.3±10	93.2±17
	5.00×10 ⁴	85.0~107	72.8~103	86.8~116	94.4±16	92.5±22	96.5±20	86.4~103	84.4~95.4	95.2±13	91.2±9.4
3-庚酮	0.50	82.0~109	88.6~101	82.0~110	93.0±18	96.8±10	94.0±19	88.2~99.6	91.4~104	93.4±7.8	96.4±9.4
	5.00	81.2~91.4	81.6~102	88.2~101	86.2±8.9	91.3±14	93.7±10	89.4~100	78.2~112	93.8±9.4	92.8±23
	5.00×10 ³	87.8~101	72.2~103	86.4~107	94.4±9.0	92.2±22	96.0±14	88.2~106	83.2~97.0	96.0±12	91.3±10

名称	加标浓度 (mg/kg)	加标回收率 (%)			加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$			加标回收率 (%)		加标回收率最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	
		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	81.2~106	85.0~100	91.2~110	93.3±16	94.5±12	97.3±14	86.2~107	87.4~100	95.5±14	93.9±10
	5.00	80.4~91.4	83.0~102	86.0~100	87.0±10	91.1±13	92.7±11	90.2~100	76.4~115	93.8±7.8	93.1±26
	5.00×10 ³	88.4~103	75.8~104	86.2~107	96.6±10	93.0±20	98.4±16	88.0~106	83.0~99.2	95.7±12	92.3±12
环己酮	5.00	79.0~94.0	81.2~104	83.8~105	86.3±15	93.1±17	93.2±17	83.0~115	79.8~104	99.2±22	89.8±19
	50.0	88.4~96.0	85.0~100	87.0~101	91.7±5.4	92.1±11	95.7±11	89.4~99.8	73.2~104	94.6±7.6	89.8±21
	5.00×10 ⁴	81.4~97.6	67.2~101	86.6~99.2	91.5±12	89.5±24	93.1±8.8	81.2~102	82.8~95.2	92.2±15	89.4±11
6-甲基-2-庚酮	0.50	87.8~101	89.8~100	88.6~110	93.3±9.4	95.8±7.4	96.0±15	90.2~95.8	90.2~101	93.0±3.8	95.9±9.6
	5.00	73.6~91.4	87.0~102	87.0~97.0	86.7±13	92.7±11	91.8±7.2	90.0~101	83.8~97.6	93.8±8.8	91.3±11
	5.00×10 ³	87.4~104	76.0~104	86.4~103	95.9±11	92.7±20	95.0±11	87.2~112	83.6~96.4	97.2±12	91.5±9.4
二异丁基甲酮	0.50	90.0~102	80.0~100	86.6~114	94.6±9.1	94.4±15	96.3±19	81.2~97.8	92.6~104	99.2±12	96.7±8.8
	5.00	85.8~97.6	88.4~99.2	87.6~106	91.5±9.5	91.7±7.9	93.7±14	81.4~102	77.2~101	92.7±15	90.8±17
	5.00×10 ³	87.8~102	75.0~101	86.4~108	95.1±9.5	92.7±20	95.8±14	88.4~104	83.6~96.6	96.0±11	90.7±10
3-辛酮	0.50	88.2~105	84.0~100	84.8~117	93.7±12	94.1±12	96.8±22	90.0~98.2	90.4~107	94.0±5.6	98.5±14
	5.00	76.6~90.6	86.8~102	89.0~96.2	85.9±10	90.7±12	92.1±5.2	86.8~101	74.4~97.4	92.8±11	88.6±15
	5.00×10 ³	88.2~102	78.4~105	86.2~105	95.0±12	93.3±20	97.4±14	88.0~109	83.0~99.6	96.2±14	91.8±12
2-辛酮	0.50	82.0~102	89.0~100	83.6~105	92.4±14	94.4±9.4	96.4±17	90.4~97.0	89.2~106	93.4±5.6	95.7±14
	5.00	89.8~96.6	87.0~102	88.2~96.0	92.0±5.0	92.2±11	92.7±6.6	90.0~102	81.4~97.8	93.9±10	90.3±11
	5.00×10 ³	89.2~108	89.8~104	83.2~102	97.1±13	93.1±11	93.5±13	83.2~108	77.8~99.4	95.0±17	88.5±18