



中华人民共和国国家标准

GB/T 26411—2010

海水中 16 种多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法

Determination of 16 polynuclear
aromatic hydrocarbons in seawater by GC-MS

2011-01-14 发布

2011-06-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
海水中 16 种多环芳烃的测定
气相色谱-质谱法
GB/T 26411—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 21 千字
2011 年 5 月第一版 2011 年 5 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-42209 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准与美国国家环保总署 USEPA METHOD 525.2、3535 和 610 方法的一致性程度为非等效。

本标准的附录 A 和附录 C 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本标准由国家海洋局提出。

本标准由全国海洋标准化技术委员会(SAC/TC 283)归口。

本标准起草单位:国家海洋局南海环境监测中心、广东海洋大学。

本标准主要起草人:赵利容、曲念东、林端、黄楚光、谢群、孙省利、陈春亮。

海水中 16 种多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了海水中 16 种多环芳烃的样品采集与贮存、预处理、分析测试、质量保证和数据处理的方法和程序。

本标准适用于海水中萘、蒽、苊、芴、菲、蒽、荧蒽、芘、苯并(a)蒽、蒾、苯并(b)荧蒽、苯并(k)荧蒽、苯并(a)芘、二苯并(a,h)蒽、苯并(ghi)芘和茚并(1,2,3-cd)芘等 16 种多环芳烃的固相萃取气相色谱-质谱法的测定,也适用于地表水和地下水等水质中 16 种多环芳烃的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

GB/T 14666 分析化学术语

GB/T 15921 海洋学术语 海洋化学

3 术语和定义

GB/T 15921、GB/T 14666 中确立的术语和定义适用于本标准。

4 方法原理

采用 C18 固相萃取柱直接富集水中 16 种多环芳烃,用丙酮和二氯甲烷洗脱,洗脱液经浓缩后,用正己烷定容,用气相色谱-质谱法定性定量分析。

5 试剂和材料

除另作说明,本标准中所用试剂均为分析纯。

5.1 二氯甲烷(CH_2Cl_2)。

5.2 正己烷(C_6H_{14})。

5.3 甲醇(CH_3OH)。

5.4 丙酮(CH_3COCH_3)。

5.5 异丙醇($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$)。

5.6 1:1(体积比)甲醇/水溶液。

5.7 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。

5.8 无水硫酸钠(Na_2SO_4):预处理方法见附录 A。

5.9 重铬酸钾-浓硫酸洗液:称取 10 g 研细的重铬酸钾固体,加热溶于 20 mL 水中,待冷后,边搅拌边缓慢地加入 180 mL 浓硫酸(H_2SO_4),冷后,移入磨口瓶中保存。

5.10 水(H_2O):重蒸蒸馏水或市售纯净水。

5.11 C18 固相萃取柱:规格为 500 mg/3 mL。

5.12 玻璃纤维滤膜(0.7 μm):在 400 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 冷却或二氯甲烷(5.1)超声 30 min 后自然干,贮于磨口玻璃瓶中密封保存。

5.13 标准溶液

5.13.1 多环芳烃标准溶液:2 000(1 \pm 5%) $\mu\text{g}/\text{mL}$,含有本标准涉及的 16 种多环芳烃的混合标准溶液(溶剂为 1:1,二氯甲烷:苯)。

5.13.2 多环芳烃标准溶液中间液:20(1 \pm 5%) $\mu\text{g}/\text{mL}$,取 10.0 μL 的多环芳烃标准溶液(5.13.1)溶于正己烷(5.2)中,定容至 1.00 mL。

5.13.3 多环芳烃标准溶液使用液:0.2(1 \pm 5%) $\mu\text{g}/\text{mL}$,取 10.0 μL 的多环芳烃标准溶液中间液(5.13.2)溶于正己烷中,定容至 1.00 mL。

5.13.4 多环芳烃替代物标准溶液:2 000(1 \pm 5%) $\mu\text{g}/\text{mL}$,5 种多环芳烃替代物混合标准溶液(溶剂为二氯甲烷),包括萘-d8、蒽-d10、菲-d10、蒾-d12 和苝-d12。

5.13.5 多环芳烃替代物标准溶液中间液:20(1 \pm 5%) $\mu\text{g}/\text{mL}$,取 10.0 μL 多环芳烃替代物标准溶液(5.13.4)溶于二氯甲烷中,定容至 1.00 mL。

