

《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定
气相色谱-质谱法（征求意见稿）》
编制说明

《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 气相色谱-质谱法》

标准编制组

二〇二五年四月

项目名称：土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 气相色谱-质
谱法

项目统一编号：2021-17

承担单位：江苏省南京环境监测中心、江苏省环境监测中心、中国环
境科学研究院

编制组主要成员：杨丽莉、吴丽娟、胡恩宇、杨 超、王美飞、裴淑
玮、尹明明

生态环境部华南环境科学研究所技术管理负责人：张素坤

环境标准研究所技术管理负责人：曹 宇

生态环境监测司项目负责人：仇 鹏

目 录

| | | |
|-----|----------------------------|----|
| 1 | 项目背景..... | 1 |
| 1.1 | 任务来源..... | 1 |
| 1.2 | 工作过程..... | 1 |
| 2 | 标准制订的必要性分析..... | 2 |
| 2.1 | 苯胺类和联苯胺类化合物的理化性质和环境危害..... | 2 |
| 2.2 | 相关生态环境标准和环境管理工作的需要..... | 5 |
| 3 | 国内外相关分析方法研究..... | 8 |
| 3.1 | 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究..... | 8 |
| 3.2 | 国内相关分析方法研究..... | 11 |
| 3.3 | 文献研究方法..... | 16 |
| 3.4 | 本方法与国内外方法的关系..... | 19 |
| 4 | 标准制订的基本原则和技术路线..... | 19 |
| 4.1 | 标准制订的基本原则..... | 19 |
| 4.2 | 标准的适用范围和主要技术内容..... | 20 |
| 4.3 | 标准制修订的技术路线..... | 20 |
| 5 | 方法研究报告..... | 22 |
| 5.1 | 方法研究的目标..... | 22 |
| 5.2 | 方法原理..... | 23 |
| 5.3 | 试剂和材料..... | 23 |
| 5.4 | 仪器和设备..... | 24 |
| 5.5 | 样品..... | 24 |
| 5.6 | 分析步骤..... | 32 |
| 5.7 | 结果表示..... | 78 |
| 6 | 方法比对..... | 78 |
| 7 | 方法验证..... | 90 |
| 7.1 | 方法验证方案..... | 90 |
| 7.2 | 方法验证过程..... | 94 |
| 8 | 与开题报告的差异说明..... | 96 |
| 9 | 标准实施建议..... | 96 |
| 10 | 参考文献..... | 96 |
| | 附件一..... | 99 |

《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 气相色谱-质谱法（征求意见稿）》编制说明

1 项目背景

1.1 任务来源

根据生态环境部办公厅下发的《关于开展 2021 年度国家生态环境标准项目实施工作的通知》（环办法规函〔2021〕312 号），国家生态环境标准制修订计划《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 气相色谱-质谱法》确定江苏省南京环境监测中心为本项目承担单位，江苏省环境监测中心、中国环境科学研究院为协作单位，项目统一编号为：2021-17。

1.2 工作过程

1.2.1 成立标准编制组

2021 年 7 月，江苏省南京环境监测中心、江苏省环境监测中心和中国环境科学研究院在接到《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 气相色谱-质谱法》国家生态环境标准制修订任务后，成立标准编制小组，对国内外标准和相关文献资料进行调研，在此基础上拟定标准方法制订的基本原则和技术路线，制订方法试验方案并进行试验，根据试验结果进行标准草案的编制。

1.2.2 查询国内外相关标准和文献资料

2021 年 8 月~12 月，根据《国家生态环境标准制修订工作规则》（国环法规〔2020〕4 号）的相关规定，编制组针对目标化合物种类开展了国内外相关文献的收集与整理，了解国内外相关分析方法的研究进展、相关质量标准及排放标准的要求。对目前土壤中苯胺类和联苯胺类测定的分析方法、研究进展以及存在问题进行归纳和总结。在整理借鉴的基础上，对样品采集、前处理、净化、仪器分析等过程进行了初步的研究和探讨，拟定标准方法制订的基本原则和技术路线。

1.2.3 编写开题论证报告和标准文本草案

2022 年 1 月~4 月，标准编制组根据拟定的技术路线，进行了方法条件实验的探索以及仪器分析条件的优化，在此基础上编写了开题论证报告及标准文本草案。

1.2.4 组织专家论证，确定标准制定的技术路线

2022 年 6 月，组织召开了项目开题专家论证会，专家组通过了该标准的开题论证，提出了具体修改意见和建议：

（1）进一步研究细化样品采集、提取、净化、目标化合物定量、质量保证和质量控制相关内容，补充同分异构体的干扰实验；

(2) 增加实验室内标准样品和实验室间空白加标的验证内容；

(3) 按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2020)、《环境保护标准出版技术指南》(HJ 565-2010)的相关要求进行标准文本和编制说明的编写。

1.2.5 方法验证工作

2022年7月,根据开题论证意见完善了方法技术路线和方法验证方案,并按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2020)的要求,组织了6家有资质的实验室进行方法验证,于2023年1月初收回了全部验证报告,在此基础上进行了数据的汇总和分析整理工作,并编写完成了《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 气相色谱-质谱法》方法验证报告。

1.2.6 编写标准征求意见稿和编制说明

2023年2月~6月,编写《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 气相色谱-质谱法》的标准征求意见稿和编制说明。

1.2.7 征求意见稿技术审查会

2024年10月30日,生态环境部生态环境监测司组织召开了《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 气相色谱-质谱法》的标准征求意见稿技术审查会。专家组通过了该标准征求意见稿的技术审查,并提出以下修改意见:1、调研联苯胺是否属于苯胺类化合物,确认沉积物的适用类别。2、标准文本和编制说明中完善质量保证和质量控制、采样器的描述,增加酸性土壤实验室内数据、去除硫的相关描述,完善样品pH相关要求。3、按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2020)和《环境保护标准编制出版技术指南》(HJ 565-2010)对标准文本和编制说明进行编辑性修改。

会后根据专家意见,补充部分实验、修改文本和编制说明,形成《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 气相色谱-质谱法》标准征求意见稿及编制说明。

2 标准制订的必要性分析

2.1 苯胺类和联苯胺类化合物的理化性质和环境危害

2.1.1 苯胺类和联苯胺类化合物基本性质

苯胺类和联苯胺类化合物是指芳环上至少连有一个氨基或者含氮基团的一类化合物,一般状态为高沸点液体或者低熔点固体,较易挥发,可通过鼻腔吸入、透皮吸收引起中毒。苯胺类和联苯胺类化合物分子结构中氮原子上存在孤对电子,反应活性较高,可发生多种化学反应,呈现的弱碱性可与酸反应生成盐,呈现的弱还原性可与氧化性物质发生氧化还原反应,还可发生亲电取代反应等。这两类化合物依据取代基的数目及位置的不同,可形成多种同类物和同分异构体。苯胺类和联苯胺类化合物在性质上类似,均微溶或不溶于水,易溶于醇类、醚类溶剂,并具有特殊气味,易与空气中氧气反应变色,毒性较大,可以通过呼吸道,消化道及皮肤黏膜吸收,对人体造成损害。

本标准涉及目标化合物的基本理化特性见表 1。

表 1 苯胺类和联苯胺类的基本理化特性

| 序号 | 化合物中文名称 | 化合物英文名称 | CAS No. | 外观 | 物化性质 | 沸点(℃) | 致癌活性 |
|----|-----------|---------------------|----------|-------------|--|---------|-----------|
| 1 | 苯胺 | Aniline | 62-53-3 | 无色或浅黄色的油状液体 | 暴露空气中或者见光会逐渐变为棕色,能随水蒸气挥发,溶于乙醇、乙醚、氯仿等有机溶剂 | 181~185 | 第 3 类致癌物 |
| 2 | 2-甲基苯胺 | <i>o</i> -Toluidine | 95-53-4 | 无色或浅黄色的油状液体 | 暴露于空气中或者见光会逐渐变为红棕色,微溶于水,溶于乙醇和乙醚 | 199~200 | 第 1 类致癌物 |
| 3 | 4-甲基苯胺 | <i>p</i> -Toluidine | 106-49-0 | 无色片状结晶 | 微溶于水,溶于乙醇、乙醚、二硫化碳和油类 | 200 | 无 |
| 4 | 3-甲基苯胺 | <i>m</i> -Toluidine | 108-44-1 | 无色油状液体 | 微溶于水,能随水蒸气挥发,溶于醇、醚、稀酸,在空气和光的作用下色泽变深 | 203 | 无 |
| 5 | 2,6-二甲基苯胺 | 2,6-Xylidine | 87-62-7 | 浅黄色至橙色液体 | 不溶于水,能溶于醇、醚 | 216 | 第 2B 类致癌物 |
| 6 | 2,4-二甲基苯胺 | 2,4-Xylidine | 95-68-1 | 无色油状液体 | 微溶于水,溶于醇、醚、苯等,在空气和光的作用下色泽变深 | 218 | 第 3 类致癌物 |
| 7 | 2-甲氧基苯胺 | 2-Anisidine | 90-04-0 | 浅红色或浅黄色油状液体 | 微溶于水,溶于乙醇、醚、苯、丙酮等,在空气和光的作用下色泽变深 | 225 | 第 2B 类致癌物 |
| 8 | 3-氯苯胺 | 3-Chloroaniline | 108-42-9 | 无色或浅棕黄色澄清液体 | 不溶于水,能溶于多种有机溶剂 | 231 | 无 |
| 9 | 4-氯苯胺 | 4-Chloroaniline | 106-47-8 | 白色或灰黄色单斜 | 溶于热水,易溶于乙醇、乙醚、 | 232 | 第 2B 类致癌物 |

| 序号 | 化合物中文名称 | 化合物英文名称 | CAS No. | 外观 | 物化性质 | 沸点(°C) | 致癌活性 |
|----|-------------|------------------------|----------|-------------------|---|--------|---------|
| | | | | 结晶 | 丙酮、二硫化碳等 | | |
| 10 | 2-氯苯胺 | 2-Chloroaniline | 95-51-2 | 无色透明至浅黄色油状液体 | 不溶于水, 溶于乙醇、乙醚等多数有机溶剂 | 208.8 | 无 |
| 11 | 2-硝基苯胺 | 2-Nitroaniline | 88-74-4 | 橙黄色结晶固体 | 微溶于冷水, 溶于热水、苯、乙醇、乙醚、丙酮 | 284 | 无 |
| 12 | 3-硝基苯胺 | 3-Nitroaniline | 99-09-2 | 亮黄色针状结晶 | 微溶于冷水、苯, 溶于热水、热苯、乙醇、乙醚 | 306 | 无 |
| 13 | 1-萘胺 | 1-Naphthalenamine | 134-32-7 | 无色结晶性粉末 | 微溶于水, 易溶于乙醇、乙醚 | 301 | 第3类致癌物 |
| 14 | 2-萘胺 | 2-Naphthalenamine | 91-59-8 | 白色至微粉红色片状, 略有芳香气味 | 溶于热水、乙醚、乙醇、苯等 | 306 | 第1类致癌物 |
| 15 | 4-硝基苯胺 | 4-Nitroaniline | 100-01-6 | 黄色结晶或粉末 | 不溶于水, 微溶于苯, 溶于乙醇、乙醚、丙酮 | 332 | 无 |
| 16 | 4-氨基联苯 | 4-Aminobiphenyl | 92-67-1 | 无色或微紫黄色结晶 | 微溶于冷水, 易溶于热水、乙醇、乙醚、氯仿和甲醇 | 191 | 第1类致癌物 |
| 17 | 联苯胺 | Benzidine | 92-87-5 | 白色或微淡红色结晶性粉末 | 微溶于水, 易溶于沸腾的乙醇、乙酸和稀盐酸, 略溶于乙醚, 在空气和光的作用下色泽变深 | 400 | 第1类致癌物 |
| 18 | 3,3'-二甲基联苯胺 | 3,3'-Dimethylbenzidine | 119-93-7 | 绿色至灰色粉末 | 微溶于水, 易溶于乙醇、乙醚 | 361 | 第2B类致癌物 |
| 19 | 3,3'-二氯联苯胺 | 3,3'-Dichlorobenzidine | 91-94-1 | 灰色至紫色固体结晶 | 微溶于水, 溶于醇、醚、稀酸 | 399 | 第2B类致癌物 |

2.1.2 苯胺类和联苯胺类的来源及危害

苯胺类和联苯胺类化合物是重要的化工原料, 广泛用于染料、医药、农药、树脂、橡胶、塑料、清漆等工业生产过程, 也是合成杀虫剂、高分子材料、炸药等的重要原料。汽车排放

的尾气、卷烟烟气及工厂排放的废气是苯胺类的另一主要来源。随着化学工业的不断发展，苯胺类和联苯胺类化合物进入水体的途径越来越多。除工厂排放的工业（印染、农药、食品、塑料等）废水之外，农药的大量使用、生活污水的排放也造成环境水体中苯胺类和联苯胺类化合物的污染。

有些苯胺类和联苯胺类化合物具有生物毒性，有些则是诱变剂或致癌剂。早在 1895 年就已经有德国专家提出了此类物质的致癌性^[1]，在与人体皮肤接触的条件下，即使是很低的浓度，也能够与人体的一些代谢产物发生反应，与血液中的血红蛋白结合，使人体的血液系统受到损伤，发生中毒现象。流行病学研究同样发现职业性（如化学工业、染印工业、纺织工业、天然气工业、杀虫剂制造工业）接触此类化合物的工人，其癌症患病率比一般人高。这类物质在与人体的长期接触中，能经皮肤吸收，这些物质在人体正常代谢的生化反应条件下，可能发生还原反应而产生代谢分解，并经过机体的活化作用改变人体 DNA 的结构，引起人体病变甚至诱发癌症^[2]。

近年来在大气、地下水、河流、土壤和沉积物中已发现苯胺类和联苯胺类化合物的残留，这类污染物含量低、分布广、毒性大，对环境和生物构成极大危害，是“三致”（致癌、致畸、致突变）物质，苯胺被世界卫生组织国际癌症研究机构列为第 3 类致癌物，同样也被列入我国规定的优先控制污染物。因此，建立土壤和沉积物中苯胺类和联苯胺类化合物的监测分析方法很有必要。

2.2 相关生态环境标准和环境管理工作的需要

由于苯胺类及联苯胺类化合物具有分布广、生物毒性高的特点，目前已被我国列为优先控制污染物，现阶段针对苯胺类及联苯胺类的限值主要集中于水体、食品等，土壤中相关限值的规定仅有《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018）规定了苯胺的筛选值：一类用地 92 mg/kg，二类用地 260 mg/kg；管制值：一类用地 211 mg/kg，二类用地 663 mg/kg；3,3'-二氯联苯胺的筛选值：一类用地 1.3 mg/kg，二类用地 3.6 mg/kg；管制值：一类用地 13 mg/kg，二类用地 36 mg/kg。该标准只涉及苯胺和 3,3'-二氯联苯胺两种组分，对于其他苯胺类和联苯胺类化合物并无相关限值。部分省也有地方标准规定，如河北省《建设用地土壤污染风险筛选值》（DB 13/T 5216-2020）和深圳市《建设用地土壤污染风险筛选值和管制值》（DB 4403/T 67-2020）针对 4-硝基苯胺、4-氯苯胺、2-硝基苯胺分别给出风险筛选值；江西省《建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（DB 36/1282-2020）针对苯胺和 3,3'-二氯联苯胺分别给出了筛选值和管制值；四川省《四川省建设用地土壤污染风险管控标准》（DB51/ 2978-2023）针对 4-氯苯胺给出了筛选值和管制值。

我国现行的环境质量和排放标准中，涉及苯胺类和联苯胺类化合物指标的要求见表 2。在各种控制标准中除了土壤质量标准对具体苯胺类化合物进行控制以外，水和气的控制目标均以苯胺类化合物作为控制目标，并不特指哪一种结构的化合物，规定的监测方法是 N-(1-萘基)乙二胺偶氮分光光度法，查看相关编制说明明确是指在规定的条件下能产生光学吸收的物质均属于苯胺类化合物。编制组通过试验，苯环上有氨基的联苯胺也可以发生显色反应，也可作为苯胺类化合物被检测。国外的纺织类标准中大多控制苯胺类化合物的种类，与我国土壤质量标准类似，偏重于染料生产可能涉及的苯胺类化合物，包含苯胺、联苯胺、

苯二胺等多种类型的化合物。

表 2 苯胺类及联苯胺类化合物相关的环境质量标准和排放标准一览表

| 序号 | 标准号 | 标准名称 | 标准限值 |
|----|-------------------|-----------------------------|---|
| 1 | GB 36600-2018 | 土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行） | 苯胺筛选值： 92 mg/kg（第一类用地） 260 mg/kg（第二类用地） 苯胺管制值： 211 mg/kg（第一类用地） 663 mg/kg（第二类用地） 3,3'-二氯联苯胺筛选值： 1.3 mg/kg（第一类用地） 3.6 mg/kg（第二类用地） 3,3'-二氯联苯胺管制值： 13 mg/kg（第一类用地） 36 mg/kg（第二类用地） |
| 2 | DB 13/T 5216-2020 | 建设用地土壤污染风险筛选值（河北省地方标准） | 4-硝基苯胺筛选值： 30.2 mg/kg（第一类用地） 90 mg/kg（第二类用地） 4-氯苯胺筛选值： 3 mg/kg（第一类用地） 9 mg/kg（第二类用地） 2-硝基苯胺筛选值： 19 mg/kg（第一类用地） 48 mg/kg（第二类用地） |
| 3 | DB 36/1282-2020 | 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）（江西省地方标准） | 苯胺筛选值： 92 mg/kg（第一类用地） 260 mg/kg（第二类用地） 苯胺管制值： 211 mg/kg（第一类用地） 663 mg/kg（第二类用地） 3,3'-二氯联苯胺筛选值： 1.3 mg/kg（第一类用地） 3.6 mg/kg（第二类用地） 3,3'-二氯联苯胺管制值： 13 mg/kg（第一类用地） 36 mg/kg（第二类用地） |
| 4 | DB 4403/T 67-2020 | 建设用地土壤污染风险筛选值和管制值（深圳市地方标准） | 2-硝基苯胺筛选值： 11 mg/kg（第一类用地） 26 mg/kg（第二类用地） 2-硝基苯胺管制值： 23 mg/kg（第一类用地） 53 mg/kg（第二类用地） |

| 序号 | 标准号 | 标准名称 | 标准限值 |
|----|-----------------|----------------------------|--|
| | | | 4-硝基苯胺筛选值： 23 mg/kg（第一类用地） 62 mg/kg（第二类用地） 4-硝基苯胺管制值： 231 mg/kg（第一类用地） 620 mg/kg（第二类用地） 4-氯苯胺筛选值： 2.3 mg/kg（第一类用地） 6.2 mg/kg（第二类用地） 4-氯苯胺管制值： 23 mg/kg（第一类用地） 62 mg/kg（第二类用地） |
| 5 | DB51/ 2978-2023 | 四川省建设用地土壤污染风险管控标准（四川省地方标准） | 4-氯苯胺筛选值： 3.0 mg/kg（第一类用地） 8.5 mg/kg（第二类用地） 4-氯苯胺管制值： 30 mg/kg（第一类用地） 85 mg/kg（第二类用地） |
| 6 | GB 8978-1996 | 污水综合排放标准 | 苯胺类： 一级标准：1.0 mg/L 二级标准：2.0 mg/L 三级标准：3.0 mg/L |
| 7 | GB 18486-2001 | 污水海洋处置工程污染控制标准 | 苯胺类：3.0 mg/L |
| 8 | GB 3838-2002 | 地表水环境质量标准 | 苯胺：0.1 mg/L 联苯胺：0.0002 mg/L |
| 9 | GB 18918-2002 | 城镇污水处理厂污染物排放标准 | 苯胺类：0.5 mg/L |
| 10 | GB/T 18921-2002 | 城市污水再生利用景观环境用水水质 | 苯胺类：0.5 mg/L |
| 11 | GB 21523-2008 | 杂环类农药工业水污染物排放标准 | 苯胺类： 现有企业、新建企业-企业废水总排口：1.0 mg/L 水污染物特别排放限值：0.5 mg/L |
| 12 | GB 21904-2008 | 化学合成类制药工业水污染物排放标准 | 苯胺类： 现有企业、新建企业-企业废水总排口：2.0 mg/L 水污染物特别排放限值：1.0 mg/L |
| 13 | GB 25463-2010 | 油墨工业水污染物排放标准 | 苯胺类： 现有企业-企业废水总排口：2.0 mg/L 新建企业-企业废水总排口：1.0 mg/L 水污染物特别排放限值：0.5 mg/L |
| 14 | GB 4287-2012 | 纺织染整工业水污染物排放标准 | 苯胺类： 现有企业-企业废水总排口：1.0 mg/L |

| 序号 | 标准号 | 标准名称 | 标准限值 |
|----|-----|------|------------------|
| | | | 新建企业-企业废水总排口不得检出 |

