

TURANG HE CHENJIWU ZHONG
YOUJIWU HE ZHONGJINSHU JIANCE XIN FANGFA

土壤和沉积物中有机物和重金属 监测新方法

《土壤和沉积物中有机物和重金属监测新方法》编写组 编

中国环境科学出版社

土壤和沉积物中有机物和重金属 监测新方法

《土壤和沉积物中有机物和重金属监测新方法》编写组 编

图书在版编目 (CIP) 数据

土壤和沉积物中有机物和重金属监测新方法/《土壤和沉积物中有机物和重金属监测新方法》编写组编. —北京: 中国环境科学出版社, 2011.11

ISBN 978-7-5111-0722-0

I. ①土… II. ①土… III. ①有机物污染—土壤监测
②重金属污染—土壤监测③沉积物—有机物污染—环境监测
④沉积物—重金属污染—环境监测 IV. ①X833

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 194472 号

责任编辑 赵惠芬
责任校对 扣志红
封面设计 玄石至上

出版发行 中国环境科学出版社
(100062 北京东城区广渠门内大街 16 号)
网 址: <http://www.cesp.com.cn>
联系电话: 010-67112765 (总编室)
发行热线: 010-67125803, 010-67113405 (传真)

印 刷 北京中科印刷有限公司
经 销 各地新华书店
版 次 2011 年 11 月第 1 版
印 次 2011 年 11 月第 1 次印刷
开 本 787×1092 1/16
印 张 24.75
字 数 566 千字
定 价 60.00 元



【版权所有。未经许可请勿翻印、转载，侵权必究】

如有缺页、破损、倒装等印装质量问题，请寄回本社更换

编写组成员

主 编：夏 新

副主编：张榆霞 史 箴 曲 健

编 委：（以姓氏笔画为序）

王立前 王向明 尹 辉 申进朝 米方卓 多克辛 池 靖 李红莉
李 琴 张建辉 陈素兰 杨晓红 陈 瑛 胡冠九 姚雅伟 翁燕波
彭刚华 董 亮 魏恩棋

参加编写人员

第一篇 土壤和沉积物监测新方法

编 者：（以姓氏笔画为序）

王玲玲 王潇磊 史双昕 皮仙宏 刘宏静 卢迎红 申进朝 邓晓庆
田 媛 何 晋 吴诗剑 张 炆 李 娟 李 琴 陈蓓蓓 金 玉
郑兴宝 铁 程 黄 云 董 亮 谭 清 穆 肃

审 稿：（以姓氏笔画为序）

王立前 尹 辉 史 箴 申进朝 曲 健 池 靖 米方卓 张利飞
张榆霞 时庭锐 李 琴 杨晓红 胡冠九 夏 新 黄 云 黄 文
董 亮

统 稿：曲 健 夏 新 史 箴

第二篇 评估固体废弃物的检测方法——物理/化学方法（SW-846）

翻 译：（以姓氏笔画为序）

马 芳 冯焕银 冯加永 米方卓 许人骥 李玲玲 张 倩 张霖琳
陈钟佺 陈 瑛 茅海琼 赵荣志 姚雅伟 赵 嫱

审 校：（以姓氏笔画为序）

马 芳 邓 慕 申 剑 米方卓 曲 健 李红莉 李玲玲 陈素兰
陈 瑛 赵荣志 徐梦侠 夏 新

统 稿：夏 新 米方卓 邓 慕

图表审校：米方卓 马 芳 邓 慕

前 言

近年来，随着环境保护重点工作的不断拓展，各级政府和民众对土壤污染的关注程度日益加强。为满足“十二五”环境保护事业的发展需要，顺应环境监测装备水平快速发展的形势，推进环境监测技术水平的提高，尽快转变环境监测方法相对滞后的实际状况，保证环境监测工作顺利进行，我国加大了环境监测方法的制（修）订力度。为推进土壤环境监测方法的发展进程，促进监测技术交流，笔者联合国内土壤监测技术相对较强的环境监测机构，整理和编辑了 19 个土壤和沉积物监测方法，其中包括多环芳烃、有机氯农药和酞酸酯等重要有机物以及多种重金属监测新方法。这些方法虽未经过实验室间验证，但都是各监测机构在大量科学研究和较长期实践中建立起来的。在本书的编写过程中，笔者借鉴了美国环保局（EPA）方法的特点，在每个方法中都公布了方法验证数据，供读者在应用中借鉴和参考。