5.13.6 多环芳烃替代物标准溶液使用液:0.02(1 \pm 5%) $\mu\text{g}/\text{mL}$,取 10.0 μL 多环芳烃替代物标准溶液中间液(5.13.5)溶于异丙醇(5.5)中,定容至 10.0 mL。

5.13.7 多环芳烃替代物标准溶液使用液:2(1 \pm 5%) $\mu\text{g}/\text{mL}$,取 100 μL 多环芳烃替代物标准溶液中间液(5.13.5)溶于二氯甲烷中,定容至 1.00 mL。

5.13.8 多环芳烃内标标准溶液:200(1 \pm 5%) $\mu\text{g}/\text{mL}$,四氯间二甲苯或六甲基苯(溶剂为甲醇)。

5.13.9 多环芳烃内标标准溶液使用液:4(1 \pm 5%) $\mu\text{g}/\text{mL}$,取 10.0 μL 多环芳烃内标标准溶液(5.13.8)溶于异丙醇中,定容至 0.50 mL。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱-质谱联用仪(气相色谱-质谱):EI 源。

6.2 色谱柱:毛细管色谱柱(30 m \times 0.25 mm ID \times 0.25 μm ,Crossbond 5% diphenyl-95% dimethyl polysiloxane)。

6.3 气体:氮气(N_2)和氦气(He),纯度大于 99.99%。

6.4 固相萃取装置。

6.5 真空抽气泵。

6.6 K-D 浓缩器。

6.7 氮吹仪。

6.8 超声清洗器。

6.9 刻度移液管:0.50 mL、1.00 mL、5.0 mL、10.0 mL,GB 12808 A 类。

6.10 微量气相进样针:5 μL 、10 μL 、50 μL 和 100 μL 。

6.11 分析天平:分辨率 0.01 g。

7 水样采集和处理

7.1 水样的采集

7.1.1 采水器及采样瓶的清洗

采水器应在使用之前用清水洗净,运输过程中避免污染。样品应选用 2 L 棕色玻璃容器采集,采样瓶在使用前应按照 11.1 规定的方法清洗。

7.1.2 采样

采样时不应用样品预洗采样瓶,以防止样品的沾染或吸附,采样瓶应完全注满,倒置无气泡。

7.1.3 样品保存

在每 1 L 海水样品中加入 80 mg 硫代硫酸钠(5.7)和 5 mL 甲醇(5.3)。样品应在 4 ℃ 的环境下避光阴暗保存。样品应在 7 d 内完成萃取,40 d 内完成测试。

7.1.4 空白样品的采集

用水(5.10)作空白样品,空白样品的采集和保存按 7.1.2、7.1.3 的规定操作。

7.2 水样预处理

7.2.1 水样的准备

量取 1 000 mL 水样,用玻璃纤维滤膜(5.12)抽滤后,依次加入 100 mL 异丙醇(5.5)和 1.00 mL 多环芳烃替代物标准溶液使用液(5.13.6)。

7.2.2 C18 固相萃取柱的活化

7.2.2.1 将 C18 固相萃取柱(5.11)依次放置于固相萃取装置,拧紧所有旋钮。

7.2.2.2 加入 3 mL 正己烷(5.2)于柱中,拧松开关,当溶剂完全浸润柱填充物时拧紧开关,保持 1 min。打开开关,使溶剂缓慢流过柱子,速度为 1 滴/秒。当溶剂液面接近柱填充物时,再加入 3 mL 正己烷,共重复 3 次。

7.2.2.3 继续加入二氯甲烷(5.1)于柱中,重复 7.2.2.2 的操作。

7.2.2.4 继续加入甲醇(5.3)于柱中,重复 7.2.2.2 的操作。

7.2.2.5 继续加入水(5.10)于柱中,重复 7.2.2.2 的操作。

7.2.3 水样的萃取

7.2.3.1 将准备好的水样连接入已经活化的 C18 固相萃取柱,打开真空泵,流速控制为(6~8) mL/min。

7.2.3.2 当水样全部萃取完毕,液面接近柱填充物时,关闭真空泵,加入 3 mL 1:1(体积比)甲醇/水溶液(5.6)于柱中,打开真空泵调整流速为 1 滴/秒。待溶液全部流出后维持抽空 1 min,通入高纯氮气 10 min 进一步干燥,氮气流速为 1 L/min。