3 国内外相关分析方法研究

3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究

通过检索国际标准化组织（ISO）、美国环境保护署（EPA）、欧盟标准化委员会（EN）、日本工业标准（JIS）的相关资料，调研发现国外针对环境介质中苯胺类和联苯胺类的测定方法不多，欧盟、英国等未对这两类化合物制定相应的测定方法，基本都采用美国的相关标准。EPA 8131 规定了环境样品和资源保护回收法案涉及废物中的 19 种苯胺及其衍生物的测定方法。其中样品提取方式主要参考标准 EPA 3510、3520、3540、3541、3545、3550 或 3580；样品净化方式参考 EPA 3620 和 3640；分析采用配有氮磷检测器的气相色谱仪进行测定。水质样品可以直接适用该方法，而其他基质的样品则需经过验证（加标回收测试）才可适用。EPA 8270E 规定了固体废弃物、土壤、空气和水中半挥发性有机化合物的测定方法，包含了 19 种苯胺类化合物和 5 种联苯胺类化合物。样品提取方式与净化方式与 EPA 8131 一样，均参考其他 EPA 标准；分析仪器采用气相色谱-质谱仪。EPA 553 规定了水中联苯胺类和含氮农药的测定方法，该方法用二氯甲烷进行液-液萃取或采用 C₁₈ 固相萃取柱进行萃取，K-D 浓缩器浓缩，HPLC/PB/MS 定量分析。EPA 8325 规定了水中非挥发性化合物的测定方法。样品提取方式参考标准 EPA 3510、3520 或 3535，使用 HPLC/PB/MS 定量分析。

苯胺和联苯胺作为偶氮染料的重要原料，通过发生重氮化反应产生重氮盐，再通过偶合反应最终生成偶氮染料。其毒性较大，可以通过与皮肤接触，和人体的代谢产物发生还原反应，生成具有可致癌性化合物。欧盟于 2002 年 7 月 19 日发布了 2002/72/EC^[3]指令，指出了包括对氨基偶氮苯在内的禁用苯胺类和联苯胺类物质。欧盟标准 EN 14362-1、EN 14362-3 规定了纺织产品中分解出的 22 种苯胺类和联苯胺类的检测方法。该标准将纺织样品还原分解以产生可能存在的致癌化合物，用液-液分配柱提取，浓缩后采用 TLC、HPTLC、HPLC/DAD、HPLC/MS、GCFID、GC/MS 或 CE/DAD 检测。国际标准 ISO 24362-1 与 ISO 24362-3、英国标准 BS 24362-1 与 BS 24362-3、日本标准 JIS L 1940-1 与 JIS L 1940-3 也对上述 22 种苯胺类和联苯胺类做出同样的规定。2015 年 4 月，日本厚生劳动省（MHLW）公布一项条例，宣布通过对《家用产品有害物质管控法案》的修订，除上述 22 种苯胺类和联苯胺类，还增加了 2,4-二甲基苯胺和 2,6-二甲基苯胺。国际标准 ISO 17234-1、ISO 17234-2《皮革测定染色皮革中某些偶氮染料的化学试验-第一部分，第三部分》规定了染色皮革中能裂解释放出的 24 种致癌偶氮染料的检测方法。该标准将皮革样品脱脂后还原裂解以产生可能存在的致癌化合物，用液-液分配柱提取，浓缩后采用 TLC、HPTLC、HPLC/DAD、HPLC/MS、GC/MS 或 CE/DAD 检测。欧盟标准 EN 17234-1 与 EN 17234-2、英国标准 BS 17234-1 与 BS 17234-2 也对上述 24 种化合物做出同样的规定。表 3 列出了国外用于测定苯胺类和联苯胺类的相关标准。

表3 苯胺类及联苯胺类化合物国际标准分析方法一览表

| 序号 | 标准号 | 使用国家 | 介质 | 化合物种类 | 分析仪器 |
|----|---|------------------|-------------------|---|--|
| 1 | EPA 8131 | 美国 | 水、固体、 固体废弃物 | 苯胺、4-溴苯胺、2-溴-6-氯-4-硝基苯胺、2-溴-4,6-二硝基苯胺、2-氯苯胺、3-氯苯胺、4-氯苯胺、2-氯-4,6-二硝基苯胺、2-氯-4-硝基苯胺、4-氯-2-硝基苯胺、2,6-二溴-4-硝基苯胺、3,4-二氯苯胺、2,6-二氯-4-硝基苯胺、2,4-二硝基苯胺、邻(间,对)-硝基苯胺、2,4,6-三氯苯胺和2,4,5-三氯苯胺共19种苯胺及其衍生物 | 气相色谱-氮磷检测器 |
| 2 | EPA 8270E | 美国 | 固体废弃物、土壤、 水和空气 | 苯胺类：苯胺、2-甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、2,4,5-三甲基苯胺、邻(间,对)-硝基苯胺、2-甲氧基-5-硝基苯胺、2-甲基-5-硝基苯胺、4-氯苯胺、5-氯-2-甲基苯胺、1,4-苯二胺、4-氯-1,2-苯二胺、4-氯-1,3-苯二胺、4-甲基-1,3-苯二胺、1-萘胺、2-萘胺、二苯胺 | 气相色谱-质谱 |
| 3 | EPA 553 | 美国 | 水和废水 | 联苯胺、3,3'-二氯联苯胺、3,3'-二甲氧基联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺 | 液相色谱-粒子束质谱 |
| 4 | EPA 8325 | 美国 | 水和废水 | 联苯胺、3,3'-二氯联苯胺、3,3'-二甲氧基联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺 | 液相色谱-粒子束质谱 |
| 5 | EN 14362-1 EN 14362-3 | 欧盟 | 纺织品 | 2-甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、2,4,5-三甲基苯胺、2-甲氧基-5-甲基苯胺、4-氯苯胺、4-氯-2-甲基苯胺、5-硝基-2-甲基苯胺、2-萘胺、4-甲氧基-1,3-苯二胺、4-甲基-1,3-苯二胺、4-氨基联苯、联苯胺、3,3'-二氯联苯胺、3,3'-二甲氧基联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺、邻氨基偶氮甲苯、4-氨基偶氮苯、4,4'-二氨基二苯甲烷、3,3'-二甲基-4,4'-二氨基二苯甲烷、4,4'-亚甲基-二-(2-氯苯胺)、4,4'-二氨基二苯醚和4,4'-二氨基二苯硫醚共22种芳香胺 | 薄层色谱、液相色谱-二极管阵列检测器、液相色谱-质谱、气相色谱-氢火焰离子化检测器、气相色谱-质谱、毛细管电泳-二极管阵列检测器 |
| 6 | ISO 24362-1 ISO 24362-3 | 国际 | 纺织品 | 2-甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、2,4,5-三甲基苯胺、2-甲氧基-5-甲基苯胺、4-氯苯胺、4-氯-2-甲基苯胺、5-硝基-2-甲基苯胺、2-萘胺、4-甲氧基-1,3-苯二胺、4-甲基-1,3-苯二胺、4-氨基联苯、联苯胺、3,3'-二氯联苯胺、3,3'-二甲氧基联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺、邻氨基偶氮甲苯、4-氨基偶氮苯、4,4'-二氨基二苯甲烷、3,3'-二甲基-4,4'-二氨基二苯甲烷、4,4'-亚甲基-二-(2-氯苯胺)、4,4'-二氨基二苯醚和4,4'-二氨基二苯硫醚共23种芳香胺 | 薄层色谱、液相色谱-二极管阵列检测器、液相色谱-质谱、气相色谱-氢火焰离子化检测器、气相色谱-质谱、毛细管电泳-二极管阵列检测器 |
| 7 | BS 24362-1 BS 24362-3 | 英国 | 纺织品 | 2-甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、2,4,5-三甲基苯胺、2-甲氧基-5-甲基苯胺、4-氯苯胺、4-氯-2-甲基苯胺、5-硝基-2-甲基苯胺、2-萘胺、4-甲氧基-1,3-苯二胺、4-甲基-1,3-苯二胺、4-氨基联苯、联苯胺、3,3'-二氯联苯胺、3,3'-二甲氧基联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺、邻氨基偶氮甲苯、4-氨基偶氮苯、4,4'-二氨基二苯甲烷、3,3'-二甲基-4,4'-二氨基二苯甲烷、4,4'-亚甲基-二-(2-氯苯胺)、4,4'-二氨基二苯醚和4,4'-二氨基二苯硫醚共23种芳香胺 | 薄层色谱、液相色谱-二极管阵列检测器、液相色谱-质谱、气相色谱-氢火焰离子化检测器、气相色谱-质谱、毛细管电泳-二极管阵列检测器 |
| 8 | ISO 17234-1 BE 17234-1 EN 17234-1 | 国际、 英国、 欧盟 | 皮革 | 2-甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、2,4,5-三甲基苯胺、2-甲氧基-5-甲基苯胺、4-氯苯胺、4-氯-2-甲基苯胺、5-硝基-2-甲基苯胺、2-萘胺、4-甲氧基-1,3-苯二胺、4-甲基-1,3-苯二胺、4-氨基联苯、联苯胺、3,3'-二氯联苯胺、3,3'-二甲氧基联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺、邻氨基偶氮甲苯、4,4'-二氨基二苯甲烷、3,3'-二甲基-4,4'-二氨基二苯甲烷、4,4'-亚甲基-二-(2-氯苯胺)、4,4'-二氨基 | 薄层色谱、液相色谱-二极管阵列检测器、液相色谱-质谱、气相色谱-质谱、毛细管电泳-二极管阵列检测器 |

| 序号 | 标准号 | 使用国家 | 介质 | 化合物种类 | 分析仪器 |
|----|---|------------------|---------------------|---|--|
| | | | | 基二苯醚和 4,4'-二氨基二苯硫醚、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺 | |
| 9 | ISO 17234-2 EN 17234-2 BS 17234-2 | 国际、 英国、 欧盟 | 皮革 | 4-氨基偶氮苯 | 薄层色谱、液相色谱-二极管阵列 检测器、液相色谱-质谱、气相色 谱-质谱、毛细管电泳-二极管阵列 检测器 |
| 10 | JIS L1940-1 JIS L1940-3 | 日本 | 纺织品 | 2-甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、2,4,5-三甲基苯胺、2-甲氧基-5-甲基苯胺、4-氯苯胺、4-氯-2-甲 基苯胺、5-硝基-2-甲基苯胺、2-萘胺、4-甲氧基-1,3-苯二胺、4-甲基-1,3-苯二胺、4-氨基联苯、 联苯胺、3,3'-二氯联苯胺、3,3'-二甲氧基联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺、邻氨基偶氮甲苯、4- 氨基偶氮苯、4,4'-二氨基二苯甲烷、3,3'-二甲基-4,4'-二氨基二苯甲烷、4,4'-亚甲基-二-（2- 氯苯胺）、4,4'-二氨基二苯醚和 4,4'-二氨基二苯硫醚 | 薄层色谱、液相色谱-二极管阵列 检测器、液相色谱-质谱、气相色 谱-氢火焰离子化检测器、气相色 谱-质谱、毛细管电泳-二极管阵列 检测器 |
| 11 | 家用产品有 害物质管理 办法 | 日本 | 纺织品、 皮革、毛 皮产品 | 2-甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、2,4,5-三甲基苯胺、2-甲氧基-5-甲基苯胺、4-氯苯胺、4-氯-2-甲 基苯胺、5-硝基-2-甲基苯胺、2-萘胺、4-甲氧基-1,3-苯二胺、4-甲基-1,3-苯二胺、4-氨基联苯、 联苯胺、3,3'-二氯联苯胺、3,3'-二甲氧基联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺、邻氨基偶氮甲苯、4- 氨基偶氮苯、4,4'-二氨基二苯甲烷、3,3'-二甲基-4,4'-二氨基二苯甲烷、4,4'-亚甲基-二-（2- 氯苯胺）、4,4'-二氨基二苯醚和 4,4'-二氨基二苯硫醚、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺 | 薄层色谱、液相色谱-二极管阵列 检测器、液相色谱-质谱、气相色 谱-氢火焰离子化检测器、气相色 谱-质谱、毛细管电泳-二极管阵列 检测器 |

3.2 国内相关分析方法研究

目前检测苯胺类和联苯胺类化合物的方法主要有：分光光度法^[4]，毛细管电泳法^[5]，液相色谱法^[6]，气相色谱法^[7]，气相色谱-质谱联用法^[8]，液相色谱-质谱联用法^[9]，直接电化学法^[10]，共振光散射法^[11]及表面增强拉曼散射法^[12]等，而环境监测领域针对苯胺类和联苯胺类化合物的分析方法标准主要有分光光度法、气相色谱法、气相色谱-质谱法、液相色谱法、液相色谱-质谱法。其中分光光度法是最早推荐使用的测定水中苯胺类的方法，以 *N*-(1-萘基)乙二胺作为显色剂，以苯胺作为此类化合物的代表性指示物质进行测定，结果以苯胺计，但是存在试剂空白高、精密度和准确度差等缺点。气相色谱法选择性好、灵敏度高、分析时间短，搭配 FID 或者 ECD 检测器都有较好的响应；气相色谱-质谱法能够实现复杂基体情况下目标化合物的准确定性和定量分析；液相色谱法和液相色谱-质谱法都具有高灵敏度，适合热稳定性差的苯胺类组分的测定，在水质检测分析方面应用较多。目前，我国苯胺类和联苯胺类的生态环境类分析方法标准主要集中于水质、气体方面，测定土壤和沉积物中苯胺类和联苯胺类的标准方法较全的只有液相色谱-串联质谱法 HJ 1210-2021，部分苯胺类和联苯胺类化合物使用气相色谱-质谱法 HJ 834-2017，但是不包含 GB 36600-2018 中基本项目的苯胺和 3,3'-二氯联苯胺两种化合物。食品领域的检测标准基本围绕二硝基甲苯胺类除草剂进行，与生态环境检测目标有着明显的区别，检测方法多为气相色谱-质谱法。

现将我国国内相关标准汇总如表 4。

表 4 苯胺类和联苯胺类化合物国内标准分析方法一览

| 序号 | 标准编号 | 标准/图书名称 | 原理 | 适用范围 | 化合物种类 | 分析方法 | 检出限 |
|----|----------------|---|---|--------------|--|----------|-----------------------|
| 1 | HJ 834-2017 | 土壤和沉积物半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法 | 采用索氏提取、加压流体萃取或其他等效提取方法，以二氯甲烷:丙酮(1+1)作为提取溶剂，提取液经净化后分析。 | 土壤和沉积物 | 4-氯苯胺、2-硝基苯胺、3-硝基苯胺、4-硝基苯胺 | GC-MS | 0.08 mg/kg~0.1 mg/kg |
| 2 | HJ 1210-2021 | 土壤和沉积物13种苯胺类和2种联苯胺类化合物的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法 | 以正己烷-丙酮混合溶剂作为提取溶剂，氨水调节pH值，超声提取后，离心取上清液净化待测。 | 土壤和沉积物 | 联苯胺、苯胺、4-甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、3-甲基苯胺、2-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、4-硝基苯胺、3-硝基苯胺、4-氯苯胺、2-萘胺、2,6-二甲基苯胺、3-氯苯胺、3,3'-二氯联苯胺和N-亚硝基二苯胺 | LC-MS | 0.3 μg/kg ~ 2.0 μg/kg |
| 3 | GB 5085.3-2007 | 危险废物鉴别标准浸出毒性鉴别 | 该标准采用索氏提取，弗罗里硅土净化，气相色谱分离，质谱检测。 | 固体废物 | 4-氯苯胺、2-硝基苯胺、3-硝基苯胺和3,3'-二氯联苯胺 | GC-MS | 10 μg/L~50 μg/L |
| 4 | - | 《水和废水监测分析方法》第四版 | 二氯甲烷液液萃取。 | 地表水、废水 | 苯胺、对(间、邻)-硝基苯胺、2,4-二硝基苯胺 | HPLC | 0.3 μg/L ~ 1.3 μg/L |
| 5 | - | 《空气和废气监测分析方法》第四版 | 硅胶采样管吸附空气中的苯胺，甲醇洗脱后，经高效液相色谱分离，用紫外吸收检测器测定。 | 环境空气 | 苯胺、2-甲氧基苯胺、2-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、对(间、邻)-硝基苯胺、2,4-二硝基苯胺、2,6-二硝基苯胺和3,5-二硝基苯胺 | HPLC-DAD | 0.5 ng ~ 5.0 ng |
| 6 | HJ 822-2017 | 水质 苯胺类化合物的测定 气相色谱-质谱法 | 在pH≥11条件下用二氯甲烷萃取，萃取液经脱水、浓缩、净化后经气相色谱分离，质谱检测器测定。 | 地表水、地下水、海水、生 | 苯胺、对(间、邻)-氯苯胺、对(间、邻)-硝基苯胺、4-溴苯胺、2,4,6-三氯苯胺、3,4-二氯苯胺、2,4,5-三氯苯胺、4-氯-2-硝基苯胺、2- | GC-MS | 0.05 μg/L~0.09 μg/L |

| 序号 | 标准编号 | 标准/图书名称 | 原理 | 适用范围 | 化合物种类 | 分析方法 | 检出限 |
|----|-------------------|--------------------------------|--|-------------------|--|-------|---|
| | | | | 生活污水、工业废水 | 氯-4-硝基苯胺、2,6-二氯-4-硝基苯胺、2-溴-6-氯-4-硝基苯胺、2-氯-4,6-二硝基苯胺、2,6-二溴-4-硝基苯胺、2,4-二硝基苯胺和 2-溴-4,6-二硝基苯胺 | | |
| 7 | 项目统一编号： 2011-7 | 水质 苯胺类化合物的测定 液萃取/液相色谱法（征求意见稿） | 在碱性条件（pH 约为 11~12）下，用二氯甲烷萃取水中苯胺类化合物，脱水、浓缩转换溶剂为乙腈，定容后经 C ₁₈ 液相色谱柱分离，二极管阵列检测器（DAD）或多通道紫外检测器检测，根据保留时间定性，外标法定量。 | 地表水、地下水、生活污水和工业废水 | 苯胺、3-硝基苯胺、4-硝基苯胺、3-氯苯胺、4-氯苯胺、2,4-二硝基苯胺、2,6-二氯-4-硝基苯胺和联苯胺 | LC | 0.3 μg/L ~ 0.7 μg/L |
| 8 | HJ 1048-2019 | 水质 17 种苯胺类化合物的测定 液相色谱-三重四级杆质谱法 | 样品经过滤后直接进样或经阳离子交换固相萃取柱富集和净化后进样，用液相色谱-三重四级杆质谱分离检测苯胺类化合物。根据保留时间和特征离子定性，内标法定量。 | 地表水、地下水、生活污水和工业废水 | 邻苯二胺、苯胺、联苯胺、对甲苯胺、邻甲氧基苯胺、邻甲苯胺、4-硝基苯胺、2,4-二甲基苯胺、3-硝基苯胺、4-氯苯胺、2-硝基苯胺、3-氯苯胺、2-萘胺、2,6-二甲基苯胺、2-甲基-6-乙基苯胺、3,3'-二氯联苯胺和 2,6-二乙基苯胺 | LC-MS | 0.1 μg/L ~ 3 μg/L |
| 9 | GB/T 15502-1995 | 空气质量 苯胺类的测定 盐酸萘乙二胺分光光度法 | 以硫酸溶液吸收苯胺气体，在 pH 值为 2~3 和 15 °C~20 °C 的条件下与亚硝酸盐重氮化，再与 N-(1-萘基)乙二胺盐酸盐偶合，生成紫红色化合物，用分光光度法测定。 | 工业废气和环境空气 | 芳香伯胺类化合物 | 光度法 | 0.5 mg/m ³ |
| 10 | HJ/T 68-2001 | 大气固定污染 苯胺类的测定 气相色谱法 | 用硅胶采样管吸附，以 5% (V/V) 无水乙醇的二氯甲烷溶液解吸，经气相色谱分离，用氢火焰离子化检测器测定。 | 大气固定污染源 | 苯胺、N,N-二甲基苯胺、2,5-二甲基苯胺、对(间, 邻)硝基苯胺 | GC | 0.05 mg/m ³ ~0.2 mg/m ³ |