近年来，美国 EPA 方法以其体系的完整性和质量控制技术的独到之处，受到我国环境监测工作人员的广泛认可。为推动我国环境监测质量控制工作的不断完善，帮助读者较好地理解和学习美国 SW-846《评估固体废弃物的检测方法——物理/化学方法》，配合中国环境监测总站编译的《美国 SW-846 环境监测方法选编》一书的使用，本书以忠实原文为原则，介绍了 SW-846 中的十三章内容。为便于读者阅读，对原 SW-846 文中的单位、名词进行了注释，并对部分表格进行了格式上的整理。

本书中若有不当之处，恳请读者批评指正。

目 录

第一篇 土壤和沉积物监测新方法

第一章 土壤 有机氯农药的测定 快速溶剂萃取气相色谱法	3
第二章 土壤和沉积物 有机氯农药的测定 超声波萃取气相色谱法	12
第三章 土壤 有机氯农药的测定 超声波破碎提取气相色谱法	22
第四章 土壤和沉积物 有机氯农药的测定 快速溶剂萃取气相色谱-质谱法	33
第五章 土壤 有机氯农药的测定 超声波萃取气相色谱-质谱法	47
第六章 土壤 多环芳烃的测定 快速溶剂萃取固相萃取净化高效液相色谱法	58
第七章 土壤和沉积物 多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法	67
第八章 土壤 多环芳烃的测定 索氏提取气相色谱-质谱法	76
第九章 土壤和沉积物 有机物的提取 快速溶剂萃取法	86
第十章 土壤和沉积物 有机氯农药和多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法	92
第十一章 土壤 酞酸酯的测定 快速溶剂萃取固相萃取柱净化气相色谱-质谱法	106
第十二章 土壤 酞酸酯的测定 快速溶剂萃取气相色谱-质谱法	114
第十三章 土壤和沉积物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法	123
第十四章 土壤和沉积物 多氯联苯总量的测定 气相色谱法	140
第十五章 土壤 29 种金属元素的测定 电感耦合等离子体质谱法	150
第十六章 土壤 锆、铪和钽的测定 电感耦合等离子体质谱法	156
第十七章 土壤 铜、锌、锰、镍、铬、钒和全钾的测定 电感耦合等离子体发射 光谱法	161
第十八章 沉积物 铜等 12 种金属元素的测定 微波辅助消解电感耦合等离子体 原子发射光谱法	167
第十九章 沉积物 汞和砷的测定 原子荧光光谱法	178

第二篇 评估固体废弃物的检测方法——物理/化学方法（SW-846）

第一章 质量控制187

第二章 选择正确方法204

第三章 无机物分析271

第四章 有机物分析288

第五章 各种测试方法298

第六章 性质参数300

第七章 特征介绍和监管定义301

第八章 特性的测定方法306

第九章 采样计划308

第十章 采样方法352

第十一章 地下水监测353

第十二章 土地处理监测354

第十三章 焚烧364

附录 SW-846 内容和方法简介375

后记.....387

第一篇

土壤和沉积物监测新方法

第一章 土壤 有机氯农药的测定

快速溶剂萃取气相色谱法

警告：试验中所用到的有机溶剂和标准物质均为有毒有害物质，配制过程应在通风柜中进行；应按规定佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣服。