7.2.4 C18 固相萃取柱的洗脱

7.2.4.1 加入 1.5 mL 丙酮(5.4)于柱中,拧松开关,当溶剂完全浸润柱填充物时拧紧开关,保持 3 min。打开开关,使溶剂缓慢流过柱子,速度为 1 滴/秒。用 10 mL 玻璃试管收集洗脱液。

7.2.4.2 继续加入 3 mL 二氯甲烷(5.1),重复 7.2.4.1 的操作;重复一次。收集于同一玻璃试管中。

7.2.4.3 将洗脱液通过装有 10 cm 无水硫酸钠(5.8)的层析柱脱水,当液面接近无水硫酸钠,加入 5 mL 二氯甲烷(5.1)继续冲洗层析柱,重复二次。脱水后的洗脱液用 K-D 浓缩器浓缩至约 1 mL,置换为正己烷溶剂,浓缩至约 0.5 mL,加入 10.0 μ L 多环芳烃内标标准溶液使用液(5.13.9),待测。

8 样品的测试

8.1 仪器分析

8.1.1 色谱条件

进样口温度:250 ℃。

离子源温度:200 ℃;离子源类型:EI 源。

接口温度为:250 ℃。

升温程序:初始温度为 50 ℃,以 20 ℃/min 的速度升至 150 ℃,保持 2 min;再以 12 ℃/min 的速度升至 290 ℃,保持 7 min。

进样方式:不分流,进样量:1 μ L~2 μ L。

高纯氮气($\geq 99.99\%$),柱流量:1.5 mL/min,总流量:50 mL/min。

8.1.2 全扫描(SCAN)定性分析

质量数范围(50~500)m/z。

8.1.3 选择离子扫描(SIM)定量分析

根据仪器条件和样品选择多环芳烃各化合物的特征离子进行检测。16种多环芳烃、5种多环芳烃替代物和多环芳烃内标物特征离子参见表B.1。

8.2 标准曲线

8.2.1 定量方法

采用替代物/内标物定量方法。

8.2.2 标准工作溶液

分别取5.0 μL, 10.0 μL, 20.0 μL, 50.0 μL, 100.0 μL和0.200 mL多环芳烃标准溶液使用液(5.13.3)于正己烷中, 定容至0.5 mL, 使系列标准工作溶液中各化合物浓度分别为2.0 ng/mL、4.0 ng/mL、8.0 ng/mL、20.0 ng/mL、40.0 ng/mL和80.0 ng/mL。每个标准工作溶液中分别加入10.0 μL多环芳烃替代物标准溶液使用液(5.13.7)和10.0 μL多环芳烃内标标准溶液使用液(5.13.9)。

8.2.3 绘制标准曲线

通过自动进样器或10.0 μL气相进样针分别移取不同浓度的标准使用液1 μL~2 μL, 注入气相色谱仪, 按照8.1.1色谱条件得到各不同浓度的多环芳烃的色谱图, 计算不同浓度待测物质的相应峰高(或峰面积), 绘制标准曲线。

8.3 样品的测定

8.3.1 进样方式: 自动进样器或手动进样。

8.3.2 进样量: 1 μL~2 μL。

8.3.3 操作: 用正己烷(5.2)润洗微量注射器的针头和针筒10次, 再用试样润洗3次, 抽取待测样品, 排除针筒中的气泡, 迅速注入气相色谱进样口, 进行分析。

8.3.4 分析空白试验: 按10.1.3进行分析空白试验。

8.4 色谱图的分析

8.4.1 标准色谱图

16种多环芳烃及5种多环芳烃替代物的标准色谱图参见图B.1。

8.4.2 定性分析

对照待测样品质谱图与标准图谱库中的标准质谱图, 进行定性分析。

9 结果的表示与计算

用选择离子扫描方式进行定量分析, 记录试样中每种多环芳烃的峰高(或峰面积), 按式(1)、式(2)和式(3)计算试样中各种多环芳烃的浓度值。

$$\frac{A_s}{A_i} = K_{si} \frac{M_s}{M_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_s ——标准样品中多环芳烃目标化合物的峰高或峰面积;

A_i ——标准样品中内标化合物的峰高或峰面积;