| 序号 | 标准编号 | 标准/图书名称 | 原理 | 适用范围 | 化合物种类 | 分析方法 | 检出限 |
|----|------------------|---|---|-----------------------|--|----------|-------------|
| 11 | GB/T 11889-1989 | 水质 苯胺类化合物的测定 <i>N</i> -(1-萘基)乙二胺偶氮分光光度法 | 苯胺类化合物在酸性条件下 (pH 值 1.5~2.0) 与亚硝酸盐重氮化, 再与 <i>N</i> -(1-萘基)乙二胺盐酸盐偶合, 生成紫红色染料。 | 地表水、染料、制药等废水 | 芳香族伯胺类化合物 | 光度法 | 0.03 mg/L |
| 12 | HJ 1017-2019 | 水质 联苯胺的测定 高效液相色谱法 | 通过阳离子交换固相萃取柱吸附, 用乙酸溶液锁定目标物, 甲醇淋洗杂质, 再用氨水甲醇溶液洗脱。高效液相荧光检测器分离检测。 | 地表水、地下水、生活污水和工业废水 | 联苯胺 | LC | 0.006 µg/L |
| 13 | DB 37/T4013-2020 | 养殖水体中三嗪类、酰胺类、二硝基苯胺除草剂的测定 气相色谱-质谱法 | 过滤后的试样, 经固相萃取柱富集净化后, 采用气相色谱-质谱法测定, 外标法定量。 | 养殖水体 | 二甲戊乐灵 | GC-MS | 10 ng/L |
| 14 | DB 37/T3406-2018 | 水产品中三嗪类、酰胺类、二硝基苯胺类除草剂残留量的测定 气相色谱-质谱法 | 试样用乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶液提取, 凝胶渗透色谱与 HLB 固相萃取柱净化, 气相色谱-质谱法测定, 外标法定量。 | 水产品可食部分 | 二甲戊乐灵 | GC-MS | 0.8 µg/kg |
| 15 | SN/T 3628-2013 | 出口植物源食品中二硝基苯胺类除草剂残留量测定 气相色谱-质谱/质谱法 | 试样中残留的二硝基苯胺类除草剂经含 1%冰乙酸的经正己烷饱和过的乙腈溶液提取, 提取液经 <i>N</i> -丙基乙二胺 (PSA)、十八烷基硅烷 (C ₁₈) 净化, 用气相色谱质谱/质谱检测, 外标法定 | 大豆、大米、小麦、洋葱、卷心菜、柑橘、苹果 | 乙丁烯氟灵、氟乐灵、乙丁氟灵、环丙氟灵、氯乙氟灵、氨基乙氟灵、氨基丙氟灵、双丁乐灵、异丙乐灵、二甲戊乐灵、磺乐灵 | GC-MS/MS | 0.005 mg/kg |

| 序号 | 标准编号 | 标准/图书名称 | 原理 | 适用范围 | 化合物种类 | 分析方法 | 检出限 |
|----|------|---------|----|------|-------|------|-----|
| | | | 量。 | | | | |

3.3 文献研究方法

近年来,国内外针对土壤介质中苯胺类和联苯胺类化合物的检测方法主要还是常用的仪器分析方法,如 GC、GC-MS、LC、LC-MS 等;前处理方式以传统提取方式为主,如索氏提取和快速溶剂萃取,这两种前处理方法处理时间相对较长,溶剂消耗较多;也有文献报道超声萃取、微波萃取、固相微萃取等新型萃取方式,在特定条件下减少基体干扰的同时提高样品的加标回收率和灵敏度,有的研究报道检出限可以到 pg 级。

国内外相关分析方法研究概要汇总见表 5。

表 5 苯胺类和联苯胺类化合物国内文献研究分析方法一览表

| 序号 | 介质 | 样品预处理方式 | 化合物种类 | 分析方法 | 检出限 | 参考文献 |
|----|--------|---|---|-------|-----------------------------|------|
| 1 | 土壤 | 采用正己烷/丙酮 (1:1, V/V) 为萃取溶剂 ASE 提取, 凝胶色谱净化, 质谱检测器检测, 外标法定量。 | 邻甲苯胺、二甲基苯胺、邻甲氧基苯胺、对氯苯胺、2,4,5-三甲基苯胺、5-氯-2-甲基苯胺、4-甲基-1,3-苯二胺、邻硝基苯胺、间硝基苯胺、1-萘胺、2-萘胺、4-硝基-2-氨基甲苯、二苯胺、联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺、3,3'-二氯联苯胺 | GC-MS | 0.021 mg/kg~ 0.076 mg/kg | 13 |
| 2 | 土壤 | 采用正己烷-丙酮混合液 (体积比为 1:1) 为萃取溶剂, 超声萃取, 以氟罗里硅土柱净化。 | 3-硝基苯胺, 苯胺、4-甲基苯胺、3-甲基苯胺、2-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、4-氯苯胺、3-氯苯胺、2-萘胺、4-硝基苯胺、N-亚硝基二苯胺、3,3'-二氯联苯胺 | GC-MS | 0.48 μg/kg~1.06 μg/kg | 14 |
| 3 | 土壤 | 饱和碳酸钠溶液作为解吸液, 吹扫捕集进样分析。 | 苯胺 | GC-MS | 1.5 μg/kg | 15 |
| 4 | 土壤 | 样品经过加压流体萃取, 利用固相萃取柱净化, 待测。 | 苯胺、2-氯苯胺、3-氯苯胺、4-氯苯胺、4-溴苯胺、2-硝基苯胺、2,4,6-三氯苯胺、3,4-二氯苯胺、3-硝基苯胺、2,4,5-三氯苯胺、4-氯-2-硝基苯胺、4-硝基苯胺、N-亚硝基二苯胺、2-氯-4-硝基苯胺、2,6-二氯-4-硝基苯胺、2-溴-6-氯-4-硝基苯胺、2-氯-4,6-硝基苯胺、2,6-二溴-4-硝基苯胺、2,4-二硝基苯胺、2-溴-4,6-二硝基苯胺、联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺、3,3'-二氯联苯胺和 3,3'-二甲氧基联苯胺 | GC-MS | 0.6 μg/kg~7.6 μg/kg | 16 |
| 5 | 土壤和沉积物 | 在碱性条件下用水-甲基叔丁基醚共同萃取。 | 苯胺、邻甲苯胺、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、对氯苯胺、3-氨基对甲苯甲醚、2,4,5-三甲基苯胺、4-氯邻甲苯胺、2,4-二氨基甲苯、2,4,5-三氯苯胺、5-硝基邻甲苯胺、4-氨基联苯、4-氨基偶氮苯、4,4'-二氨基二苯醚、4,4'-二苯氨基甲烷、联苯胺、3,3'-二甲基-4,4'-二氨基二苯甲醚、3,3'-二甲基联苯胺、4,4'-二氨基二苯硫醚、4,4'-次甲基-双-(2-氯苯胺)、3,3'-二氯联苯胺、3,3'-二甲氧基联苯胺 | GC-MS | 0.11 μg/kg~1.90 μg/kg | 17 |

| 序号 | 介质 | 样品预处理方式 | 化合物种类 | 分析方法 | 检出限 | 参考文献 |
|----|--------------|--------------------------------------|---|---------|-----------------------------|------|
| 6 | 土壤 | 用弗罗里硅土分散土壤，正己烷和丙酮淋洗。 | 苯胺、2-氯苯胺、3-氯苯胺、4-氯苯胺、4-溴苯胺、2,4,6-三氯苯胺、2-硝基苯胺、3,4-二氯苯胺、3-硝基苯胺、2,4,5-三氯苯胺、4-氯-2-硝基苯胺、4-硝基苯胺、2-氯-4-硝基苯胺、2,6-二氯-4-硝基苯胺、2-溴-6-氯-4-硝基苯胺、2-氯-4,6-二硝基苯胺、2,6-二溴-4-硝基苯胺、2,4-二硝基苯胺、2-溴-4,6-二硝基苯胺 | GC-MS | 0.017 mg/kg~ 0.075 mg/kg | 18 |
| 7 | 土壤 | 固相微萃取。 | 2-氯苯胺、3-氯苯胺、2,3-二氯苯胺、2,4-二氯苯胺、2,5-二氯苯胺、2,6-二氯苯胺、3,4-二氯苯胺、4-氯苯胺、3,5-二氯苯胺、2,3,4-三氯苯胺、2,4,6-三氯苯胺、2,4,5-三氯苯胺 | GC-QQQ | 1 pg/g~10 pg/g | 19 |
| 8 | 土壤 | 以正己烷/丙酮作为萃取剂，加压流体萃取。 | 2-氯苯胺、3-氯苯胺、2,6-二氯苯胺、2,4-二氯苯胺、2,3-二氯苯胺、3,5-二氯苯胺、2,4,6-三氯苯胺、2,4,5-三氯苯胺、2,3,4-三氯苯胺、2,3,5,6-四氯苯胺、3,4,5-三氯苯胺、五氯苯胺 | GC-MS | 0.2 mg/g~25 mg/g | 20 |
| 9 | 土壤、 河流沉积物 | 微波辅助萃取。 | 脂肪族 <i>N</i> -亚硝胺 (<i>N</i> -亚硝二甲胺、 <i>N</i> -亚硝二甲胺、 <i>N</i> -亚硝异吡咯烷、 <i>N</i> -亚硝吗啉、 <i>N</i> -亚硝异丙啉和 <i>N</i> -亚硝异丁胺)；芳香族 <i>N</i> -亚硝胺 (<i>N</i> -亚硝二苯胺、 <i>N</i> -亚硝二甲基苯胺、 <i>N</i> -亚硝二甲基苯胺和 4-亚硝二苯胺)；苯胺；2-硝基苯胺和 12-氯苯胺 (2-氯苯胺、3-氯苯胺、4-氯苯胺、2,3-二氯苯胺、2,4-二氯苯胺、2,5-二氯苯胺、2,6-二氯苯胺、3,4-二氯苯胺、3,5-二氯苯胺、2,4,5-三氯苯胺、2,4,6-三氯苯胺和 3,4,5-三氯苯胺) | GC | 0.03 ng/g~0.35 ng/g | 21 |
| 10 | 土壤 | 采用氢氧化钠与土壤混合，顶空进样分析。 | 苯胺 | GC | 0.007 mg/kg | 22 |
| 11 | 土壤 | 采用二氯甲烷为萃取溶剂 ASE 提取，净化，质谱检测器检测，外标法定量。 | 苯胺、邻硝基苯胺、间硝基苯胺、对硝基苯胺、2,4-二硝基苯胺、2,6-二硝基苯胺、3,5-二硝基苯胺 | LC | 0.1 μg/kg~0.5 μg/kg | 23 |
| 12 | 土壤 | 超声波乙酸乙酯溶剂萃取后直接进样。 | 联苯胺 | UPLC-MS | 0.30 μg/kg | 24 |

3.4 本方法与国内外方法的关系

本方法采用气相色谱-质谱法对苯胺类和联苯胺类化合物进行分析，目前国内有《土壤和沉积物 13 种苯胺类和 2 种联苯胺类化合物的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》(HJ 1210-2021)、《土壤和沉积物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 834-2017) 可作为参考，本标准在编制过程中参考国内外分离检测苯胺类和联苯胺类的最新进展，制定出灵敏度高、稳定性好的分析方法标准。

本标准的样品前处理过程结合国内外发表的文献资料，综合考虑快速溶剂萃取、超声萃取等样品提取方式，采用三相（固相-水相-有机相）共存萃取体系对目标化合物进行提取，样品的净化方式参考《土壤和沉积物 13 种苯胺类和 2 种联苯胺类化合物的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》(HJ 1210-2021)、《土壤和沉积物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 834-2017) 中方法，检测方法采用气相色谱-质谱法。

4 标准制订的基本原则和技术路线

4.1 标准制订的基本原则

本标准依据《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2020) 制订，不仅考虑标准的先进性，还兼顾考虑标准的可操作性及普及性。仪器的技术指标和性能要求与我国现有的技术和工艺水平相适应，确保制订后的标准在技术允许的情况下，能够满足土壤和沉积物中苯胺类和联苯胺类化合物检测要求。本标准制订的基本原则是：

(1) 检出限和测定范围基本满足相关生态环境标准和环境管理工作的要求。

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2020) 要求进行方法检出限和测定下限的测定，考察检出限能否满足相关国家生态环境标准中的苯胺类和联苯胺类化合物的限值要求。目前国家风险管控标准中涉及土壤、沉积物中苯胺类和联苯胺类的有《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》(GB 36600-2018)。其中规定苯胺的筛选值为 92 mg/kg（第一类用地）、260 mg/kg（第二类用地）；管制值为 211 mg/kg（第一类用地）、663 mg/kg（第二类用地）；3,3'-二氯联苯胺的筛选值为 1.3 mg/kg（第一类用地）、3.6 mg/kg（第二类用地）；管制值为 13 mg/kg（第一类用地）、36 mg/kg（第二类用地）。此外，河北省《建设用地土壤污染风险筛选值》(DB 13/T 5216-2020) 和深圳市《建设用地土壤污染风险筛选值和管制值》(DB 4403/T 67-2020) 针对 4-硝基苯胺、4-氯苯胺、2-硝基苯胺分别给出风险筛选值；江西省《建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》(DB 36/1282-2020) 针对苯胺和 3,3'-二氯联苯胺分别给出了筛选值和管制值；四川省《四川省建设用地土壤污染风险管控标准》(DB51/ 2978-2023) 针对 4-氯苯胺给出了筛选值和管制值。

(2) 方法准确可靠，满足各项方法特性指标的要求。

通过多家实验室对具有代表性的土壤和沉积物实际样品进行低、中、高浓度的加标测试，检验方法的适用性，保证精密度和正确度能够满足要求。

(3) 方法具有普遍适用性，易于推广使用。

本标准拟采用便捷、效率高的前处理方法对土壤和沉积物中的苯胺类和联苯胺类化合物

进行提取；采用气相色谱-质谱法对苯胺类和联苯胺类化合物进行定性、定量分析；确保制订的测定方法能适合我国大部分监测机构的监测能力和实际情况，同时能适应我国生态环境监测技术和环境管理发展需要，具有广泛的适用性和可行性。

4.2 标准的适用范围和主要技术内容

本方法标准根据《土壤环境质量建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018）和部分省份地标的管理要求，参考《水质 苯胺类化合物的测定 气相色谱-质谱法》（HJ 822-2017）、《土壤和沉积物 13 种苯胺类和 2 种联苯胺类化合物的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》（HJ 1210-2021）和国际上禁用清单，确定本标准适用于土壤和沉积物中的监测目标；根据气相色谱-质谱法的测定原理确定测定条件。本方法标准主要包含样品前处理和仪器分析两部分内容，主要技术内容主要有以下几个方面：

（1）明确本方法的测定目标物和适用范围。对照现行管理需求，建立适用于土壤和沉积物中苯胺、4-甲基苯胺、2-甲基苯胺、3-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、2-氯苯胺、3-氯苯胺、4-氯苯胺、2-硝基苯胺、3-硝基苯胺、1-萘胺、2-萘胺、4-硝基苯胺、4-氨基联苯、联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺、3,3'-二氯联苯胺共 16 种苯胺类和 3 种联苯胺类化合物的测定方法。检测目标物能够满足当前国家和地方土壤污染控制的管理要求。

（2）通过实验研究确定前处理方法和步骤，主要包含样品提取、浓缩技术的选择和优化、可能的干扰隐私以及消除方法。

（3）确定方法检出限、精密度、正确度等技术特性指标。

（4）组织多家实验室采用不同仪器进行方法验证，验证本方法的检出限、精密度和正确度，最终通过统计方法确定本方法的检出限等技术性能指标。

4.3 标准制修订的技术路线

本标准的方法技术路线见图 1。

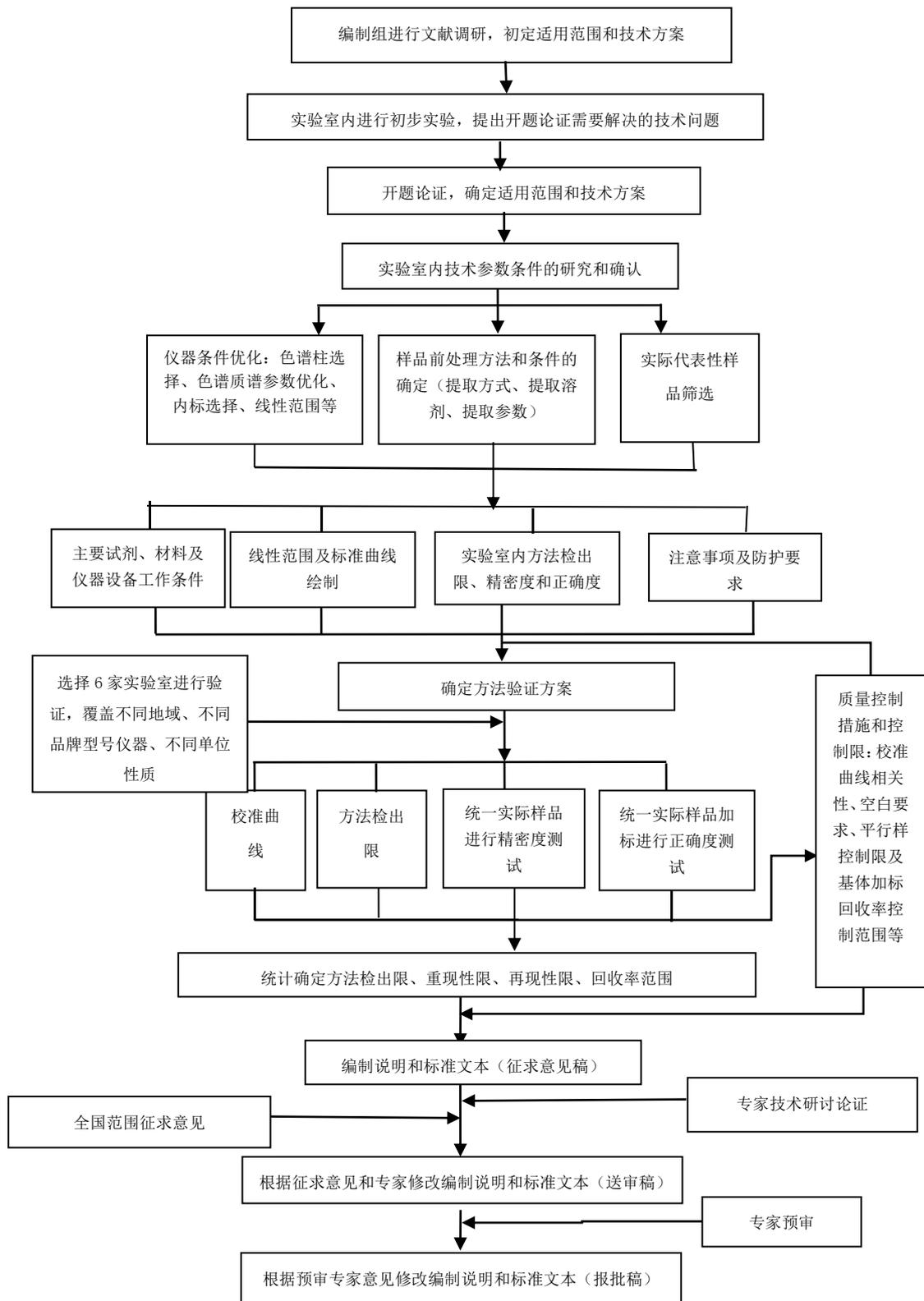


图1 技术路线图

5 方法研究报告

5.1 方法研究的目标

5.1.1 目标物的选择

我国已颁布的《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准(试行)》(GB 36600-2018)中规定了苯胺与 3,3'-二氯联苯胺的筛选值与管制值;江西省发布强制性地方标准《建设用地土壤污染风险管控标准(试行)》(DB 36/1282-2020)中同样规定了苯胺与 3,3'-二氯联苯胺的筛选值与管制值;深圳市地方标准《建设用地土壤污染风险筛选值和管制值》(DB 4403/T 67-2020)中规定了 2-硝基苯胺、4-硝基苯胺及 4-氯苯胺的筛选值和管制值;四川省地方标准《四川省建设用地土壤污染风险管控标准》(DB51/ 2978-2023)中规定了 4-氯苯胺的筛选值和管制值。因此本方法标准必测项目为苯胺、3,3'-二氯联苯胺、2-硝基苯胺、4-硝基苯胺及 4-氯苯胺。2021 年发布的标准《土壤和沉积物 13 种苯胺类和 2 种联苯胺类化合物的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》(HJ 1210-2021)中将苯胺、4-甲基苯胺、2-甲基苯胺、3-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、3-氯苯胺、4-氯苯胺、3-硝基苯胺、2-萘胺、4-硝基苯胺、*N*-亚硝基二苯胺、联苯胺、3,3'-二氯联苯胺共 15 种组分作为目标物。在优化色谱-质谱条件和查询文献中发现, *N*-亚硝基二苯胺在较高的温度下会发生分解, 标准编制组通过双柱定性和比较 *N*-亚硝基二苯胺和二苯胺的纯品质谱图, 发现质谱仪最终检测的为分解产物二苯胺, 考虑到分析产物已经不是目标物, 编制组不再将 *N*-亚硝基二苯胺作为本标准的测定目标。