1 适用范围

本方法规定了测定土壤中 18 种有机氯农药的快速溶剂萃取气相色谱法。
当取样量为 20g 时，本方法的检出限和测定下限见表 1-1-1。

表 1-1-1 土壤中 18 种有机氯农药单体和十氯联苯测定方法检出限

编号	化合物名称		检出限/ (μg/kg)	测定下限/ (μg/kg)	编号	化合物名称		检出限/ (μg/kg)	测定下限/ (μg/kg)
	中文名	英文名				中文名	英文名		
1	α六六六	Alpha-BHC	0.26	1.04	11	异狄氏剂	Endrin	0.22	0.88
2	β六六六	Beta-BHC	0.14	0.56	12	硫丹 II	Endosulfan II	0.37	1.48
3	γ六六六	Gamma-BHC	0.21	0.84	13	p,p'-滴滴滴	p,p'-DDD	0.21	0.84
4	δ六六六	Delta-BHC	0.63	2.52	14	o,p'-滴滴涕	o,p'-DDT	0.13	0.52
5	七氯	Heptachlor	0.25	1.00	15	异狄氏剂醛	Endrin Aldehyde	0.21	0.84
6	艾氏剂	Aldrin	0.23	0.92	16	硫丹硫酸盐	Endosulfan Sulfate	1.00	4.00
7	环氧七氯	Heptachlor Epoxide Isomer B	0.11	0.44	17	p,p'-滴滴涕	p,p'-DDT	0.33	1.32
8	硫丹 I	Endosulfan I (Alpha)	0.15	0.64	18	甲氧滴滴涕	Methoxychlor	0.43	1.72
9	狄氏剂	Dieldrin	0.10	0.40	19	十氯联苯 (替代物)	Decachlorobiphenyl	0.18	0.72
10	p,p'-滴滴伊	p,p'-DDE	0.12	0.48					

2 方法原理

本方法用正己烷-丙酮混合溶剂作萃取剂，在中性条件下，利用快速溶剂萃取仪萃取土壤中的有机氯农药（OCPs），用弗罗里硅土（Florisil）固相萃取小柱净化提取物，用具双毛细管柱、双电子捕获检测器（ECD）的气相色谱仪进行分析测定。

3 干扰和消除

样品中的有机磷农药、不饱和烃和邻苯二甲酸酯等有机化合物在电子捕获检测器上也

有响应，这些干扰物质可以用弗罗里硅土柱净化消除。

样品中弗罗里硅土柱无法净化消除的干扰物，采用双柱分析法来增强定性的可靠性。

4 试剂和材料

除非另有说明，均为符合国家标准的分析纯化学试剂和蒸馏水。

4.1 丙酮：农残级。

4.2 正己烷：农残级。

4.3 正己烷-丙酮溶液：1:1 (V/V)。

4.4 正己烷-丙酮溶液：9:1 (V/V)。

4.5 硅藻土。

在 600℃ 下烘 4h，冷却后装入带盖棕色玻璃瓶中，置于干燥器中存放。

4.6 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)。

在 600℃ 下烘 4h，冷却后装入密封的棕色玻璃瓶中，置于干燥器中存放。

4.7 18 种有机氯农药标准贮备溶液：2.0mg/ml，美国 SUPELCO 有证标准样品或同等规格产品。

4.8 替代物（十氯联苯，Decachlorobiphenyl）标准贮备液：1.0mg/ml，美国 ChemService 有证标准样品或同等规格产品。

4.9 18 种有机氯农药和十氯联苯标准使用液：2.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

准确移取有机氯农药标准贮备液 10 μl 和十氯联苯标准贮备液 20 μl ，用正己烷定容至 10ml。

4.10 Florisil 固相萃取柱：美国 Agilent，1g/6ml。

Florisil 小柱活化方法为：用 5ml 正己烷-丙酮溶液（4.4）活化 Florisil 固相萃取柱，再加 5ml 正己烷平衡柱子。

4.11 载气：高纯氮气，99.999%。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱：美国 Agilent 7890A，双 ECD 检测器和自动进样器。

5.2 色谱柱类型：

5.2.1 DB-5MS 毛细管色谱柱：30m $\times$ 0.53mm $\times$ 5 μm ，或其他相同类型色谱柱。

5.2.2 DB-1701 毛细管色谱柱：30m $\times$ 0.53mm $\times$ 1.00 μm ，或其他相同类型色谱柱。

5.3 快速溶剂萃取仪：美国 DIONEX，ASE200。

5.4 浓缩工作站：美国 ZYMARK，TURCOVAP2。

5.5 样品瓶：2ml。

5.6 微量注射器：美国 Agilent，5 μl 、10 μl 、25 μl 、50 μl 。

5.7 蒸发皿。

5.8 玻璃三角漏斗。

5.9 一般实验室常用仪器。

6 样品

6.1 样品采集:

用于有机物农药测定的土壤样品需采集新鲜土壤样品。应注意去除样品中的落叶、杂草、石块及根系等杂物,所采样品应置于棕色磨口玻璃瓶内,样品要充满容器,并注意在采样和运输过程中避免样品的污染。

6.2 样品的保存:

土壤样品采集后应在 4℃ 以下避光保存,应在 14d 内尽快完成样品的前处理,萃取后如暂不分析,样品提取液可保存 40d ($<-20^{\circ}\text{C}$ 条件下避光存放)。

7 分析步骤

7.1 萃取:

称取 20.0g 土壤样品与适量硅藻土 (4.5),在蒸发皿 (5.7) 中充分碾压分散,将分散均匀的土壤样品转移到 33 ml 萃取池中,萃取池出口应事先装上玻璃纤维滤纸,如萃取池未满可以加入适量硅藻土将剩余体积填满,而后将萃取池放入快速溶剂萃取仪。

萃取条件:设定温度为 100°C ,压力为 $1\,500\sim 2\,000\text{ psi}$ (磅力每平方英寸, $1\text{ psi}=6.894\,76\times 10^3\text{ Pa}$),经 5min 预热平衡后静态提取 5min (淋洗体积为萃取池溶剂的 60%),而后以 150 psi 压力的氮气吹扫 100s,静态提取次数为 1 次。

收集萃取液,经无水硫酸钠小柱 (4.6) (大于 3g) 去除水分,待净化。

7.2 净化与浓缩:

Florisil 固相萃取小柱 (4.10) 是正相固相萃取柱,Florisil 填料对样品中的色素等极性杂质有很强的吸附作用,因此对有机氯农药等非极性和弱极性的待测组分净化效果较好,传统的浓硫酸净化方法并不适合测定狄氏剂和异狄氏剂。实验证明正己烷-丙酮 (9:1, V/V) 作为洗脱剂效果最好,洗脱剂的用量为 15 ml。具体净化步骤如下:

7.2.1 净化:

将萃取液转移至浓缩工作站 (5.4) 玻璃管中,转移过程中需用少量正己烷清洗容器,将清洗液与萃取液合并,浓缩至 1ml 左右。将浓缩后的萃取液加到已活化好的固相萃取柱上,使其逐滴流下,用正己烷少量多次洗涤玻璃容器 (约 2ml),加到柱头上,流出液用浓缩工作站玻璃管收集,而后再用 12ml 正己烷-丙酮溶液 (4.4) 淋洗小柱,合并流出液与洗脱液。

7.2.2 浓缩:

用浓缩工作站 (5.4) 25°C 浓缩至 0.5 ml,正己烷定容至 1ml,待分析。

7.3 水分的测定:

按照《土壤水分测定法》(GB 7172—87) 测定土壤样品中水分含量。

7.4 色谱条件:

色谱柱: DB-5MS ($30\text{ m}\times 0.53\text{ mm}\times 0.5\mu\text{m}$), DB-1701 ($30\text{ m}\times 0.53\text{ mm}\times 1.00\mu\text{m}$);

载气流量: 6.0 ml/min , 恒流模式;

进样口温度: 270°C ;

分流比: 10:1;

柱温：80℃保持 0.5min，30℃/min 程序升温至 200℃，2℃/min 程序升温至 235℃，1℃/min 程序升温至 245℃，再以 5℃/min 程序升温至 260℃，保留 10min；