M_s ——标准样品中多环芳烃目标化合物的质量, 单位为纳克(ng);

M_i ——内标化合物的质量, 单位为纳克(ng);

K_{si} ——标准样品中多环芳烃目标化合物与内标化合物响应因子的比值, K 值为常数。

$$\frac{A_t}{A_i} = K_{ti} \frac{M_t}{M_i} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_t ——标准样品中多环芳烃替代物的峰高或峰面积;

M_t ——标准样品中多环芳烃替代物的质量,单位为纳克(ng);

K_{st} ——标准样品中多环芳烃替代物与内标化合物响应因子的比值, K 值为常数。

$$\frac{A_s}{A_t} = K_{st} \frac{M_s}{M_t} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

K_{st} ——标准样品中多环芳烃目标化合物与多环芳烃替代物响应因子的比值, K 值为常数。

多环芳烃替代物回收率按式(4)进行计算:

$$R_{ec} = \frac{A_{tx} M_i}{A_{ix} M_t K_{si}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

R_{ec} ——待测样品中加入的多环芳烃替代物的回收率,%;

A_{ix} ——待测样品中内标化合物的峰高或峰面积;

A_{tx} ——待测样品中多环芳烃替代物的峰高或峰面积。

样品中目标化合物的浓度按式(5)进行计算:

$$C_x = \frac{A_{sx} M_t}{A_{tx} K_{st} V} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

C_x ——待测样品中多环芳烃目标化合物浓度,单位为纳克每升(ng/L);

A_{sx} ——待测样品中多环芳烃目标化合物的峰高或峰面积;

V ——样品取样体积,单位为升(L)。

10 质量控制

10.1 空白

10.1.1 试剂空白

所有试剂空白测试结果应低于方法检出限。

10.1.2 全程序空白

每批样品全程序空白的样品数量不少于该批样品总数的10%。

10.1.3 分析空白试验

按照试样的分析条件和步骤对空白样品进行分析试验,得到的结果为“空白值”。

10.2 方法检出限

16种多环芳烃方法检出限数据见表C.1。

10.3 回收率

空白加标和多环芳烃替代物的回收率应在60%~130%,见表C.2、表C.3和表C.4。

10.4 精密度

16种多环芳烃在6.0 ng/L,10.0 ng/L和20.0 ng/L浓度水平的精密度数据分别见表C.2、表C.3和表C.4。

10.5 标准曲线的使用

每个工作日应测定一种或几种浓度的标准溶液以检验标准曲线,若某一化合物的测定值与标准值的相对标准偏差大于10%,则应重新绘制标准曲线。

10.6 平行样

本方法中平行双样数量为总样品数的10%~20%,平行双样相对偏差应低于30%。

11 注意事项

11.1 玻璃器皿使用前应先用清水冲洗,等水干后放入40℃~50℃的重铬酸钾-浓硫酸洗液中浸泡

24 h,取出后用清水洗净,再用纯水清洗,用烘箱 105 ℃烘 2 h,再于马弗炉中 400 ℃灼烧 4 h,玻璃器皿彻底清洗干净后放入专用柜保存。带有刻度的玻璃器皿不能灼烧。

11.2 无水硫酸钠纯度无法满足实验要求时,应进行处理以消除干扰。

11.3 试剂纯度无法满足实验要求时,应蒸馏后使用。

11.4 整个实验过程应在具有通风设备的实验室进行。

11.5 当待测化合物在气相色谱-质谱的全扫描方法下不能定性时,可通过提取碎片离子方式定性分析。

11.6 需要加入内标溶液时,应在待测样品测定前完成操作。

11.7 样品准备时,应在待测样品溶液液面以下加入多环芳烃替代物。当受环境影响,如室温过高,加速了多环芳烃替代物的挥发,损失较大,可能对测定结果有影响时,可采取增加多环芳烃替代物标准溶液使用液的浓度,减少加入体积的方法提高回收率。