根据开题论证会上专家意见, 考虑地方标准以及目标物存在同分异构体, 增加了 5 种同分异构体, 分别为 2-氯苯胺、2-硝基苯胺、1-萘胺、4-氨基联苯、3,3'-二甲基联苯胺。编制组进行了实验室内的色谱分离条件优化, 在方法验证方案中补充, 通过方法验证数据统计各目标化合物的方法性能指标。

本标准最终确定苯胺类和联苯胺类化合物为: 苯胺、4-甲基苯胺、2-甲基苯胺、3-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、2-氯苯胺、3-氯苯胺、4-氯苯胺、2-硝基苯胺、3-硝基苯胺、1-萘胺、2-萘胺、4-硝基苯胺、4-氨基联苯、联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺、3,3'-二氯联苯胺共 16 种苯胺类和 3 种联苯胺类化合物, 除 *N*-亚硝基二苯胺以外, 包含了《土壤和沉积物 13 种苯胺类和 2 种联苯胺类化合物的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》(HJ 1210-2021)中的组分, 较 HJ 1210-2021 多了 5 种同分异构体, 分别是 2-氯苯胺、2-硝基苯胺、1-萘胺、4-氨基联苯、3,3'-二甲基联苯胺, 能满足现行国家和省级地方标准的管理要求。

5.1.2 内标和替代物的选择

为了保证定量的准确性, GC-MS 方法一般选择和目标物结构相近的同位素内标进行内标法定量。编制组首先参考了 HJ 1210-2021, 该标准考虑绝对提取回收率不高, 将内标在预处理前加入, 用多个内标进行校正计算, 内标物包括联苯胺- d_8 、苯胺- d_5 、3,3'-二氯联苯胺- d_6 和 *N*-亚硝基二苯胺- d_8 四种内标物, 编制组考虑在初步试验中已经提高了目标化合物的回收率, 按照常规方法, 选择其中苯胺- d_5 作为内标, 在样品处理后进样之前加入; 选择 4-氯苯

胺- d_2 作为替代物在样品预处理前加入,参与样品处理的全过程,再参考 HJ 834-2017,增加了一个常用于 GC-MS 分析半挥发性化合物的内标物苊- d_{10} ,2 个内标和 1 个替代物出峰时间分布较为合理。

5.2 方法原理

土壤或沉积物中的苯胺类和联苯胺类化合物,在碱性水相介质中被有机溶剂提取,浓缩、定容后,苯胺类和联苯胺类化合物经气相色谱分离、质谱检测。通过保留时间、碎片离子质荷比及其丰度比定性,内标法定量。

苯胺类和联苯胺类化合物属于弱碱性化合物,分子结构中含有一定极性的氨基,因此在水中有一定溶解性,本方法的提取是利用苯胺类和联苯胺类化合物的这些性质,在土壤固相、水相和有机相共存的情况下进行萃取。

5.3 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,实验用水为新制备的不含目标物的纯水或蒸馏水。

5.3.1 乙酸乙酯 ($C_4H_8O_2$): 色谱纯。

5.3.2 二氯甲烷 (CH_2Cl_2): 色谱纯。

5.3.3 正己烷 (C_6H_{14}): 色谱纯。

5.3.4 甲醇 (CH_3OH): 色谱纯。

5.3.5 氯化钠 ($NaCl$)。

450 °C 烘烤 4 h, 冷却后置于磨口玻璃瓶中密封保存。

5.3.6 氢氧化钠 ($NaOH$), 纯度 $\geq 96.0\%$ 。

5.3.7 无水亚硫酸钠 (Na_2SO_3)。

5.3.8 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)。

450 °C 烘烤 4 h, 冷却后置于磨口玻璃瓶中密封保存。

5.3.9 氢氧化钠溶液: $c(NaOH)=3\text{ mol/L}$ 。

称取 125 g 氢氧化钠 (5.3.6) 溶于少量水中, 稀释至 1 L。

5.3.10 亚硫酸钠溶液: $w(Na_2SO_3)\approx 5\%$

称取无水亚硫酸钠 (5.3.7) 5 g 溶于 95 ml 纯水中。

5.3.11 乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂。

乙酸乙酯 (5.3.1) 和二氯甲烷 (5.3.2) 按 1:4 的体积比混合。

5.3.12 苯胺类和联苯胺类标准使用液: $\rho=1000\text{ mg/L}$ 。

可购买市售有证标准溶液 (溶剂为甲醇), 组分为苯胺、4-甲基苯胺、2-甲基苯胺、3-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、2-氯苯胺、3-氯苯胺、4-氯苯胺、2-硝基苯胺、3-硝基苯胺、1-萘胺、2-萘胺、4-硝基苯胺、4-氨基联苯、联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺、3,3'-二氯联苯胺。也可用标准物质进行配制, 标准物质的纯度大于 99%。于 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 以下冷冻、密封、避光可保存 3 个月, 或参照标准溶液证书要求保存。

5.3.13 内标使用液: $\rho=1000\text{ mg/L}$ 。

内标物为苊- d_{10} 和苯胺- d_5 。可购买市售有证标准溶液 (溶剂为甲醇), 也可用标准物质

配制。于-18℃冷冻、密封、避光可保存3个月，或参照标准溶液证书要求保存。

5.3.14 替代物使用液： $\rho=1000\text{ mg/L}$ 。

替代物为4-氯苯胺- d_2 ，可购买市售有证标准溶液（溶剂为甲醇），也可用标准物质配制。于-18℃以下冷冻、密封、避光可保存3个月，或参照标准溶液证书要求保存。

5.3.15 十氟三苯基膦（DFTPP）溶液： $\rho=50\text{ mg/L}$ ，市售标准溶液。

5.3.16 石英砂：0.150 mm~0.830 mm（100目~20目）。

450℃烘烤4h，冷却后置于具塞磨口玻璃瓶中密封保存。

5.3.17 净化柱：填料为弗罗里硅土，1 g/6 ml，或使用其它等效净化柱。

5.3.18 铜粉（Cu）：纯度 $\geq 99.5\%$ 。

用稀酸去除铜粉表面的氧化物，临用前处理，保持表面光亮。

5.3.19 氦气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5.4 仪器和设备

5.4.1 样品瓶：具聚四氟乙烯—硅胶衬垫螺旋盖的40 ml棕色玻璃瓶和60 ml广口玻璃瓶。

5.4.2 采样器：配有助推器的不锈钢或聚四氟乙烯专用采样器，可将样品推入40 ml棕色玻璃瓶。

5.4.3 气相色谱-质谱仪：具电子轰击（EI）源，带分流/不分流进样口，可程序升温；质谱检测器扫描范围至少为35 u~800 u；具NIST质谱图库、手动/自动调谐、数据采集、定量分析及谱库检索等功能。

5.4.4 色谱柱：石英毛细管柱，30 m（柱长） \times 0.25 mm（内径） \times 0.25 μm （膜厚），固定相为35%苯基-甲基聚硅氧烷，或其他等效的石英毛细管柱。

5.4.5 水平振荡装置：振荡频率80~300次/min可调。

5.4.6 离心机：最大离心力可达2500 $\times g$ ，配套100 ml聚丙烯离心管及转子。

5.4.7 浓缩装置：氮吹仪或其它性能相当的设备。

5.4.8 固相萃取装置：自动或手动，流速可调节。

5.4.9 分液漏斗：250 ml，配聚四氟乙烯塞。

5.4.10 一般实验室常用仪器和设备。

5.5 样品

5.5.1 样品的采集和保存

分别按照GB 17378.3、HJ/T 91、HJ/T 166、HJ 442.4和HJ 494的相关要求采集土壤和沉积物样品。所有样品均应至少采集3份平行样于40 ml棕色玻璃瓶（5.4.1）。同时用60 ml广口玻璃瓶（5.4.1）另外采集1份不加保存剂的样品，用于样品干物质含量或含水率测定。

采样前，在每个40 ml棕色玻璃瓶（5.4.1）中预先加入20 ml亚硫酸钠溶液（5.3.10）保存剂，密封，贴标签并称重（精确到0.01 g），记录其重量。采样时用采样器（5.4.2）在已采集的土壤或沉积物上取约10 g样品，立即转移至样品瓶中，密封。

样品采集后应冷藏运输，在4℃以下保存时间为7 d。

5.5.2 干物质含量和含水率的测定

土壤样品干物质含量的测定按照 HJ 613 执行，沉积物样品含水率的测定按照 GB 17378.5 执行。

5.5.3 样品的稳定性检验

本标准拟以样品相对加标回收率作为稳定性检验的指标，即以样品加标后立即分析的数据为基准，后续各保存时间的回收率与其比值若不低于60%，则认为样品保存效果可接受，最长测试时间间隔即为相应目标物的保存时间。《土壤和沉积物 13种苯胺类和2种联苯胺类化合物的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》（HJ 1210-2021）中对样品保存进行了较为细致严格的规定，要求除4-氯苯胺、4-硝基苯胺和3-硝基苯胺可以4℃以下冷藏或-18℃以下冷冻保存外，其余目标化合物均需要在-18℃以下冷冻保存，保存要求比较苛刻。为了便于实际工作，编制组对土壤新鲜样品再次进行4℃以下的冷藏保存实验，验证确定样品的保存条件。

（1）冷藏保存

称取新鲜样品 10 g（精确至 0.01 g）按照 1.0 mg/kg 的量加入标准溶液与替代物，全部转移至锥形瓶中进行提取分析，加标样品平行 3 份，以该组目标物测定值作为参照。称取同一新鲜样品 10 g（精确至 0.01 g）于棕色具塞玻璃瓶中，按照 1.0 mg/kg 的量加入标准溶液与替代物，密封，4℃冷藏保存，分别于 24 h 与 48 h 后全部转移至锥形瓶中进行提取分析，加标样品平行三份，计算相对回收率，结果见表 6。

表 6 冷藏保存样品的稳定性 ($n=3$)

| 化合物名称 | 样品本底测定值 (mg/kg) | 样品回收率 (%) | |
|--------------------|--------------------|-----------|------|
| | | 24 h | 48 h |
| 苯胺 | ND | 74.2 | 23.9 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 80.6 | 23.3 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 57.7 | 11.8 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 64.2 | 17.7 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 50.2 | 5.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 70.3 | 11.1 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 33.0 | 2.1 |
| 3-氯苯胺 | ND | 93.5 | 66.7 |
| 4-氯苯胺 | ND | 88.8 | 57.0 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 108 | 74.8 |
| 2-萘胺 | ND | 44.3 | 10.3 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 101 | 87.0 |
| 联苯胺 | ND | 61.3 | 20.4 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 93.8 | 71.1 |
| 4-氯苯胺- d_2 (替代物) | ND | 83.2 | 64.9 |

苯胺类化合物和联苯胺类化合物由于性质易于氧化，采样后直接保存，24 h后2-甲氧基苯胺及2-萘胺的回收率降低至40%，48 h后除了3-氯苯胺、3-硝基苯胺、4-硝基苯胺及3,3'-二氯联苯胺四种组分以外，其余组分回收率在2.1%~57%之间，与《土壤和沉积物 13种苯胺类和2种联苯胺类化合物的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》(HJ 1210-2021)编制说明中的结论相似，结果显示一般的冷藏保存方式对苯胺类和联苯胺类化合物效果较差。

(2) 加固体还原性盐冷藏保存

样品保存期较短对实际监测工作限制影响很大，编制组认为保存期短主要是由于目标物在保存过程中被氧化，结合前期实验结论，编制组开展了在样品保存时加入还原性盐的方式保存，考察是否可抑制目标化合物的氧化，从而延长保存时间。称取同一新鲜样品 10 g（精确至 0.01 g）于棕色具塞玻璃瓶中，按照 1.0 mg/kg 的量加入标准溶液和替代物，加入 4 g 亚硫酸钠固体，密封，4 °C 冷藏保存，24 h 后全部转移至锥形瓶中进行提取分析，以初始添加测定值计算回收率，结果见表 7。结果显示，加入亚硫酸钠后能抑制大部分化合物的氧化降解，回收率除了 3-硝基苯胺和 2-萘胺的回收率低于 60%，其余组分的回收率能提高至 71.2%~110%之间，证明加入氧化抑制剂有效。但是在实验中发现，由于在新鲜土壤样品上添加固态还原性试剂，表面覆盖不密实等原因并不能完全抑制氧化作用，编制组利用萃取时需要加入水相的优势，改用还原性盐溶液封存的方式进行保存效果试验。

表 7 固体还原性盐保存样品的效果（回收率， $n=3$ ）

| 化合物名称 | 样品本底测定值 (mg/kg) | 保存 24h (%) |
|--------------------|-----------------|------------|
| 苯胺 | ND | 71.2 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 94.1 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 72.2 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 78.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 97.0 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 107 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 90.3 |
| 3-氯苯胺 | ND | 107 |
| 4-氯苯胺 | ND | 102 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 45.1 |
| 2-萘胺 | ND | 23.9 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 110 |
| 联苯胺 | ND | 93.8 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 87.2 |
| 4-氯苯胺- d_2 (替代物) | ND | 98.6 |

(3) 加还原性盐溶液冷藏保存

编制组考虑样品中目标化合物被氧化是影响保存期限的主要原因，试验采用水溶液隔绝

空气的方法延长保存期。分别试验了用纯水、弱酸性水、不同还原性盐溶液（亚硫酸钠、抗坏血酸）、不同浓度还原性盐溶液的保存效果，均在实际样品 10 g 中按照 1.0 mg/kg 的量加入标准溶液与替代物，加入的水溶液量超过固体样品（10 g 样品于 40 ml 玻璃吹扫瓶中，加入 20 ml 溶液），进行保存效果试验。表 8 给出的是实际样品分别用纯水、弱酸性水（pH=3）分别保存 24 h 和 96 h 的试验结果。表 9 给出的是饱和亚硫酸钠溶液、5%抗坏血酸溶液、5%亚硫酸钠溶液、5%亚硫酸钠+5%抗坏血酸溶液等不同还原性盐溶液保存样品的效果试验结果。结果显示，隔绝空气的保存方式效果明显，即使用纯水保存，24 h 后样品的回收率依然在 80%以上，明显优于前期各种保存方式的效果，但是延长后联苯胺等目标物的回收率明显下降；还原性盐溶液作为保存溶剂效果明显好于纯水或酸性水的保存效果，起到了隔绝空气和减缓氧化的双重效果，5%亚硫酸钠溶液的效果最好，保存 7 d 可保证回收率在 70%以上，因此最后确定样品在采集时就直接加入亚硫酸钠溶液进行保存。

确定的样品采集和保存方式为：采样前在聚四氟乙烯衬垫的棕色螺口玻璃瓶中加入 5%亚硫酸钠溶液保存剂 20 ml，称重后带到现场，将约 10 g 土壤或沉积物样品转移装入瓶中，晃动使得样品被溶液覆盖，密闭，运输过程中应避光、4 °C 以下冷藏，尽快运回实验室称重、分析，可在 4 °C 以下冷藏保存 7 d。样品应同时采集 2~3 份保证后续样品可能重复测定的需求。

表 8 纯水和酸性水保存样品的效果（回收率， $n=3$ ）

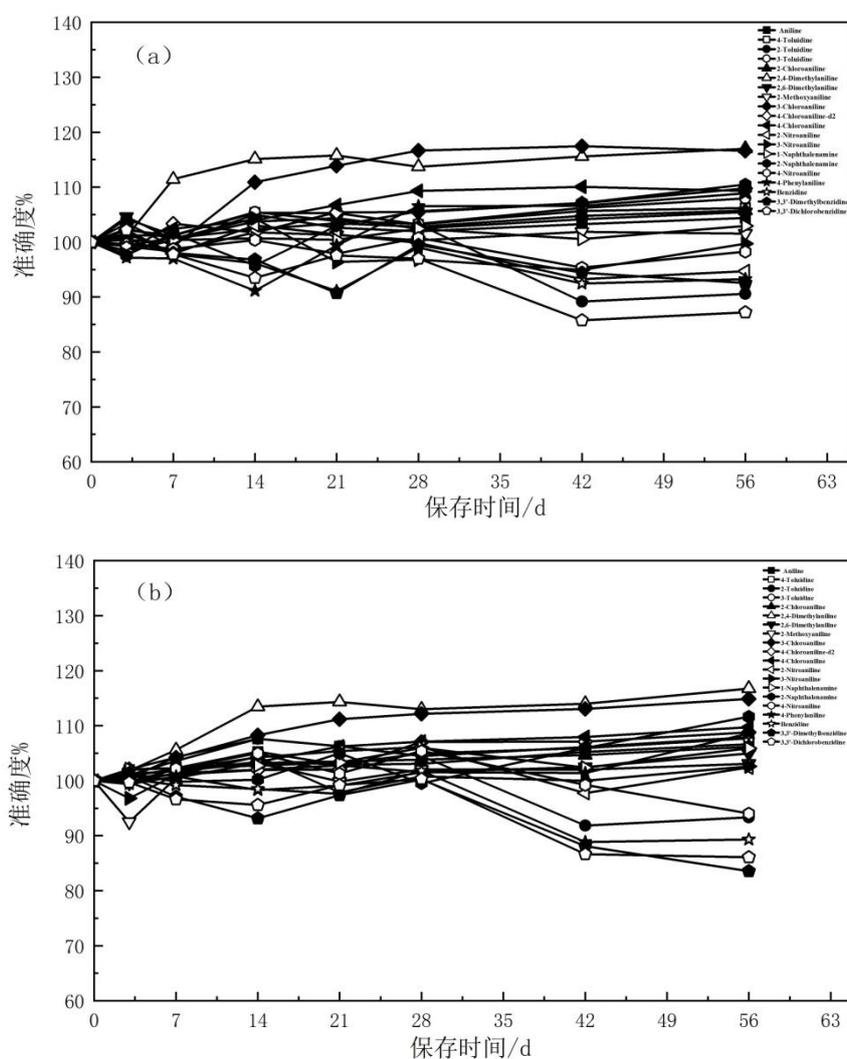
| 化合物名称 | 样品本底测定值 (mg/kg) | 保存 24 h (%) | | 保存 96 h (%) | |
|--------------------|-----------------|-------------|---------------|-------------|---------------|
| | | 纯水 | 弱酸性水溶液 (pH=3) | 纯水 | 弱酸性水溶液 (pH=3) |
| 苯胺 | ND | 84.8 | 76.2 | 87.1 | 71.8 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 85.9 | 76.3 | 88.0 | 65.9 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 86.7 | 78.1 | 89.9 | 73.1 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 87.0 | 78.1 | 90.3 | 72.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 86.5 | 77.9 | 92.8 | 59.6 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 86.7 | 79.7 | 92.9 | 75.1 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 86.2 | 79.3 | 89.1 | 58.0 |
| 3-氯苯胺 | ND | 86.8 | 81.0 | 95.4 | 78.4 |
| 4-氯苯胺 | ND | 86.0 | 79.7 | 95.0 | 75.9 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 86.3 | 77.0 | 102 | 79.2 |
| 2-萘胺 | ND | 84.6 | 80.4 | 95.3 | 19.0 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 87.5 | 74.6 | 102 | 84.6 |
| 联苯胺 | ND | 102 | 81.7 | 34.3 | 26.3 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 99.1 | 88.8 | 105 | 89.4 |
| 4-氯苯胺- d_2 (替代物) | ND | 88.1 | 87.2 | 105 | 89.4 |