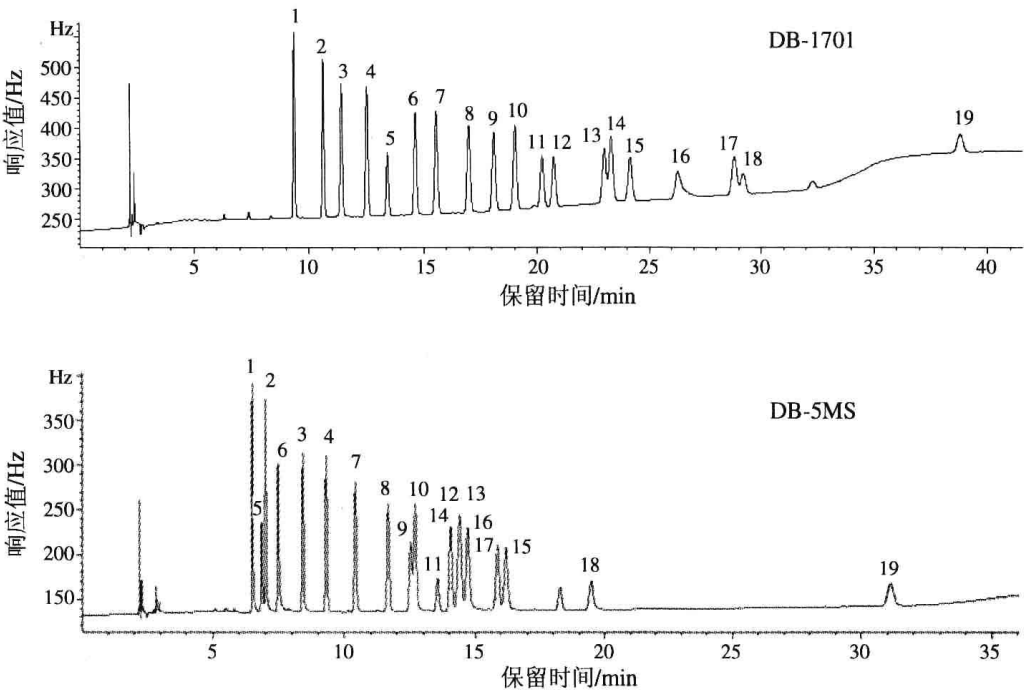
检测器温度：300℃；

尾吹气流量：N₂，60ml/min。

色谱条件可根据色谱柱的不同而有所改变，但应尽量满足使各目标化合物达到较好的分离效果。

7.5 校准曲线的绘制：

取一定量的目标化合物标准使用液（4.9）和替代物标准使用液（4.9），配制成 5ng/ml、10ng/ml、20ng/ml、40ng/ml、60ng/ml、80ng/ml 和 100ng/ml 7 个浓度级别的标准溶液。依据 7.4 实验条件进样。各目标化合物在 DB-1701 和 DB-5MS 毛细管色谱柱上出峰顺序如图 1-1-1 所示。



1— α -六六六；2— γ -六六六；3—七氯；4—艾氏剂；5— β -六六六；6— δ -六六六；7—环氧七氯；
8—硫丹 I；9—*p,p'*-DDE；10—狄氏剂；11—异狄氏剂；12—*o,p'*-DDT；13—*p,p'*-DDD；
14—硫丹 II；15—*p,p'*-DDT；16—异狄氏剂醛；17—硫丹硫酸盐；18—甲氧滴滴涕；19—替代物