11.8 样品的预处理时,C18 固相萃取柱的活化和水样萃取过程中不能使柱干。

附 录 A
(规范性附录)
无水硫酸钠的预处理方法

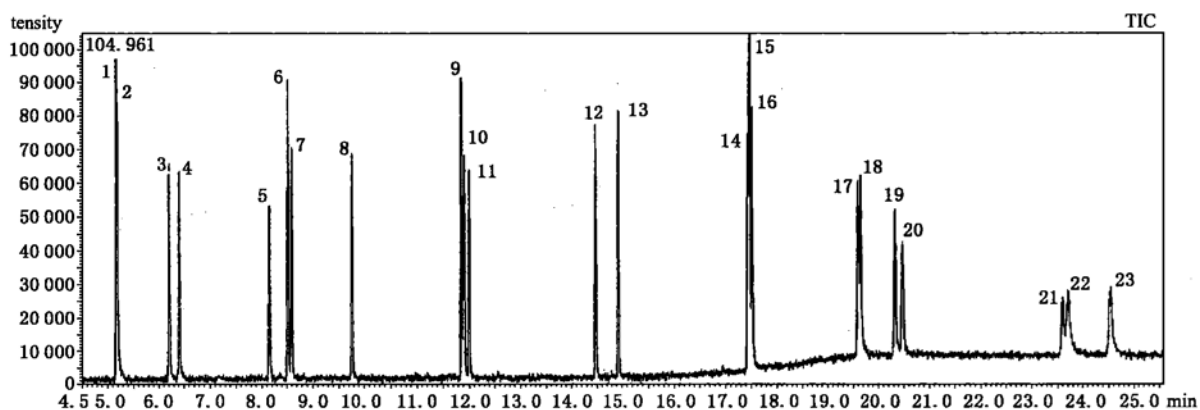
- A.1 在蒸馏装置中对甲醇进行蒸馏。
- A.2 取一定量无水硫酸钠,用普通滤纸包好,放入烧杯中,先用蒸馏后的甲醇浸泡 10 min,再超声 15 min,取出后放入干净烧杯中自然晾干。
- A.3 以二氯甲烷为溶剂,将经过 A.2 处理后的无水硫酸钠在索氏抽提器中抽提 72 h。
- A.4 取下索氏抽提器中的无水硫酸钠,放入烧杯中自然晾干。
- A.5 将自然晾干的无水硫酸钠置于马弗炉中灼烧 4 h。
- A.6 将灼烧后的无水硫酸钠置于干燥皿中,备用。

附录 B (资料性附录)

16 种多环芳烃的标准色谱图和特征离子表

B.1 标准色谱图

图 B.1 给出了本标准中 16 种多环芳烃及替代物的标准色谱图。



- 1——萘-d8;
- 2——萘;
- 3——萘;
- 4——萘;
- 5——蒽;
- 6——蒽-d10;
- 7——蒽;
- 8——苊;
- 9——菲-d10;
- 10——菲;
- 11——蒽;
- 12——荧蒽;
- 13——芘;
- 14——苯并(a)蒽;
- 15——屈-d12;
- 16——屈;
- 17——苯并(b)荧蒽;
- 18——苯并(k)荧蒽;
- 19——苯并(a)芘;
- 20——芘-d12;
- 21——茚并(1,2,3-cd)芘;
- 22——二苯并(a,h)蒽;
- 23——苯并(ghi)芘。

注：3、4 两种组份与本标准无关，故未给出。

图 B.1 16 种多环芳烃及替代物标准色谱图

B.2 16种多环芳烃,5种多环芳烃替代物和多环芳烃内标物的特征离子

表 B.1 给出了本标准中 16 种多环芳烃,5 种多环芳烃替代物和多环芳烃内标物的特征离子。

表 B.1 16 种多环芳烃、5 种多环芳烃替代物和多环芳烃内标物的特征离子

| 序号 | 化合物 | 特征离子 | 序号 | 化合物 | 特征离子 |
|----|--------|-------------|----|---------------|-------------|
| 1 | 萘-d8 | 136,134 | 12 | 苊 | 202,200,203 |
| 2 | 萘 | 128,129,127 | 13 | 苯并(a)蒽 | 228,226 |
| 3 | 蒽 | 152,151,153 | 14 | 蒾-d12 | 240,236 |
| 4 | 蒾-d10 | 164,162,160 | 15 | 蒾 | 228,229,226 |
| 5 | 蒾 | 153,154,152 | 16 | 苯并(b)荧蒽 | 252,253,125 |
| 6 | 芴 | 166,165,167 | 17 | 苯并(k)荧蒽 | 252,253,250 |
| 7 | 四氯间二甲苯 | 207,209,244 | 18 | 苯并(a)苊 | 252,253,250 |
| 8 | 菲-d10 | 188,184 | 19 | 苊-d12 | 264,260 |
| 9 | 菲 | 178,179 | 20 | 蒽并(1,2,3-cd)苊 | 276,277,138 |
| 10 | 蒽 | 178,179,176 | 21 | 二苯并(a,h)蒽 | 278,276,139 |
| 11 | 荧蒽 | 202,101,100 | 22 | 苯并(ghi)苊 | 276,274,138 |