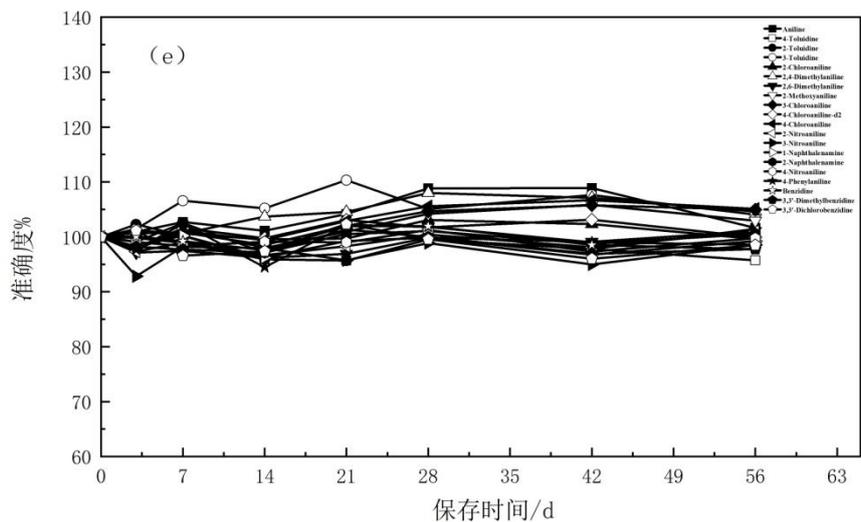
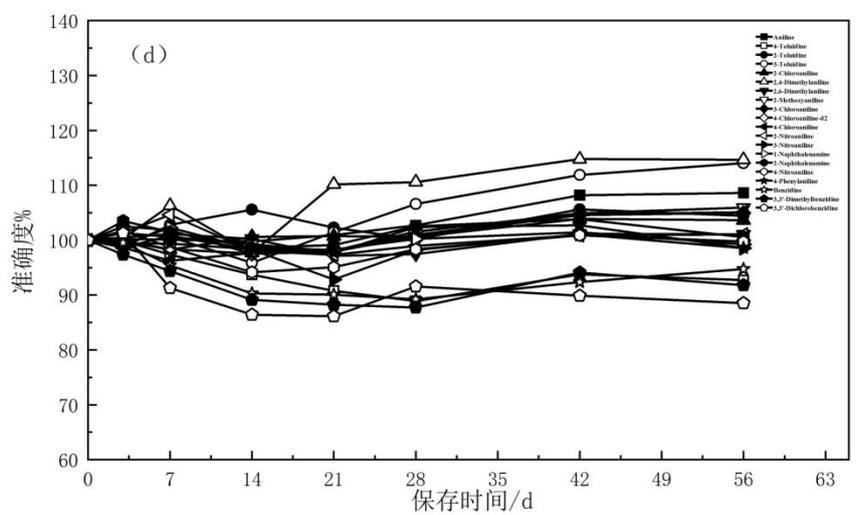
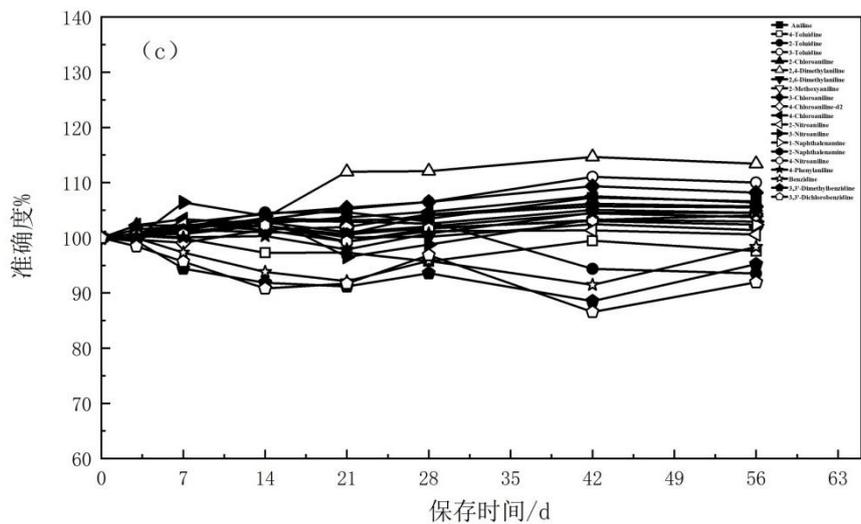
表9 不同还原性盐溶液保存样品的效果（回收率， $n=3$ ）

| 化合物名称 | 样品本底 测定值 (mg/kg) | 保存 24 h (%) | | 保存 48 h (%) | | 保存 72 h (%) | | | 保存 7 d (%) | | |
|--------------------|------------------------|-------------|----------|-------------|----------|-------------|----------|-----------------|------------|----------|-----------------|
| | | 饱和亚硫酸钠溶液 | 5%抗坏血酸溶液 | 饱和亚硫酸钠溶液 | 5%抗坏血酸溶液 | 饱和亚硫酸钠溶液 | 5%亚硫酸钠溶液 | 5%亚硫酸钠+5%抗坏血酸溶液 | 饱和亚硫酸钠溶液 | 5%亚硫酸钠溶液 | 5%亚硫酸钠+5%抗坏血酸溶液 |
| 苯胺 | ND | 91.9 | 93.8 | 91.0 | 87.6 | 84.3 | 82.7 | 81.3 | 102 | 86.5 | 81.4 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 92.9 | 93.0 | 90.0 | 88.9 | 85.7 | 83.8 | 81.1 | 101 | 87.1 | 84.4 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 92.6 | 94.0 | 90.2 | 89.9 | 88.2 | 84.9 | 83.4 | 100 | 85.2 | 90.3 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 93.1 | 93.7 | 90.6 | 89.9 | 85.9 | 84.6 | 82.7 | 99.9 | 85.5 | 80.1 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 94.3 | 93.5 | 89.9 | 91.0 | 89.0 | 85.0 | 82.3 | 101 | 87.6 | 91.9 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 93.6 | 94.4 | 89.3 | 91.3 | 89.3 | 85.5 | 82.9 | 99.7 | 84.8 | 92.6 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 95.3 | 92.8 | 94.6 | 89.7 | 88.3 | 86.2 | 82.3 | 102 | 86.4 | 87.8 |
| 3-氯苯胺 | ND | 97.4 | 92.8 | 95.6 | 88.8 | 89.1 | 87.2 | 82.5 | 99.3 | 85.0 | 85.7 |
| 4-氯苯胺 | ND | 97.2 | 93.7 | 96.2 | 90.7 | 87.3 | 86.4 | 81.6 | 99.9 | 85.6 | 81.7 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 83.2 | 67.5 | 86.9 | 66.0 | 79.6 | 75.1 | 76.3 | 46.5 | 77.0 | 12.5 |
| 2-萘胺 | ND | 76.4 | 75.5 | 66.6 | 82.7 | 66.8 | 71.8 | 72.1 | 34.5 | 76.2 | 70.8 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 99.6 | 89.3 | 115 | 106 | 89.6 | 69.9 | 66.3 | 102 | 86.4 | 76.4 |
| 联苯胺 | ND | 105 | 87.0 | 107 | 92.2 | 82.6 | 86.6 | 76.3 | 34.0 | 76.5 | 34.9 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 99.2 | 91.6 | 112 | 112 | 88.4 | 94.3 | 82.3 | 83.4 | 90.1 | 88.2 |
| 4-氯苯胺- d_2 (替代物) | ND | 89.4 | 86.9 | 86.1 | 80.7 | 77.3 | 78.4 | 75.6 | 104 | 104 | 88.4 |

5.5.4 标准溶液保存检验

由于苯胺类和联苯胺类化合物极易被氧化，编制组考察了不同浓度标准溶液的保存情况，保存条件为-18℃冷冻。用乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂（5.3.11）将苯胺类和联苯胺类标准使用液（5.3.12）分别稀释为5.00 mg/L、10.0 mg/L、50.0 mg/L、100 mg/L的质量浓度，以溶液配制第0天的测试结果为基准开始记录。同时考察浓度为1000 mg/L的苯胺类和联苯胺类标准使用液（5.3.12），用乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂稀释成100 mg/L后测定。每次进样后密封于-18℃冷冻保存，间隔一定时间后再取出回温继续进行试验，计算各目标化合物的相对回收率，结果见图2。5.00 mg/L、10.0 mg/L、50.0 mg/L、100 mg/L、1000 mg/L几个浓度在56 d内相对回收率依然保持在80%以上，在此时间范围内可以冷冻储存。HJ 1210-2021规定5.00 mg/L~200 mg/L浓度的标准溶液-18℃冷冻、密闭、避光可保存3个月，本标准保持一致。





(a) 5.00 mg/L; (b) 10.0 mg/L; (c) 50.0 mg/L; (d) 100 mg/L; (e) 1000 mg/L

图 2 不同浓度标准溶液-18 °C保存稳定性试验

5.5.5 提取液保存检验

编制组考察了基体加标提取液的保存情况，加标浓度为 100 mg/L，保存条件为 4 °C 冷藏和-18 °C 冷冻两种方式。以提取液第 0 天的测试结果为基准分别记录不同保存条件下目标物的变化情况，每次进样后重新密封保存，间隔一定时间后再取出回温继续进行试验，计算各目标化合物的相对回收率，结果见图 3。本标准参考仪器的允许波动范围±20%作为稳定性检验的指标。当变化率在 80%~120%之间，确认样品浓缩净化液无明显变化，当 4 °C 冷藏条件下保存 14 d 时所有目标物的相对回收率在 80%~120%之间；-18 °C 冷冻条件下，35 d 内相对回收率依然保持在 80%~120%之间，因此规定提取液可以在 4 °C 冷藏条件下保存 14 d 或者-18 °C 冷冻条件下至少可以保存 30 d。

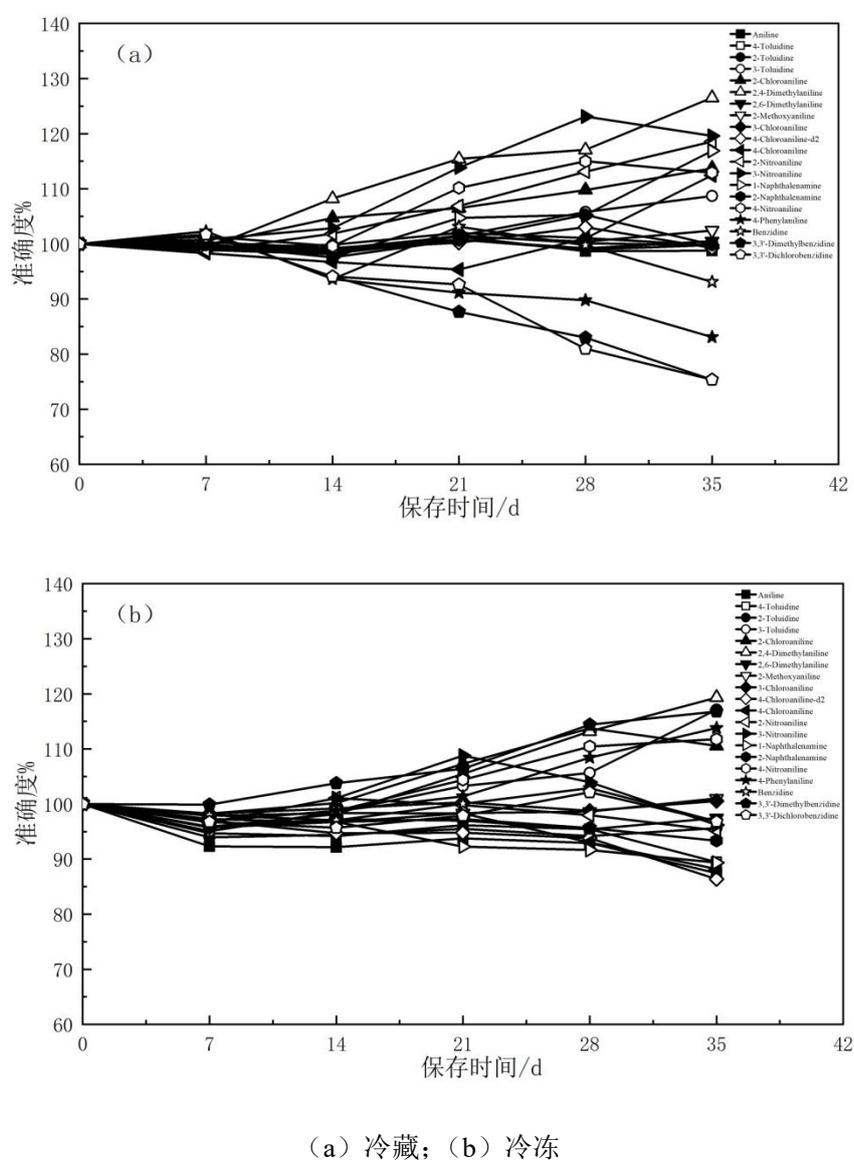


图 3 实际样品加标 100 mg/L 提取液保存稳定性试验

5.6 分析步骤

5.6.1 土壤样品提取方法的选择

现行土壤中半挥发性有机物检测标准 HJ 834-2017 和大多参考文献报道的提取方法有索氏提取、加速溶剂提取、微波萃取等方式，提取方法都是直接将土壤脱水干化后用合适的有机溶剂提取，苯胺类化合物和联苯胺类化合物属于弱碱性有机化合物，兼有一定极性，在水中有一定溶解性，编制组选择加速溶剂萃取法对不同溶剂进行了实验，意图选择合适的提取溶剂，结果效果均不理想。

编制组选择加速溶剂萃取法（ASE）通过实际土壤样品（不含目标物）进行加标试验，比较了常用提取溶剂二氯甲烷、甲醇、四氢呋喃、二氯甲烷/丙酮（1:1）、二氯甲烷/四氢呋喃（1:1）、二氯甲烷/乙酸乙酯（1:1）、丙酮等溶剂的提取效果。结果如表 10 所示。结果显示，采用的 7 种提取溶剂均不能使所有目标物的回收率达到满意结果。以二氯甲烷作为提取溶剂时，各目标物的回收率 50% 以上的化合物仅占三分之一。丙酮提取时，半数化合物回收率在 50% 以下，联苯胺回收率最低，只有 12.6%。而参考 HJ 834 的二氯甲烷/丙酮 1:1 作提取溶剂时，也有半数化合物回收率在 50% 以下。

表 10 ASE 不同溶剂提取回收率试验结果（%）

| 化合物名称 | 二氯甲烷 | 甲醇 | 四氢呋喃 | 二氯甲烷/丙酮 1:1 | 二氯甲烷/四氢呋喃 1:1 | 二氯甲烷/ 乙酸乙酯 1:1 | 丙酮 |
|---------------------|------|-------|------|----------------|------------------|----------------------|------|
| 苯胺 | 43.1 | 17.6 | 1.0 | 32.8 | 5.7 | 7.9 | 56.9 |
| 2-甲基苯胺/4-甲基苯胺 | 37.5 | 11.3 | 2.1 | 31.6 | 8.9 | 10.4 | 46.2 |
| 3-甲基苯胺 | 37.4 | 12.9 | 4.0 | 35.4 | 3.3 | 4.6 | 53.0 |
| 2,4-二甲基苯胺/2,6-二甲基苯胺 | 37.5 | 6.8 | 11.6 | 37.3 | 22.0 | 25.4 | 36.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | 39.3 | 1.8 | 2.1 | 33.1 | 5.0 | 9.6 | 26.5 |
| 3-氯苯胺/4-氯苯胺 | 59.0 | 29.0 | 2.1 | 53.8 | 7.7 | 8.4 | 58.6 |
| 3-硝基苯胺 | 95.4 | 83.8 | 0.9 | 107 | 21.3 | 20.2 | 50.8 |
| 2-萘胺 | 94.2 | 22.1 | 1.0 | 71.9 | 2.1 | 1.9 | 24.8 |
| 4-硝基苯胺 | 94.1 | 103.3 | 2.5 | 64.9 | 49.8 | 46.4 | 84.1 |
| 联苯胺 | 2.2 | 14.7 | 0.5 | 50.2 | 0.5 | 0.5 | 12.6 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 37.6 | 14.1 | 0.5 | 61.1 | 5.3 | 6.4 | 32.4 |

苯胺类化合物具有一定的水溶性，且多数呈现弱碱性，编制组还根据这类化合物碱性特点利用酸性水浸提的方式进行提取，意图使目标物离子化后进入水相，再参考水中苯胺类的方法进行调节碱性提取，回收效果依然达不到要求。在查阅参考文献借鉴食品均相快速提取法的思路，直接将土壤固相、碱性水相、提取有机溶剂相一起混合提取，利用苯胺类和联苯胺类化合物的极性特性，通过三相分配最终转移至有机相中，达到了较好的回收效果，试验结果如表 11。土壤固相、碱性水相、提取有机溶剂相三相混合提取回收率较其他方式有明

显提高，除了联苯胺外的化合物回收率均大于 50%，编制组确定用这种方式进行土壤中苯胺类和联苯胺类化合物的提取，同时又兼顾了样品保存试剂的应用。

考虑到苯胺类化合物的极性，利用乙酸乙酯调节二氯甲烷的极性，试验比较了乙酸乙酯:二氯甲烷 2:1 和乙酸乙酯:二氯甲烷 1:4 两种溶剂的提取回收率，回收率相当。考虑到乙酸乙酯比例高会影响浓缩速度，编制组最终选用土壤或沉积物实际样品+碱性水相+二氯甲烷:乙酸乙酯（4:1）三相共存混合的提取体系。

表 11 酸性水相浸提及三相共存提取回收率试验结果（%）

| 化合物名称 | 先用 pH<2 酸性水溶液浸提，再将浸提液调节 pH>12，乙酸乙酯:二氯甲烷 1:4 | 碱性水相+乙酸乙酯:二氯甲烷 2:1 同时混合 | 碱性水相+乙酸乙酯:二氯甲烷 1:4 同时混合 |
|---------------------|---|-------------------------|-------------------------|
| 苯胺 | 37.9 | 55.1 | 51.5 |
| 2-甲基苯胺/4-甲基苯胺 | 19.8 | 54.2 | 52.7 |
| 3-甲基苯胺 | 26.7 | 56.7 | 54.5 |
| 2,4-二甲基苯胺/2,6-二甲基苯胺 | 5.7 | 52.2 | 64.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | 3.0 | 75.4 | 64.2 |
| 3-氯苯胺/4-氯苯胺 | 27.4 | 68.8 | 64.3 |
| 3-硝基苯胺 | 17.4 | 87.1 | 79.6 |
| 2-萘胺 | 0.2 | 126 | 96.4 |
| 4-硝基苯胺 | 2.5 | 84.0 | 75.9 |
| 联苯胺 | 0.1 | 2.2 | 0.4 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.8 | 45.8 | 46.1 |