图 1-1-1 18 种有机氯农药色谱图

7.6 测定：

将前处理好的样品（7.2）按与 7.4 相同的测定条件进行测定，保存测定结果。

7.6.1 定性分析：

根据标准谱图中各目标化合物的保留时间来确定试样中出现的组分数目和组分名称；在双柱的保留时间同时匹配时，才能认为目标化合物存在。

7.6.2 定量分析：

由于双柱双 ECD 测定同时有两套校准曲线参与计算，样品数据也相应生成两套，其中数据取舍遵循的规则为：若目标化合物相应的定量值在两柱上的差异大于 5 倍，则认为

此化合物为假阳性；若小于 5 倍，则认为所对应的化合物存在且以较小的一个数据作为定量值。

7.7 空白试验：

用制备好的硅藻土（4.5）代替试样，采用和试样制备相同的步骤和试剂，制备全程序空白试样，按与 7.4 相同测定条件进行测定。

8 结果计算和表示

根据外标法计算土壤中各有机氯农药单体的含量 C_i ($\mu\text{g/kg}$)，按式 1-1-1 计算。

$$C_i = \frac{A_i}{\text{RF}} \times \frac{V_i}{M} \quad (1-1-1)$$

$$\text{RF} = \frac{A_x}{C_x} \quad (1-1-2)$$

式中： C_i ——土壤样品中目标化合物的浓度， $\mu\text{g/kg}$ ；

A_i ——样品中目标化合物的峰面积；

V_i ——定容体积，ml；

RF——响应因子；

M ——土壤样品的干重，g；

A_x ——标准溶液中目标化合物的峰面积；

C_x ——标准溶液中目标化合物的浓度，ng/ml。

9 方法性能指标验证数据

以下方法性能指标验证数据均为单一实验室测定数据。

9.1 检出限测定：

检出限（MDL）的测定方法为：平行测定 7 个低浓度空白加标样品，加标的浓度要适宜，一般为预期 MDL 值的 1~5 倍，并按照给定分析方法的全过程进行处理和测定，然后再按式 1-1-3 计算出检出限。双检测器时，以两者中的较高者为方法检出限。

$$\text{MDL} = t_{(n-1, 0.99)} S \quad (1-1-3)$$

式中：MDL——检出限；

$t_{(n-1, 0.99)}$ ——置信度为 99%，自由度为 $n-1$ 时的 t 值（查表可得）；

n ——平行分析的样品数（本方法中为 7）；

S ——7 次测定浓度的标准偏差，计算公式为 $S = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (x_k - \bar{x})^2}$ 。

在多化合物测定时，一般要求加标样品测定的平均值与 MDL 比值在 2~5 之间的化合物数目要大于 50%，小于 1 和大于 20 的化合物数目要小于 10%，这说明用于测定 MDL 的加标浓度比较合适。

在本方法所选定条件下测定了 7 个空白加标样品，加标浓度为 $1\mu\text{g/kg}$ （20.0g 空白土壤样品中分别加入 20ng 有机氯农药标准样品及替代物标准样品），测定结果如表 1-1-2 所示。

表 1-1-2 检出限测定结果

化合物	标准偏差/ (μg/kg)	检出限/ (μg/kg)
α-六六六	0.08	0.26
β-六六六	0.04	0.14
γ-六六六	0.07	0.21
δ-六六六	0.20	0.63
七氯	0.08	0.25
艾氏剂	0.07	0.23
环氧七氯	0.03	0.11
硫丹 I	0.05	0.15
狄氏剂	0.03	0.10
p,p'-滴滴伊	0.04	0.12
异狄氏剂	0.07	0.22
硫丹 II	0.12	0.37
p,p'-滴滴滴	0.07	0.21
o,p'-滴滴涕	0.04	0.13
异狄氏剂醛	0.07	0.21
硫丹硫酸盐	0.33	1.00
p,p'-滴滴涕	0.10	0.33
甲氧滴滴涕	0.14	0.43
十氯联苯（替代物）	0.06	0.18

注：检出限测定中有 11 种化合物平均值与检出限的比值在 2~5 之间，没有小于 1 和大于 20 的化合物。

9.2 精密度测定：

按本方法全程序平行测定 6 个空白加标土壤样品，加标浓度为 3μg/kg（20.0g 空白土壤样品中分别加入 60ng 有机氯农药标准样品及替代物标准样品），其相对标准偏差见表 1-1-3。

表 1-1-3 精密度测定结果

化合物	RSD/%	
	DB-1701	DB-5MS
α-六六六	1.53	1.63
β-六六六	0.73	1.95
γ-六六六	1.26	1.42
δ-六六六	1.18	2.51
七氯	0.97	1.66
艾氏剂	0.95	1.85
环氧七氯	0.95	1.74
硫丹 I	0.83	1.87
狄氏剂	0.90	2.11
p,p'-滴滴伊	0.66	1.73
异狄氏剂	0.85	2.30

化合物	RSD/%	
	DB-1701	DB-5MS
硫丹 II	0.58	1.65
<i>p,p'</i> -滴滴滴	0.79	1.49
<i>o,p'</i> -滴滴涕	1.12	1.84
异狄氏剂醛	3.01	1.89
硫丹硫酸盐	1.10	2.61
<i>p,p'</i> -滴滴涕	0.76	1.65
甲氧滴滴涕	1.09	3.33
十氯联苯（替代物）	3.02	1.80