附 录 C

(规范性附录)

16 种多环芳烃的方法检出限、回收率和精密度数据

C.1 16 种多环芳烃的方法检出限数据

表 C.1 给出了本标准中 16 种多环芳烃的方法检出限数据。

表 C.1 16 种多环芳烃的方法检出限数据

| 序号 | 化合物 | 检出限 | 序号 | 化合物 | 检出限 |
|----|-----|--------|----|---------------|--------|
| 1 | 萘 | 1 ng/L | 9 | 苯并(a)蒽 | 1 ng/L |
| 2 | 萘烯 | 1 ng/L | 10 | 蒎 | 1 ng/L |
| 3 | 萘 | 1 ng/L | 11 | 苯并(b)荧蒽 | 1 ng/L |
| 4 | 芴 | 1 ng/L | 12 | 苯并(k)荧蒽 | 1 ng/L |
| 5 | 菲 | 1 ng/L | 13 | 苯并(a)芘 | 1 ng/L |
| 6 | 蒽 | 1 ng/L | 14 | 茚并(1,2,3-cd)芘 | 2 ng/L |
| 7 | 荧蒽 | 1 ng/L | 15 | 二苯并(a,h)蒽 | 2 ng/L |
| 8 | 芘 | 1 ng/L | 16 | 苯并(ghi)花 | 2 ng/L |

C.2 16 种多环芳烃的准确度和精密度数据

表 C.2 给出了加标量为 6.0 ng/L 时 16 种多环芳烃平行测试三次的准确度和精密度数据；表 C.3 给出了加标量为 12.0 ng/L 时 16 种多环芳烃平行测试三次的准确度和精密度数据；表 C.4 给出了加标量为 20.0 ng/L 时 16 种多环芳烃平行测试三次的准确度和精密度数据。

表 C.2 加标量为 6.0 ng/L 时 16 种多环芳烃平行测试 3 次的准确度和精密度数据

| 化合物 | 加标量/ (ng/L) | 平均值/ (ng/L) | 相对标准偏差/ % | 平均回收率/ % | 回收率相对偏差/ % |
|---------|----------------|----------------|--------------|-------------|---------------|
| 萘 | 6.0 | 40.2 | 3 | 183 | 20 |
| 萘烯 | 6.0 | 6.0 | 3 | 88 | 9 |
| 萘 | 6.0 | 5.5 | 4 | 79 | 7 |
| 芴 | 6.0 | 6.8 | 3 | 96 | 9 |
| 菲 | 6.0 | 6.0 | 3 | 95 | 11 |
| 蒽 | 6.0 | 5.8 | 4 | 93 | 5 |
| 荧蒽 | 6.0 | 4.8 | 1 | 102 | 4 |
| 芘 | 6.0 | 5.7 | 2 | 114 | 2 |
| 苯并(a)蒽 | 6.0 | 6.0 | 3 | 121 | 1 |
| 蒎 | 6.0 | 5.8 | 5 | 116 | 2 |
| 苯并(b)荧蒽 | 6.0 | 6.9 | 7 | 125 | 3 |
| 苯并(k)荧蒽 | 6.0 | 6.7 | 5 | 121 | 5 |

表 C.2 (续)

| 化 合 物 | 加标量/ (ng/L) | 平均值/ (ng/L) | 相对标准偏差/ % | 平均回收率/ % | 回收率相对偏差/ % |
|---------------|----------------|----------------|--------------|-------------|---------------|
| 苯并(a)芘 | 6.0 | 6.1 | 10 | 110 | 3 |
| 茚并(1,2,3-cd)芘 | 6.0 | 6.3 | 7 | 114 | 10 |
| 二苯并(a,h)蒽 | 6.0 | 5.9 | 3 | 107 | 8 |
| 苯并(ghi)芘 | 6.0 | 5.5 | 8 | 100 | 9 |