5.6.2 水相 pH 值对回收率的影响

由于苯胺类和联苯胺类化合物多为弱碱性物质，在碱性条件下萃取效率较高，而我国土壤的 pH 值大多在 4.5~8.5 的范围内，当土壤的 pH 呈弱酸性时，如果水相碱性较弱，在提取结束后，碱性水相变成中性，则会影响目标化合物的提取。编制组通过比较浓度分别为 0.01 mol/L（pH 值约为 12）和 1.0 mol/L（pH 值约为 14）的氢氧化钠溶液作为碱性水相的目标物提取回收率，结果见表 12，发现对于一般中碱性土壤样品，用 1.0 mol/L 的氢氧化钠溶液能基本保持提取体系的碱性环境，从而有效提取绝大部分的目标物，为了确保提取时的强碱性，编制组确定使用 3 mol/L 氢氧化钠溶液作为提取溶液。如果部分被酸性污染的土壤在提取时需要监控 pH 值变化，可以在离心前检查水相 pH 值，如果不在碱性范围则需要加大氢氧化钠溶液体积增加碱性再次提取。编制组选取广西 2 种酸性红土（pH=4.1 和 pH=5.7）进一步验证结果。加入 3 mol/L 氢氧化钠溶液提取后测定水相 pH 值，基本保持在 pH=9~10，酸性土壤的缓冲容量较大，未能达到强碱性条件，编制组继续增加氢氧化钠溶液（3 mol/L）

体积至 15 ml，对样品进行重新提取，振荡结束后测定水相 pH，满足 $\text{pH} \geq 13$ 的要求。两种红土在加标浓度 1.0 mg/kg 时苯胺类和联苯胺类的回收率在 71.6%~89.9%，具体结果见表 13。

表 12 不同浓度氢氧化钠溶液提取回收率试验结果 (%)

| 化合物名称 | 0.01 mol/L NaOH | 1 mol/L NaOH |
|---------------------|-----------------|--------------|
| 苯胺 | 67.4 | 75.0 |
| 2-甲基苯胺/4-甲基苯胺 | 53.9 | 71.2 |
| 3-甲基苯胺 | 55.8 | 72.2 |
| 2,4-二甲基苯胺/2,6-二甲基苯胺 | 41.0 | 64.6 |
| 2-甲氧基苯胺 | 21.2 | 53.7 |
| 3-氯苯胺/4-氯苯胺 | 73.8 | 65.8 |
| 3-硝基苯胺 | 74.2 | 81.7 |
| 2-萘胺 | 19.3 | 50.0 |
| 4-硝基苯胺 | 75.5 | 80.0 |
| 联苯胺 | 0.0 | 6.9 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 7.2 | 38.1 |

表 13 不同酸性土壤提取回收率试验结果 (%)

| 化合物 | 回收率% | |
|-------------|-----------|-----------|
| | 土壤 pH=4.1 | 土壤 pH=5.7 |
| 苯胺 | 73.5 | 78.9 |
| 4-甲基苯胺 | 73.1 | 75.7 |
| 2-甲基苯胺 | 77.5 | 87.3 |
| 3-甲基苯胺 | 72.1 | 78.1 |
| 2-氯苯胺 | 82.8 | 82.7 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 80.7 | 81.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 76.7 | 81.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | 79.9 | 89.9 |
| 3-氯苯胺 | 72.6 | 83.2 |
| 4-氯苯胺 | 72.4 | 77.7 |
| 2-硝基苯胺 | 84.5 | 82.5 |
| 3-硝基苯胺 | 80.5 | 82.5 |
| 1-萘胺 | 82.9 | 71.6 |
| 2-萘胺 | 83.1 | 72.4 |
| 4-硝基苯胺 | 80.5 | 79.0 |
| 4-氨基联苯胺 | 84.3 | 75.0 |
| 联苯胺 | 73.2 | 73.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 72.7 | 80.6 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 73.9 | 72.7 |

5.6.3 提取方式的选择

编制组采用三相共存提取的方式进行提取，需要将三相进行均匀分散，通过充分交换最终将土壤中苯胺类和联苯胺类化合物转移至有机相中。为了达到充分均相分散效果，并且能够进行批量操作，编制组通过测试实际样品加标样的目标化合物回收率，对磁力搅拌、水平振荡、分液漏斗振摇三种不同分散的方式进行了实验，结果见表 14。这三种搅拌提取方式中，磁力搅拌必须达到最高转速和相对较长的时间，才能保证提取回收率的精密度水平良好；分液漏斗上下振荡幅度最大，5 min 就能达到较好效果，水平振荡在摇动 10 min 后的分散效果和分液漏斗振荡 5 min 结果类似，考虑到水平振荡设备可以批量进行样品处理，编制组选择使用水平振荡方式进行样品提取。

表 14 不同提取方式的目标物回收率结果 (%)

| 化合物名称 | 磁力搅拌 1200 r/min | | 水平振荡 250 次/min | | 分液漏斗振摇 上下 300 次/min |
|------------------------------------|--------------------|--------|-------------------|--------|------------------------|
| | 5 min | 20 min | 5 min | 10 min | 5 min |
| 苯胺 | 51.2 | 72.9 | 64.2 | 80.0 | 82.0 |
| 4-甲基苯胺 | 50.2 | 73.5 | 62.7 | 80.6 | 81.1 |
| 2-甲基苯胺 | 50.1 | 74.5 | 62.8 | 80.7 | 81.2 |
| 3-甲基苯胺 | 50.6 | 74.2 | 62.9 | 80.9 | 81.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 51.1 | 74.8 | 62.6 | 81.1 | 81.1 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 50.6 | 74.6 | 61.8 | 80.0 | 80.5 |
| 2-甲氧基苯胺 | 50.6 | 75.5 | 63.0 | 80.7 | 81.6 |
| 3-氯苯胺 | 51.7 | 76.4 | 62.6 | 80.5 | 80.4 |
| 4-氯苯胺 | 51.9 | 76.7 | 63.0 | 80.5 | 81.0 |
| 3-硝基苯胺 | 55.0 | 79.2 | 66.7 | 82.4 | 80.8 |
| 2-萘胺 | 58.4 | 80.1 | 69.5 | 83.6 | 83.5 |
| 4-硝基苯胺 | 58.3 | 81.3 | 70.4 | 84.6 | 82.3 |
| 联苯胺 | 68.5 | 52.9 | 85.3 | 83.1 | 90.5 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 71.2 | 83.7 | 79.1 | 85.5 | 89.2 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 57.2 | 79.0 | 63.7 | 82.2 | 81.0 |

5.6.4 提取次数

通过前期试验发现目标物的回收率相对稳定，但一直在 50%~70% 之间，联苯胺等个别化合物还会低于 50%，考虑到三相分配的不同化合物的分配系数、相间转移的效果不同，为了减少操作流程，方便标准的推广使用，试验在离心后对水相部分进行多次萃取，每次提取加入的有机溶剂体积均为 30 ml，统计比较提取 1 次、2 次和 3 次的目标化合物回收率，结果见表 15，表明通过多次萃取（2 次以上）水相部分即可提高目标物的回收率，特别是联苯胺等水溶性强的化合物，14 种目标物均能达到 70% 以上，能满足一般实验的质控要求，因此最终考虑兼顾操作便捷性和数据的正确度，确定离心后用有机相萃取水相 2 次，合并萃

取溶液进行浓缩等后续步骤。

表 15 不同提取次数的回收率试验结果 (%)

| 化合物 | 提取水相 1 次 | 提取水相 2 次 | 提取水相 3 次 |
|---------------------|----------|----------|----------|
| 苯胺 | 62.0 | 71.8 | 72.1 |
| 2-甲基苯胺/4-甲基苯胺 | 69.6 | 74.1 | 74.8 |
| 3-甲基苯胺 | 67.5 | 70.4 | 71.1 |
| 2,4-二甲基苯胺/2,6-二甲基苯胺 | 69.4 | 73.9 | 74.6 |
| 2-甲氧基苯胺 | 71.7 | 75.2 | 76.4 |
| 3-氯苯胺 | 53.3 | 71.8 | 72.3 |
| 4-氯苯胺 | 62.5 | 71.1 | 71.1 |
| 3-硝基苯胺 | 73.0 | 89.1 | 90.2 |
| 2-萘胺 | 65.4 | 84.0 | 84.8 |
| 4-硝基苯胺 | 70.9 | 80.6 | 82.9 |
| 联苯胺 | 51.9 | 72.0 | 76.0 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 60.7 | 85.0 | 85.9 |

5.6.5 盐的添加效果试验

(1) 还原性盐对目标物的氧化抑制效果试验

苯胺类和联苯胺类化合物容易被氧化，在空气中放置时间长能被氧化成苯醌等物质，前期实验中回收率普遍偏低的情况可能是在振荡提取时目标化合物不同程度地被氧化了，因此编制组对在提取时加入还原性物质的抑制氧化效果进行了实验。参考 HJ 1210-2021 中条件以及文献资料，编制组选择了硫代硫酸钠、亚硫酸钠及抗坏血酸三种有还原作用的化合物作为氧化抑制试剂在提取时加入，用回收率表达试验效果，见表 16，结果显示所有苯胺类和联苯胺类化合物的提取回收率均得到明显提升，表明加入抑制氧化试剂是有效的，亚硫酸钠和抗坏血酸的效果相当。在保存试验时发现抗坏血酸溶液超过 24 h 后会逐渐变色，效果不如亚硫酸钠，最终保存抗氧试剂选择亚硫酸钠溶液。

表 16 加入不同还原性盐的效果 (回收率%)

| 化合物名称 | 不加还原性盐 | 加 4 g 硫代硫酸钠 | 加 4 g 亚硫酸钠 | 加 1 g 抗坏血酸 |
|-----------|--------|-------------|------------|------------|
| 苯胺 | 67.5 | 81.3 | 82.0 | 79.8 |
| 4-甲基苯胺 | 68.4 | 82.1 | 81.1 | 80.6 |
| 2-甲基苯胺 | 68.9 | 78.9 | 81.2 | 78.8 |
| 3-甲基苯胺 | 69.1 | 71.5 | 81.2 | 80.0 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 69.6 | 66.2 | 81.1 | 79.9 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 69.1 | 66.4 | 80.5 | 79.7 |

| 化合物名称 | 不加还原性盐 | 加 4 g 硫代硫酸钠 | 加 4 g 亚硫酸钠 | 加 1 g 抗坏血酸 |
|------------------------------------|--------|-------------|------------|------------|
| 2-甲氧基苯胺 | 70.1 | 78.8 | 81.6 | 80.9 |
| 3-氯苯胺 | 71.4 | 81.0 | 80.4 | 79.6 |
| 4-氯苯胺 | 71.3 | 84.8 | 81.0 | 80.1 |
| 3-硝基苯胺 | 75.1 | 82.9 | 80.8 | 69.6 |
| 2-萘胺 | 76.0 | 68.1 | 83.5 | 82.8 |
| 4-硝基苯胺 | 76.6 | 86.0 | 82.3 | 78.8 |
| 联苯胺 | 60.2 | 86.5 | 90.5 | 86.7 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 67.2 | 83.7 | 89.2 | 92.0 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 67.9 | 84.5 | 81.0 | 80.0 |

(2) 氯化钠的添加效果试验

《水质 苯胺类化合物的测定 气相色谱—质谱法》(HJ 822-2017)中,在萃取的过程中加入了适量的氯化钠,以降低目标化合物在水中的溶解度,提高苯胺类化合物的回收率,并且可以避免严重的乳化现象发生。考虑到本方法三相共存方式提取,提取时加入的还原性盐也能起到一定的盐析作用,对于是否需要进一步加入氯化钠增加盐析效果,编制组对两种盐的加入量进行了试验,结果见表 17。数据表明,增加盐可以提高回收率,无论是选择加入单独 4 g 的亚硫酸钠或是加入 1 g 亚硫酸钠及 2 g 的氯化钠,回收率都能达到 70%以上,加入两种盐的效果略好。结合后期样品保存试验结果,考虑到样品保存时需要使用亚硫酸钠作为保存剂,4 g 亚硫酸钠相当于 20 ml 水中浓度约 20%的亚硫酸钠溶液为近饱和溶液,其溶解度受到温度影响较大并且配置较为繁琐,所以编制组选择 5%的亚硫酸钠溶液作为保存剂,在后续提取时再加入 2 g 氯化钠增加盐析作用,如果出现乳化情况可适当增加氯化钠的量。

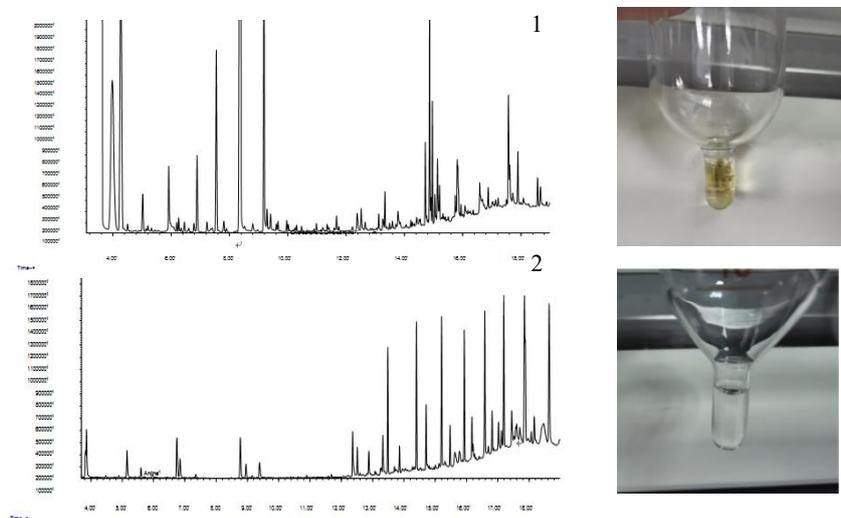
表 17 加入还原性盐及氯化钠的回收率试验结果 (%)

| 化合物名称 | 4 g 亚硫酸钠 (浓度约 20%) | | 1 g 亚硫酸钠 (浓度约 5%) | |
|-----------|--------------------|------------|-------------------|-----------|
| | 不加氯化钠 | 加入 2 g 氯化钠 | 不加氯化钠 | 加入 2g 氯化钠 |
| 苯胺 | 76.7 | 83.6 | 66.2 | 82.2 |
| 4-甲基苯胺 | 78.1 | 81.1 | 66.8 | 81.9 |
| 2-甲基苯胺 | 79.8 | 82.5 | 67.5 | 81.7 |
| 3-甲基苯胺 | 79.2 | 81.9 | 67.5 | 82.1 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 80.1 | 80.8 | 67.9 | 81.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 78.8 | 80.7 | 67.2 | 80.4 |
| 2-甲氧基苯胺 | 81.9 | 82.2 | 68.6 | 81.6 |
| 3-氯苯胺 | 81.9 | 80.7 | 69.1 | 80.8 |
| 4-氯苯胺 | 82.5 | 82.1 | 69.2 | 81.0 |

| 化合物名称 | 4 g 亚硫酸钠（浓度约 20%） | | 1 g 亚硫酸钠（浓度约 5%） | |
|------------------------------------|-------------------|------------|------------------|-----------|
| | 不加氯化钠 | 加入 2 g 氯化钠 | 不加氯化钠 | 加入 2g 氯化钠 |
| 3-硝基苯胺 | 71.4 | 80.1 | 72.3 | 95.8 |
| 2-萘胺 | 74.8 | 71.6 | 73.9 | 99.1 |
| 4-硝基苯胺 | 105 | 94.1 | 74.3 | 99.7 |
| 联苯胺 | 101 | 100 | 72.0 | 106 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 108 | 103 | 77.4 | 111 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ （替代物） | 82.8 | 81.0 | 69.2 | 80.9 |

5.6.6 净化

土壤和沉积物的基体复杂,本方法采用土壤-碱性水溶液-混合有机溶剂分散基质-盐析分层法进行的三相共存萃取方法,可以排除酸性化合物或其他杂质被共同提取,相比传统全有机相提取方式起到一定的净化作用,在实际样品试验时也发现质谱 Scan 谱图的明显变化,见图 4。能从图中看出与传统 ASE 提取溶剂浓缩后相比,浓缩液的颜色和总离子色谱图显示的出峰情况都得到了较好的初步净化效果;另外利用质谱检测器的提取特征离子积分的方式,可以基本排除干扰问题。但是由于土壤基质的复杂性,提取溶液中的杂质可能影响色谱柱性能、质谱电离效果等,遇到浓缩后溶液颜色特别深、土壤中含有大量有机质等情况,一般考虑用固相萃取小柱进行净化。



1——ASE 提取液浓缩, 2——本方法提取液浓缩。

图4 本方法与ASE提取液浓缩分析谱图比较

标准编制组参考文献资料,选择在极性化合物应用较多的弗罗里硅土、C₁₈和 HLB 三种固相萃取小柱考察净化效果。

首先对上样溶剂进行筛选,前面萃取溶剂为乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂(体积比1:4),如果溶剂发生变化则要考虑溶剂转换问题,取1 ml浓度为5.0 mg/L的标准溶液,溶剂为乙酸

乙酯-二氯甲烷混合溶剂（体积比1:4），再加入4 ml乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂后上样，收集全部流出液浓缩至1 ml，分析测定，结果见表18，表明在混合溶剂极性环境下，三种净化柱均不能保留，全部穿透流出。因为苯胺类化合物具有一定极性，这样具有一定极性的溶剂可将非极性化合物共同洗脱，起不到净化的效果，根据化合物性质和反相净化柱的吸附特点，调节上样溶剂极性，将目标物吸附保留在小柱上，非极性干扰物流出，再选择极性溶剂洗脱。取1 ml浓度为5.0 mg/L的上述标准溶液，加入4 ml正己烷，混合后上样，收集流出液浓缩至1 ml分析测定，结果见表18，结果显示用正己烷调节极性后弗罗里硅土对苯胺类化合物的保留效果最好，基本全部保留在净化柱上。结合文献资料编制组选择用弗罗里硅土小柱对提取液进行净化，也与HJ 834-2017推荐的苯胺类化合物的净化柱一致。

编制组对后续洗脱溶剂进行了筛选比较，选择常用的甲醇、二氯甲烷以及乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂进行洗脱效率比较，结果见表19，显示用本方法确定的混合溶剂效果最好，这样可以不用考虑进样溶剂不一致带来的基体效应问题。

最终确定的净化步骤是：依次用5 ml二氯甲烷、5 ml正己烷活化。样品提取浓缩液1 ml加入4 ml正己烷混匀后上样；加入10 ml乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂（1:4）进行洗脱，收集洗脱液，氮吹浓缩至1 ml。

表 18 净化上样溶剂对吸附效果的影响

| 化合物名称 | 回收率 (%) | | | | | |
|------------|--------------------------|-----------------------------------|--------------------------|-----------------------------------|--------------------------|-----------------------------------|
| | 弗罗里硅土 | | C ₁₈ | | HLB | |
| | 5 ml 乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂 (1:4) | 1 ml 乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂 (1:4)+4 ml 正己烷 | 5 ml 乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂 (1:4) | 1 ml 乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂 (1:4)+4 ml 正己烷 | 5 ml 乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂 (1:4) | 1 ml 乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂 (1:4)+4 ml 正己烷 |
| 苯胺 | 91.1 | 0.1 | 101 | 0.1 | 88.5 | 0.2 |
| 4-甲基苯胺 | 91.0 | 0.1 | 100 | 0.1 | 86.8 | 2.2 |
| 2-甲基苯胺 | 90.0 | 0.3 | 101 | 0.2 | 87.4 | 3.5 |
| 3-甲基苯胺 | 90.6 | 0.3 | 101 | 0.3 | 87.3 | 4.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 90.0 | 1.4 | 102 | 2.6 | 86.3 | 16.7 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 90.4 | 1.3 | 102 | 1.5 | 86.8 | 12.2 |
| 2-甲氧基苯胺 | 88.8 | 1.5 | 102 | 7.3 | 85.5 | 23.8 |
| 3-氯苯胺 | 89.1 | 2.4 | 104 | 6.6 | 86.6 | 11.0 |
| 4-氯苯胺 | 90.7 | 1.4 | 104 | 7.3 | 86.5 | 14.1 |
| 3-硝基苯胺 | 93.4 | 0.9 | 90.8 | 52.4 | 93.0 | 10.2 |
| 2-萘胺 | 90.5 | 1.1 | 90.9 | 47.1 | 89.8 | 23.0 |
| 4-硝基苯胺 | 94.2 | 0.7 | 94.9 | 52.8 | 94.4 | 1.8 |
| 联苯胺 | 92.2 | 0.2 | 97.0 | 43.9 | 93.7 | 7.7 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 92.4 | 0.2 | 92.6 | 55.6 | 90.8 | 4.2 |