9.3 准确度测定：

按本方法全程序平行测定 6 个空白加标土壤样品，加标浓度为 3μg/kg（20.0g 空白土壤样品中加入 60ng 有机氯农药标准样品及替代物标准样品），其回收率见表 1-1-4。

表 1-1-4 准确度测定结果

化合物	回收率/%
α-六六六	73.6～99.0
β-六六六	86.1～110
γ-六六六	77.8～101
δ-六六六	83.8～102
七氯	81.9～102
艾氏剂	73.1～103
环氧七氯	83.9～107
硫丹 I	80.1～100
狄氏剂	85.6～106
<i>p,p'</i> -滴滴伊	86.4～111
异狄氏剂	87.6～134
硫丹 II	49.0～85.6
<i>p,p'</i> -滴滴滴	87.7～124
<i>o,p'</i> -滴滴涕	79.7～93.5
异狄氏剂醛	37.2～73.9
硫丹硫酸盐	76.6～106
<i>p,p'</i> -滴滴涕	62.0～93.5
甲氧滴滴涕	70.2～96.1
十氯联苯（替代物）	98.2～127

10 质量保证和质量控制

10.1 空白检查：

每批样品（小于 50 个）至少测定 2 个以上全程序空白样品，要求空白测定值不得超过方法检出限。

10.2 仪器漂移校准:

连续校准(CC)的百分漂移(D%)必须小于20%。如果百分漂移值≤20%,则初始校准曲线仍能继续使用;如果任何一个化合物的百分漂移>20%,要查找原因,采取措施,如果采取措施后仍不能找到问题根源,就要重新制作校准曲线。百分漂移(D%)按式1-1-4计算:

$$D\% = \frac{RF_C - RF_i}{RF_i} \times 100 \tag{1-1-4}$$

式中: RF_C ——校准物响应因子;
 RF_i ——最近一次初始校准曲线的平均响应因子。

10.3 相关性检验、精密度控制和准确度控制:

10.3.1 相关性检验:

初始校准曲线每个目标化合物和替代物响应因子RF的相对标准偏差RSD应小于30%或者相关系数应在0.995以上。

10.3.2 精密度控制:

样品测定时随机抽取10%的样品做平行双样检查(当批样品量少于10时,做1个样品的平行双样)。平行双样的分析结果用相对偏差来评价:测定值在3倍检出限以内者的相对偏差应≤66.6%;测定值在3倍检出限以上者的相对偏差应≤50%;测定值在检出限以下者(用ND表示)不统计,平行样品检验的合格率应大于80%。

10.3.3 准确度控制:

样品测定时随机抽取10%的样品做基体加标和基体加标平行样检查,计算加标回收率及平行样回收率的相对偏差,加标回收率应控制在40%~135%之间,要求80%以上的化合物回收率达标,并且加标平行样的相对偏差应≤30%。

10.4 滴滴涕和异狄氏剂的降解率控制:

滴滴涕和异狄氏剂的降解率需要在样品分析前以及每12h测定,如果任何一种化合物的降解超过了15%,则进样口设备需要维护,并重新进行校准。滴滴涕的降解率计算如式1-1-5所示,异狄氏剂的降解率计算如式1-1-6所示:

$$DDT\% = \frac{A_{DDD} + A_{DDE}}{A_{DDT} + A_{DDD} + A_{DDE}} \times 100 \tag{1-1-5}$$

$$Endrin\% = \frac{A_{醛} + A_{酮}}{A_{异狄氏剂} + A_{醛} + A_{酮}} \times 100 \tag{1-1-6}$$

式中: DDT%——DDT的降解率, %;

A_{DDD} ——DDD的峰面积;

A_{DDE} ——DDE的峰面积;

A_{DDT} ——DDT的峰面积;

Endrin% ——异狄氏剂的降解率, %;

$A_{醛}$ ——异狄氏剂醛的峰面积;

$A_{酮}$ ——异狄氏剂酮的峰面积;