表 C.3 加标量为 12.0 ng/L 时 16 种多环芳烃平行测试 3 次的准确度和精密度数据

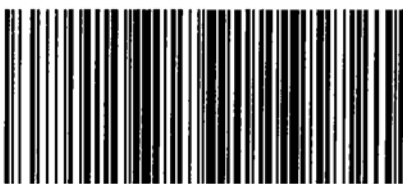
| 化 合 物 | 加标量/ (ng/L) | 平均值/ (ng/L) | 相对标准偏差/ % | 平均回收率/ % | 回收率相对偏差/ % |
|---------------|----------------|----------------|--------------|-------------|---------------|
| 萘 | 12.0 | 55.0 | 9 | 93 | 30 |
| 萘烯 | 12.0 | 12.9 | 1 | 70 | 17 |
| 萘 | 12.0 | 12.6 | 3 | 67 | 16 |
| 芴 | 12.0 | 15.0 | 9 | 75 | 17 |
| 菲 | 12.0 | 12.9 | 7 | 80 | 15 |
| 蒽 | 12.0 | 11.0 | 2 | 74 | 9 |
| 荧蒽 | 12.0 | 11.3 | 1 | 100 | 4 |
| 芘 | 12.0 | 12.1 | 2 | 106 | 2 |
| 苯并(a)蒽 | 12.0 | 12.3 | 1 | 108 | 2 |
| 蒽 | 12.0 | 11.9 | 2 | 105 | 2 |
| 苯并(b)荧蒽 | 12.0 | 14.1 | 1 | 111 | 4 |
| 苯并(k)荧蒽 | 12.0 | 13.3 | 4 | 105 | 6 |
| 苯并(a)芘 | 12.0 | 11.9 | 3 | 94 | 5 |
| 茚并(1,2,3-cd)芘 | 12.0 | 12.2 | 1 | 97 | 3 |
| 二苯并(a,h)蒽 | 12.0 | 12.0 | 1 | 95 | 3 |
| 苯并(ghi)芘 | 12.0 | 11.5 | 2 | 91 | 1 |

表 C.4 加标量为 20.0 ng/L 时 16 种多环芳烃平行测试 3 次的准确度和精密度数据

| 化 合 物 | 加标量/ (ng/L) | 平均值/ (ng/L) | 相对标准偏差/ % | 平均回收率/ % | 回收率相对偏差/ % |
|-------|----------------|----------------|--------------|-------------|---------------|
| 萘 | 20.0 | 40.8 | 4 | 36 | 17 |
| 萘烯 | 20.0 | 20.2 | 3 | 63 | 10 |
| 萘 | 20.0 | 20.8 | 2 | 64 | 9 |
| 芴 | 20.0 | 23.1 | 7 | 69 | 7 |
| 菲 | 20.0 | 19.4 | 2 | 67 | 6 |
| 蒽 | 20.0 | 19.0 | 2 | 71 | 5 |
| 荧蒽 | 20.0 | 17.9 | 3 | 91 | 5 |
| 芘 | 20.0 | 19.0 | 2 | 96 | 5 |

表 C.4 (续)

| 化 合 物 | 加标量/ (ng/L) | 平均值/ (ng/L) | 相对标准偏差/ % | 平均回收率/ % | 回收率相对偏差/ % |
|---------------|----------------|----------------|--------------|-------------|---------------|
| 苯并(a)蒽 | 20.0 | 19.9 | 3 | 101 | 5 |
| 蒽 | 20.0 | 19.5 | 1 | 99 | 4 |
| 苯并(b)荧蒽 | 20.0 | 21.3 | 3 | 106 | 2 |
| 苯并(k)荧蒽 | 20.0 | 20.6 | 4 | 103 | 4 |
| 苯并(a)芘 | 20.0 | 19.0 | 3 | 95 | 5 |
| 茚并(1,2,3-cd)芘 | 20.0 | 22.7 | 6 | 113 | 8 |
| 二苯并(a,h)蒽 | 20.0 | 24.7 | 15 | 123 | 17 |
| 苯并(ghi)芘 | 20.0 | 20.3 | 6 | 101 | 7 |



GB/T 26411—2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-42209

定价: 18.00 元