表 19 不同洗脱溶剂效果比较

| 化合物名称 | 回收率 (%) | | |
|------------|------------------------|------|------|
| | 乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂 (1:4) | 甲醇 | 二氯甲烷 |
| 苯胺 | 88.6 | 15.8 | 48.3 |
| 4-甲基苯胺 | 88.3 | 10.0 | 51.2 |
| 2-甲基苯胺 | 88.7 | 19.1 | 50.8 |
| 3-甲基苯胺 | 88.4 | 14.7 | 51.8 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 90.7 | 11.1 | 54.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 89.9 | 6.7 | 54.2 |
| 2-甲氧基苯胺 | 89.3 | 12.5 | 56.8 |
| 3-氯苯胺 | 91.1 | 13.3 | 59.5 |
| 4-氯苯胺 | 91.3 | 16.2 | 59.2 |
| 3-硝基苯胺 | 96.7 | 19.5 | 87.2 |
| 2-萘胺 | 99.5 | 27.4 | 86.7 |
| 4-硝基苯胺 | 95.0 | 23.4 | 87.6 |
| 联苯胺 | 95.4 | 74.4 | 71.7 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 95.6 | 35.9 | 90.2 |

考虑到沉积物中单质硫或有机硫的含量相对土壤较高，本编制组选取硫化物含量为300 mg/kg的沉积物，加标浓度为1.0 mg/kg，提取液采用铜粉除硫的方法去除硫化物干扰，比较铜粉脱硫前后的加标回收率，结果如表20，回收率结果没有明显差异。

表 20 铜粉脱硫净化前后的加标回收率 (%)

| 化合物 | 回收率% | |
|-----------|------|--------|
| | 未加铜粉 | 铜粉脱硫处理 |
| 苯胺 | 73.8 | 76.5 |
| 4-甲基苯胺 | 66.9 | 72.2 |
| 2-甲基苯胺 | 78.8 | 76.4 |
| 3-甲基苯胺 | 81.3 | 82.8 |
| 2-氯苯胺 | 69.1 | 75.9 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 79.7 | 82.6 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 83.6 | 84.4 |
| 2-甲氧基苯胺 | 88.1 | 84.7 |
| 3-氯苯胺 | 83.6 | 85.8 |
| 4-氯苯胺 | 80.4 | 84.8 |
| 2-硝基苯胺 | 70.6 | 77.0 |
| 3-硝基苯胺 | 84.7 | 82.1 |

| | | |
|-------------|------|------|
| 1-萘胺 | 81.8 | 76.1 |
| 2-萘胺 | 81.5 | 84.5 |
| 4-硝基苯胺 | 78.5 | 81.6 |
| 4-氨基联苯胺 | 73.8 | 69.6 |
| 联苯胺 | 68.0 | 71.7 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 74.7 | 79.5 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 70.8 | 73.5 |

虽然回收率没有明显差异，但是通过查看样品扫描的 TIC 谱图发现，没有净化的浓缩液在 21.8 min 能观察到明显的非目标峰，检索确定为八硫杂环辛烷（CAS: 10544-50-0），尽管在出峰时间附近并没有涉及的目标化合物，不影响定量分析，但该物质存在可影响色谱柱的性能，因此在分析沉积物样品或含硫量较高的样品时还是需要加铜粉进行除硫，可在净化环节加在净化柱的上端。

5.6.7 浓缩方式的选择

苯胺类和联苯胺类化合物虽然属于半挥发性有机化合物，但沸点普遍不高，苯胺、甲基苯胺、二甲基苯胺、氯苯胺等常温下都是液态，在提取溶剂浓缩的过程中会伴随溶剂挥发逃逸损失，编制组使用萃取溶剂（60 ml）加入标准溶液的方式比较了常用的氮吹浓缩和平行蒸发浓缩方式，发现在浓缩过程中已经产生了损失，特别是在浓缩近干控制不好的状况下低沸点化合物的损失更大，因此在提取完成后还需注意浓缩过程的条件控制，一旦吹干样品需要重做。平行蒸发浓缩方式由于在真空下蒸发浓缩，对于低沸点化合物影响较大，尤其是苯胺，在浓缩环节就损失达 30%，因此推荐氮吹浓缩未干的浓缩方式，对比结果见表 21。

表 21 不同浓缩方式回收率试验结果（%）

| 化合物 | 氮吹浓缩未干 | 氮吹浓缩吹至近干 | 平行蒸发浓缩未干 |
|---------------------|--------|----------|----------|
| 苯胺 | 87.2 | 0.4 | 70.5 |
| 2-甲基苯胺/4-甲基苯胺 | 88.3 | 2.1 | 107 |
| 3-甲基苯胺 | 85.6 | 4.1 | 71.6 |
| 2,4-二甲基苯胺/2,6-二甲基苯胺 | 88.9 | 8.8 | 72.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | 89.7 | 17.8 | 73.9 |
| 3-氯苯胺 | 83.9 | 10.7 | 73.5 |
| 4-氯苯胺 | 80.9 | 32.5 | 78.7 |
| 3-硝基苯胺 | 96.1 | 78.2 | 93.9 |
| 2-萘胺 | 91.1 | 69.7 | 89.9 |
| 4-硝基苯胺 | 92.9 | 87.8 | 97.4 |
| 联苯胺 | 88.3 | 93.3 | 94.1 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 95.9 | 89.2 | 95.6 |

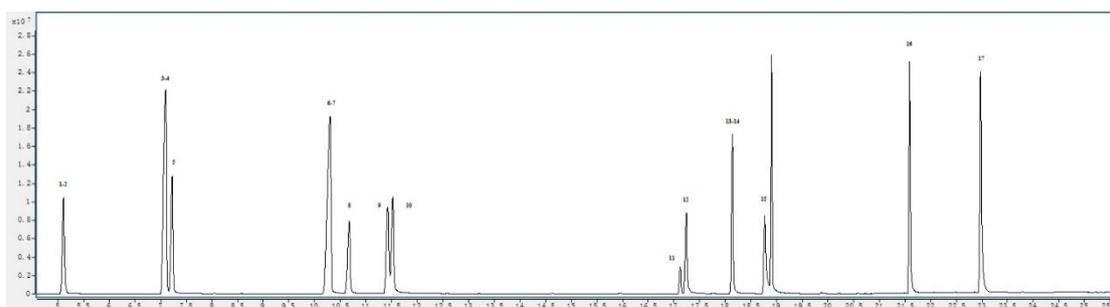
5.6.8 仪器条件优化

(1) 色谱柱的选择

编制组首先参照 HJ 834 所用的色谱柱进行了试验，固定相为 5% 苯基-甲基聚硅氧烷石英毛细管柱 (HP-5MS)，规格 30 m×0.25 mm×0.25 μm，发现无论如何调整升温条件，均无法将两对同分异构体 2-甲基苯胺和 4-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺和 2,6-二甲基苯胺分开，其余组分的峰型还存在拖尾的现象。考虑到苯胺类化合物均有一定极性，选择低流失的中等极性色谱柱进行试验，固定相为 35% 苯基-甲基聚硅氧烷石英毛细管柱 (DB-35MS)，规格 30 m×0.25 mm×0.25 μm，优化柱温条件后可以将 14 种目标化合物良好分离，并且峰型更加对称和尖锐。两种色谱柱的分离组分保留时间对比见表 22，总离子色谱图见图 5 和图 6。开题论证后根据专家建议又增加了 5 种同分异构体后，优选色谱条件下依然能够得到较好的分离，见图 7。

表 22 苯胺类化合物在不同色谱柱上的分离情况

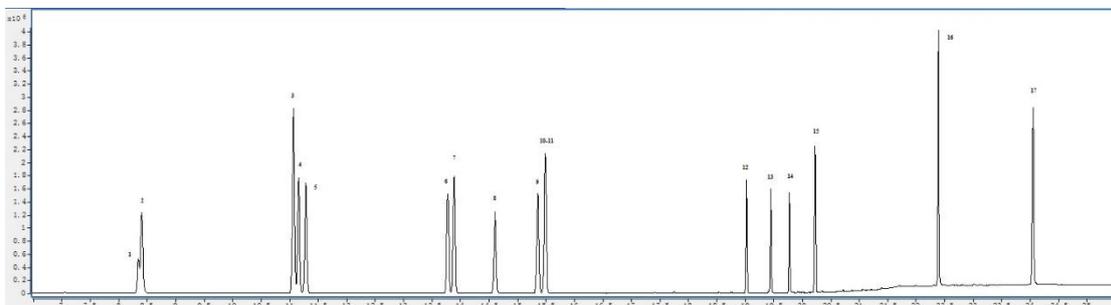
| 序号 | 化合物名 | RT (HP-5MS 柱) /min | RT (DB-35MS) /min |
|----|------------|--------------------|-------------------|
| 1 | 苯胺 | 5.147 | 8.361 |
| 2 | 4-甲基苯胺 | 7.151 | 11.029 |
| 3 | 2-甲基苯胺 | 7.151 | 11.121 |
| 4 | 3-甲基苯胺 | 7.290 | 11.248 |
| 5 | 2,4-二甲基苯胺 | 10.385 | 13.743 |
| 6 | 2,6-二甲基苯胺 | 10.385 | 13.859 |
| 7 | 2-甲氧基苯胺 | 10.772 | 14.581 |
| 8 | 3-氯苯胺 | 11.512 | 15.326 |
| 9 | 4-氯苯胺 | 11.604 | 15.458 |
| 10 | 3-硝基苯胺 | 17.293 | 19.443 |
| 11 | 2-萘胺 | 18.188 | 19.767 |
| 12 | 4-硝基苯胺 | 18.817 | 20.229 |
| 13 | 联苯胺 | 21.618 | 22.389 |
| 14 | 3,3'-二氯联苯胺 | 23.010 | 24.046 |



出峰顺序：1——苯胺-*d*₅ (内标)；2——苯胺；3——2-甲基苯胺；4——4-甲基苯胺；5——3-甲基苯胺；

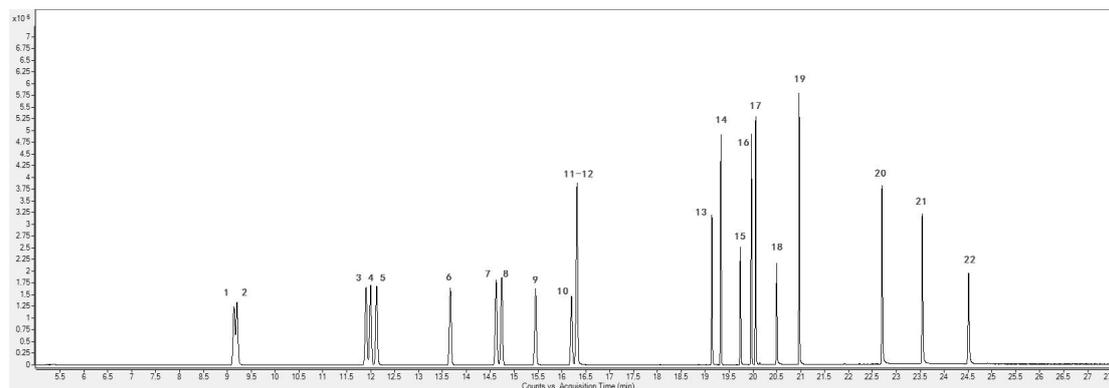
6——2,4-二甲基苯胺; 7——2,6-二甲基苯胺; 8——2-甲氧基苯胺; 9——3-氯苯胺; 10——4-氯苯胺; 11——
 苊-*d*₁₀ (内标); 12——3-硝基苯胺; 13——2-萘胺; 14——4-硝基苯胺; 15——联苯胺; 16——3,3'-二氯联
 苯胺。

图 5 HP-5MS 柱分离目标化合物总离子色谱图



出峰顺序: 1——苯胺-*d*₅ (内标); 2——苯胺; 3——4-甲基苯胺; 4——2-甲基苯胺; 5——3-甲基苯胺; 6——2,4-
 二甲基苯胺; 7——2,6-二甲基苯胺; 8——2-甲氧基苯胺; 9——3-氯苯胺; 10——4-氯苯胺-*d*₂ (替代物);
 11——4-氯苯胺; 12——苊-*d*₁₀ (内标); 13——3-硝基苯胺; 14——2-萘胺; 15——4-硝基苯胺; 16——联
 苯胺; 17——3,3'-二氯联苯胺。

图 6 DB-35MS 柱分离 14 种目标化合物总离子色谱图



出峰顺序: 1——苯胺-*d*₅ (内标 1); 2——苯胺; 3——4-甲基苯胺; 4——2-甲基苯胺; 5——3-甲基苯胺;
 6——2-氯苯胺; 7——2,4-二甲基苯胺; 8——2,6-二甲基苯胺; 9——2-甲氧基苯胺; 10——3-氯苯胺; 11——4-
 氯苯胺-*d*₂ (替代物); 12——4-氯苯胺; 13——2-硝基苯胺; 14——苊-*d*₁₀ (内标 2); 15——3-硝基苯胺; 16——
 1-萘胺; 17——2-萘胺; 18——4-硝基苯胺; 19——4-氨基联苯; 20——联苯胺; 21——3,3'-二甲基联苯胺;
 22——3,3'-二氯联苯胺

图 7 DB-35MS 柱分离 19 种目标化合物总离子色谱图

根据实验结果, 确定推荐的色谱柱为: 石英毛细管柱, 30 m (柱长) × 0.25 mm (内径) × 0.25 μm (膜厚), 固定相为 35% 苯基-甲基聚硅氧烷, 或其他等效的石英毛细管柱。

(2) 气相色谱条件

使用浓度为 10.0 mg/L 的 16 种苯胺类和 3 种联苯胺类化合物及替代物和内标的混合溶液对气相色谱-质谱仪的升温程序进行优化。优化后的气相色谱条件为:

进样方式：分流进样，分流比：5:1；进样量：1 μ l；进样口温度：250 $^{\circ}$ C；载气流量：1.0 ml/min。

色谱柱升温程序：60 $^{\circ}$ C 保持 2 min，以 5 $^{\circ}$ C/min 升温至 130 $^{\circ}$ C，再以 30 $^{\circ}$ C/min 升温至 300 $^{\circ}$ C，保持 4 min。

(3) 质谱条件

使用浓度为 10.0 mg/L 的 16 种苯胺类和 3 种联苯胺类化合物及替代物和内标的混合溶液对气相色谱-质谱仪的质谱条件进行优化。优化后的质谱条件为：

离子源：电子轰击 (EI) 源；离子源温度：300 $^{\circ}$ C；离子化能量：70 eV；传输线温度：300 $^{\circ}$ C；四极杆温度：150 $^{\circ}$ C；数据采集方式：全扫描 (Scan)，全扫描范围：45 u~550 u；溶剂延迟时间：5 min。

各目标化合物的定量参考参数见表 23。

表 23 目标化合物测定参考参数

| 序号 | 目标物中文名称 | 定量离子 (m/z) | 辅助定性离子 (m/z) |
|----|--------------|----------------|------------------|
| 1 | 苯胺- d_5 | 98 | 71 |
| 2 | 苯胺 | 93 | 94、66 |
| 3 | 4-甲基苯胺 | 106 | 107、77 |
| 4 | 2-甲基苯胺 | 106 | 107、77 |
| 5 | 3-甲基苯胺 | 106 | 107、79 |
| 6 | 2-氯苯胺 | 127 | 129、65 |
| 7 | 2,4-二甲基苯胺 | 121 | 106、120 |
| 8 | 2,6-二甲基苯胺 | 121 | 106、77 |
| 9 | 2-甲氧基苯胺 | 108 | 123、80 |
| 10 | 3-氯苯胺 | 65 | 127、129 |
| 11 | 4-氯苯胺- d_2 | 129 | 67、131 |
| 12 | 4-氯苯胺 | 127 | 129、65 |
| 13 | 2-硝基苯胺 | 138 | 65、92 |
| 14 | 芘- d_{10} | 162 | 164、160 |
| 15 | 3-硝基苯胺 | 92 | 138、65 |
| 16 | 1-萘胺 | 143 | 115、71 |
| 17 | 2-萘胺 | 143 | 115、116 |
| 18 | 4-硝基苯胺 | 65 | 138、105 |
| 19 | 4-氨基联苯 | 169 | 168、115 |
| 20 | 联苯胺 | 184 | 156、92 |
| 21 | 3,3'-二甲基联苯胺 | 212 | 213、106 |
| 22 | 3,3'-二氯联苯胺 | 252 | 254、154 |

(4) 十氟三苯基膦 (DFTPP) 质谱性能检查

质谱性能检查采用 50 mg/L 十氟三苯基膦 (DFTPP) 液体进样的方式进行, 针对关键离子丰度评判标准, 本编制组首先参考 HJ 834-2017、HJ 822-2017 两个标准相关要求, 这两个标准对关键离子丰度的要求与 EPA 8270C 一致, 考虑到 EPA 8270C 是 1996 年发布, 并且已于 2018 年更新至 EPA 8270E, 其中 DFTPP 的关键离子丰度要求有较大变化, 因此本编制组参考最新的 EPA 8270E 制定本标准中 DFTPP 关键离子丰度评判标准, 具体数值如表 24。

表 24 DFTPP 关键离子丰度评判标准

| 质量数 | 离子丰度标准 | |
|-----|-----------------------------------|------------------|
| | HJ 834-2017、HJ 822-2017、EPA 8270C | 本标准、EPA 8270E |
| 51 | 198 质量数的 30%~60% | / |
| 68 | 小于 69 质量数的 2% | 小于 69 质量数的 2% |
| 69 | / | 存在 |
| 70 | 小于 69 质量数的 2% | 小于 69 质量数的 2% |
| 127 | 198 质量数的 40%~60% | / |
| 197 | 小于 198 质量数的 1% | 小于 198 质量数的 2% |
| 198 | 基峰, 相对丰度 100% | 基峰或存在 |
| 199 | 198 质量数的 5%~9% | 198 质量数的 5%~9% |
| 275 | 198 质量数的 10%~30% | / |
| 365 | 大于 198 质量数的 1% | 大于基峰质量数的 1% |
| 441 | 存在, 但小于 443 质量数丰度 | 小于 443 质量数的 150% |
| 442 | 大于 198 质量数的 40% | 基峰或存在 |
| 443 | 442 质量数的 17%~23% | 442 质量数的 15%~24% |

(5) 进样系统和柱效对联苯胺色谱行为的影响

联苯胺类化合物极性较大, 进样系统受到污染时或色谱柱性能下降时会影响色谱峰对称性, 继而影响检测灵敏度。EPA 8270E 7.6 和 11.3.1.3 中特别提到, 在样品分析前或者调谐检查时, 配制浓度为 50 mg/L 的联苯胺标准溶液 (二氯甲烷介质) 进行进样口惰性检查和色谱柱性能检查。联苯胺的色谱峰应尖锐对称, 拖尾因子应小于 2。

5.6.9 标准曲线

移取适量的苯胺类和联苯胺类、替代物标准使用液, 用乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂配制成 6 个浓度点的标准系列, 使苯胺类和联苯胺类化合物及其替代物的质量浓度分别为 0.00 mg/L、4.00 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L、100 mg/L, 向标准曲线中各浓度点溶液加入适量内标使用液, 使内标化合物浓度为 10.0 mg/L。

按照仪器参考条件, 从低浓度到高浓度依次测定。采用平均响应因子法或标准曲线法进行校准。各目标化合物的定量离子、辅助定性离子和平均响应因子见表 25, 相对响应因子相对标准偏差均小于 30%, 满足一般气质联用方法的质控要求。

(1) 用平均相对响应因子 (\overline{RRF}_j) 法计算

标准系列第 i 点中目标化合物 (或替代物) 的相对响应因子 (RRF_{ij}), 按照公式 (1) 计算。

$$RRF_{ij} = \frac{A_{ij}}{A_{IS,ij}} \times \frac{\rho_{IS,ij}}{\rho_{ij}} \quad (1)$$

式中： RRF_{ij} ——标准系列中第 i 点目标化合物（或替代物） j 的相对响应因子；
 A_{ij} ——标准系列中第 i 点目标化合物（或替代物） j 定量离子的响应值；
 $A_{IS,ij}$ ——标准系列中第 i 点与目标化合物（或替代物） j 相对应内标定量离子的响应值；
 $\rho_{IS,ij}$ ——标准系列中目标化合物（或替代物） j 相对应内标物的质量浓度，mg/L；
 ρ_{ij} ——标准系列中第 i 点目标化合物（或替代物） j 的质量浓度，mg/L。
 目标化合物（或替代物） j 的平均相对响应因子 \overline{RRF}_j ，按照公式（2）计算。

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

式中： \overline{RRF}_j ——目标化合物（或替代物） j 的平均相对响应因子；
 RRF_{ij} ——标准系列中第 i 点目标化合物（或替代物） j 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）计算。

$$m_x = \frac{A_x \times \rho_{IS} \times V}{A_{IS} \times \overline{RRF}} \quad (3)$$

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；
 ρ_{IS} ——试样中内标物的质量浓度，mg/L；
 V ——试样定容体积，ml；
 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。

（2）用标准曲线法计算

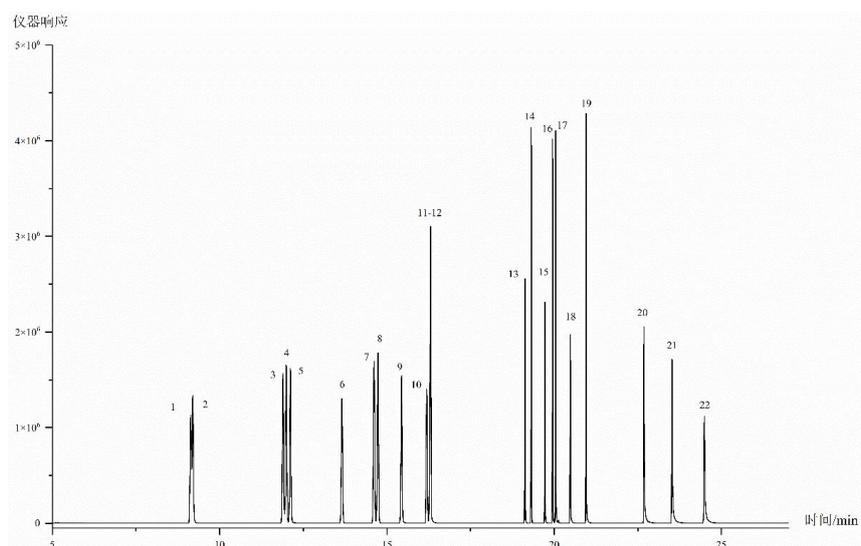
以目标化合物（或替代物）含量为横坐标，以目标化合物（或替代物）与内标物定量离子响应值的比值和内标物含量的乘积为纵坐标，建立标准曲线。试样中目标化合物（或替代物）含量通过相应的标准曲线计算。

表 25 苯胺类和联苯胺类化合物标准曲线参数 ($n=5$)

| 序号 | 化合物 | 定量离子 (m/z) | 辅助离子 (m/z) | \overline{RRF}_j | RSD (%) |
|----|-----------|----------------|----------------|--------------------|---------|
| 1 | 苯胺 | 93 | 94、66 | 0.9828 | 11.0 |
| 2 | 4-甲基苯胺 | 106 | 107、77 | 1.2151 | 12.8 |
| 3 | 2-甲基苯胺 | 106 | 107、77 | 1.2732 | 15.3 |
| 4 | 3-甲基苯胺 | 106 | 107、79 | 1.0544 | 15.4 |
| 5 | 2-氯苯胺 | 106 | 107、79 | 0.7733 | 8.5 |
| 6 | 2,4-二甲基苯胺 | 121 | 106、120 | 0.7760 | 17.1 |
| 7 | 2,6-二甲基苯胺 | 121 | 106、77 | 0.9517 | 13.2 |
| 8 | 2-甲氧基苯胺 | 108 | 123、80 | 0.4802 | 10.8 |
| 9 | 3-氯苯胺 | 65 | 127、129 | 0.1328 | 25.8 |

| 序号 | 化合物 | 定量离子 (m/z) | 辅助离子 (m/z) | \overline{RRF}_j | RSD (%) |
|----|--------------------|----------------|----------------|--------------------|---------|
| 10 | 4-氯苯胺 | 127 | 129、65 | 0.7735 | 25.6 |
| 11 | 2-硝基苯胺 | 138 | 65、92 | 0.3453 | 23.6 |
| 12 | 3-硝基苯胺 | 92 | 138、65 | 0.3340 | 16.5 |
| 13 | 1-萘胺 | 143 | 115、71 | 1.0834 | 25.1 |
| 14 | 2-萘胺 | 143 | 115、116 | 1.0677 | 5.0 |
| 15 | 4-硝基苯胺 | 65 | 138、105 | 0.5116 | 16.7 |
| 16 | 4-氨基联苯胺 | 169 | 168、115 | 1.1440 | 18.4 |
| 17 | 联苯胺 | 184 | 156、92 | 1.3732 | 19.5 |
| 18 | 3,3'-二甲基联苯胺 | 212 | 213、106 | 0.9657 | 23.6 |
| 19 | 3,3'-二氯联苯胺 | 252 | 254、154 | 1.0640 | 6.0 |
| 20 | 4-氯苯胺- d_2 (替代物) | 129 | 67、131 | 0.8195 | 18.3 |

在本标准推荐的仪器参考条件下, 19种苯胺类和联苯胺类化合物的总离子色谱图见图8。



1——苯胺- d_5 (内标 1); 2——苯胺; 3——4-甲基苯胺; 4——2-甲基苯胺; 5——3-甲基苯胺; 6——2-氯苯胺; 7——2,4-二甲基苯胺; 8——2,6-二甲基苯胺; 9——2-甲氧基苯胺; 10——3-氯苯胺; 11——4-氯苯胺- d_2 (替代物); 12——4-氯苯胺; 13——2-硝基苯胺; 14——萘- d_{10} (内标 2); 15——3-硝基苯胺; 16——1-萘胺; 17——2-萘胺; 18——4-硝基苯胺; 19——4-氨基联苯胺; 20——联苯胺; 21——3,3'-二甲基联苯胺; 22——3,3'-二氯联苯胺。

图8 16种苯胺类和3种联苯胺类化合物(100 mg/L)、替代物(100 mg/L)及2种内标(10.0 mg/L)的总离子色谱图

5.6.10 结果计算

土壤样品中目标化合物(或替代物)的浓度 w , 按照公式(4)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，g；
 W_{dm} ——土壤干物质含量，%；
 D ——稀释倍数。

沉积物样品中目标化合物（或替代物）的浓度 w ，按照公式（5）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，g；
 W_{H_2O} ——沉积物含水率，%；
 D ——稀释倍数。

5.6.11 方法检出限和测定下限

根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）附录 A 中有关方法检出限的规定，按照样品分析的全部步骤，重复 7 次空白加标试验。以估计方法检出限的 3~5 倍含量进行加标，再按照样品分析的全部步骤进行测定。计算 7 次平行测定的标准偏差，按公式（6）计算方法检出限（MDL），测定下限为 4 倍检出限。

$$MDL = t_{(n-1,0.99)} \times S \quad (6)$$

式中： MDL ——检出限，mg/kg；
 n ——样品平行测定次数；
 $t_{(n-1,0.99)}$ ——自由度为 $n-1$ ，置信度为 99% 的 t 分布（单侧）；
 S —— n 次平行测定的标准偏差。

称取空白石英砂 10 g（精确至 0.01 g）共 7 份，加入适量苯胺类和联苯胺类混合标准使用液和内标使用液，预估加标浓度为 0.1 mg/kg~0.2 mg/kg，其中苯胺、4-甲基苯胺、3-甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺、3-氯苯胺及 2-萘胺的预估加标浓度为 0.1 mg/kg，其余组分为 0.2 mg/kg。按照样品分析的步骤进行平行测定。数据结果见表 26。根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的相关规定，对于目标物为多组分的分析方法，一般要求至少有 50% 的目标物样品浓度在 3~5 倍计算出的方法检出限的范围内，同时，至少 90% 的目标物样品浓度在 1~10 倍计算出的方法检出限的范围内，其余不多于 10% 的目标物样品浓度应不超过 20 倍计算出的方法检出限。对于初次加标样品测定平均值与 MDL 比值不在 3~5 之间的目标物，调整样品浓度，重新进行平行分析，直至比值在 3~5 之间。上述结果表明，本方法标准所得到的检出限，对照测定浓度比较符合上述规定，选择添加的浓度水平合适。

表 26 方法检出限和测定下限的测定数据

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|-------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|-----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | | | | |
| 苯胺 | 0.097 | 0.087 | 0.094 | 0.091 | 0.090 | 0.084 | 0.108 | 0.093 | 0.008 | 0.03 | 0.12 |
| 4-甲基苯胺 | 0.086 | 0.095 | 0.098 | 0.083 | 0.086 | 0.081 | 0.087 | 0.088 | 0.006 | 0.02 | 0.08 |
| 2-甲基苯胺 | 0.176 | 0.200 | 0.189 | 0.178 | 0.155 | 0.164 | 0.187 | 0.179 | 0.015 | 0.05 | 0.20 |
| 3-甲基苯胺 | 0.083 | 0.083 | 0.079 | 0.075 | 0.086 | 0.085 | 0.091 | 0.083 | 0.005 | 0.02 | 0.08 |
| 2-氯苯胺 | 0.133 | 0.138 | 0.132 | 0.117 | 0.111 | 0.142 | 0.123 | 0.128 | 0.011 | 0.04 | 0.16 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.175 | 0.199 | 0.186 | 0.189 | 0.164 | 0.147 | 0.166 | 0.175 | 0.018 | 0.06 | 0.24 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.070 | 0.067 | 0.079 | 0.075 | 0.062 | 0.066 | 0.062 | 0.069 | 0.006 | 0.03 | 0.12 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.210 | 0.233 | 0.243 | 0.200 | 0.217 | 0.203 | 0.237 | 0.221 | 0.017 | 0.06 | 0.24 |
| 3-氯苯胺 | 0.070 | 0.084 | 0.087 | 0.090 | 0.096 | 0.080 | 0.089 | 0.085 | 0.008 | 0.03 | 0.12 |
| 4-氯苯胺 | 0.200 | 0.185 | 0.223 | 0.185 | 0.187 | 0.156 | 0.174 | 0.187 | 0.021 | 0.07 | 0.28 |
| 2-硝基苯胺 | 0.120 | 0.130 | 0.116 | 0.102 | 0.104 | 0.137 | 0.110 | 0.117 | 0.013 | 0.05 | 0.20 |
| 3-硝基苯胺 | 0.197 | 0.188 | 0.219 | 0.188 | 0.186 | 0.201 | 0.175 | 0.193 | 0.014 | 0.05 | 0.20 |
| 1-萘胺 | 0.115 | 0.137 | 0.122 | 0.101 | 0.111 | 0.137 | 0.112 | 0.119 | 0.014 | 0.05 | 0.20 |
| 2-萘胺 | 0.104 | 0.098 | 0.091 | 0.104 | 0.114 | 0.095 | 0.112 | 0.103 | 0.008 | 0.03 | 0.12 |
| 4-硝基苯胺 | 0.197 | 0.180 | 0.193 | 0.197 | 0.185 | 0.216 | 0.186 | 0.193 | 0.012 | 0.04 | 0.16 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.115 | 0.139 | 0.118 | 0.119 | 0.105 | 0.136 | 0.109 | 0.120 | 0.013 | 0.04 | 0.16 |
| 联苯胺 | 0.112 | 0.126 | 0.118 | 0.139 | 0.104 | 0.136 | 0.118 | 0.122 | 0.013 | 0.04 | 0.16 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.107 | 0.150 | 0.115 | 0.114 | 0.111 | 0.150 | 0.118 | 0.124 | 0.018 | 0.06 | 0.24 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.200 | 0.218 | 0.217 | 0.179 | 0.230 | 0.200 | 0.193 | 0.205 | 0.017 | 0.06 | 0.24 |

5.6.12 方法精密度和正确度

按照 HJ 168 的要求, 编制组选择空白石英砂、土壤(壤土、红土)和沉积物(含湖泊、入海河流及长江沉积物)实际样品进行加标实验。空白石英砂的加标浓度分别为 0.2 mg/kg、1.0 mg/kg、2.0 mg/kg; 土壤样品的加标浓度为 1.0 mg/kg、10.0 mg/kg; 沉积物样品的加标浓度为 1.0 mg/kg、10.0 mg/kg、20.0 mg/kg。每个浓度的加标样品平行测定 6 次, 分别计算不同浓度样品的平均值、标准偏差、相对标准偏差和加标回收率等参数。精密度与正确度测试结果见表 27~37。结果可以看出空白加标各浓度的平均加标回收率在 61.5%~108%, 相对标准偏差在 1.3%~9.6%; 土壤实际样品加标各浓度的平均加标回收率在 60.2%~101%, 相对标准偏差在 2.8%~12.1%; 沉积物实际样品加标各浓度的平均加标回收率在 62.9%~91.7%, 相对标准偏差在 2.1%~10.1%。

土壤和沉积物的质控样品成本较高且产品性能评价尺度不一, 开题论证会专家建议由编制组在实验室内完成质控样品的测定验证方法的正确度。编制组选择沃特世科技(上海)有限公司 ERA 土壤中 15 种苯胺类和联苯胺类化合物质控样品, 按照本方法进行测定, 产品编号 093CN15, 批号 Lot No.04152202。测试结果见表 37。15 种目标化合物测定值均在保证值范围内。

表 27 空白加标 0.2 mg/kg 的精密度和正确度测定结果

| 化合物 | 样品 (mg/kg) | 加标样品 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准偏 差 (%) | 加标回收 率 (%) |
|-------------|---------------|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|---------------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | | |
| 苯胺 | ND | 0.146 | 0.139 | 0.134 | 0.136 | 0.135 | 0.139 | 0.138 | 0.004 | 3.2 | 69.1 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.126 | 0.126 | 0.125 | 0.128 | 0.125 | 0.123 | 0.126 | 0.002 | 1.3 | 62.8 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.126 | 0.127 | 0.126 | 0.135 | 0.131 | 0.127 | 0.129 | 0.004 | 2.8 | 64.3 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.145 | 0.150 | 0.150 | 0.145 | 0.146 | 0.143 | 0.147 | 0.003 | 2.1 | 73.3 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.162 | 0.168 | 0.169 | 0.176 | 0.171 | 0.169 | 0.169 | 0.005 | 2.7 | 84.5 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.124 | 0.125 | 0.132 | 0.130 | 0.134 | 0.135 | 0.130 | 0.005 | 3.6 | 65.1 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.123 | 0.124 | 0.122 | 0.142 | 0.132 | 0.133 | 0.129 | 0.078 | 6.0 | 64.7 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.153 | 0.163 | 0.170 | 0.156 | 0.166 | 0.156 | 0.161 | 0.007 | 4.1 | 80.3 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.152 | 0.168 | 0.169 | 0.166 | 0.166 | 0.159 | 0.163 | 0.007 | 4.0 | 81.7 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.159 | 0.177 | 0.178 | 0.173 | 0.174 | 0.167 | 0.171 | 0.007 | 4.3 | 85.7 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.169 | 0.173 | 0.189 | 0.178 | 0.169 | 0.180 | 0.176 | 0.008 | 4.4 | 88.2 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.179 | 0.171 | 0.199 | 0.171 | 0.169 | 0.183 | 0.179 | 0.011 | 6.4 | 89.3 |
| 1-萘胺 | ND | 0.162 | 0.156 | 0.158 | 0.162 | 0.151 | 0.164 | 0.159 | 0.005 | 3.1 | 79.4 |
| 2-萘胺 | ND | 0.152 | 0.156 | 0.153 | 0.162 | 0.151 | 0.144 | 0.153 | 0.006 | 3.8 | 76.4 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.164 | 0.165 | 0.170 | 0.165 | 0.180 | 0.172 | 0.169 | 0.006 | 3.8 | 84.6 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.136 | 0.138 | 0.147 | 0.139 | 0.136 | 0.148 | 0.141 | 0.005 | 3.9 | 70.3 |
| 联苯胺 | ND | 0.126 | 0.118 | 0.117 | 0.139 | 0.136 | 0.118 | 0.126 | 0.010 | 7.8 | 62.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.236 | 0.244 | 0.247 | 0.201 | 0.206 | 0.189 | 0.221 | 0.025 | 11.2 | 110 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.225 | 0.224 | 0.237 | 0.206 | 0.206 | 0.199 | 0.216 | 0.015 | 6.8 | 108 |

表 28 空白加标 1.0 mg/kg 的精密度和正确度测定结果

| 化合物 | 样品 (mg/kg) | 加标样品 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准偏 差 (%) | 加标回收 率 (%) |
|-------------|---------------|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|---------------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | | |
| 苯胺 | ND | 0.700 | 0.706 | 0.690 | 0.732 | 0.731 | 0.759 | 0.720 | 0.025 | 3.5 | 72.0 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.673 | 0.627 | 0.636 | 0.661 | 0.683 | 0.622 | 0.650 | 0.026 | 4.0 | 65.0 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.674 | 0.633 | 0.652 | 0.671 | 0.710 | 0.646 | 0.664 | 0.027 | 4.1 | 66.4 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.683 | 0.702 | 0.673 | 0.717 | 0.719 | 0.750 | 0.707 | 0.028 | 3.9 | 70.7 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.825 | 0.708 | 0.761 | 0.738 | 0.753 | 0.803 | 0.753 | 0.035 | 4.6 | 75.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.691 | 0.633 | 0.663 | 0.684 | 0.717 | 0.645 | 0.672 | 0.031 | 4.7 | 67.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.671 | 0.621 | 0.635 | 0.656 | 0.680 | 0.610 | 0.646 | 0.028 | 4.3 | 64.6 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.673 | 0.718 | 0.704 | 0.747 | 0.764 | 0.786 | 0.732 | 0.041 | 5.6 | 73.2 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.614 | 0.718 | 0.661 | 0.738 | 0.773 | 0.788 | 0.715 | 0.067 | 9.3 | 71.5 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.691 | 0.712 | 0.684 | 0.738 | 0.722 | 0.743 | 0.715 | 0.024 | 3.4 | 71.5 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.692 | 0.734 | 0.721 | 0.789 | 0.816 | 0.812 | 0.760 | 0.063 | 8.3 | 76.0 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.662 | 0.716 | 0.688 | 0.797 | 0.806 | 0.822 | 0.748 | 0.068 | 9.1 | 74.8 |
| 1-萘胺 | ND | 0.736 | 0.786 | 0.715 | 0.815 | 0.824 | 0.873 | 0.798 | 0.069 | 8.6 | 79.8 |
| 2-萘胺 | ND | 0.728 | 0.776 | 0.756 | 0.804 | 0.833 | 0.856 | 0.792 | 0.048 | 6.1 | 79.2 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.689 | 0.725 | 0.709 | 0.760 | 0.802 | 0.803 | 0.748 | 0.048 | 6.5 | 74.8 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.748 | 0.782 | 0.767 | 0.812 | 0.885 | 0.911 | 0.818 | 0.066 | 8.1 | 81.8 |
| 联苯胺 | ND | 0.729 | 0.771 | 0.753 | 0.804 | 0.875 | 0.900 | 0.805 | 0.069 | 8.5 | 80.5 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.812 | 0.856 | 0.878 | 0.895 | 0.919 | 0.933 | 0.882 | 0.044 | 5.0 | 88.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.822 | 0.864 | 0.856 | 0.892 | 0.921 | 0.945 | 0.883 | 0.045 | 5.1 | 88.3 |

表 29 空白加标 2.0 mg/kg 的精密度和正确度测定结果

| 化合物 | 样品 (mg/kg) | 加标样品 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准偏 差 (%) | 加标回收 率 (%) |
|-------------|---------------|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|---------------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | | |
| 苯胺 | ND | 1.239 | 1.390 | 1.188 | 1.307 | 1.042 | 1.209 | 1.229 | 0.118 | 9.6 | 61.5 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 1.260 | 1.287 | 1.218 | 1.221 | 1.187 | 1.208 | 1.230 | 0.037 | 3.0 | 61.5 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 1.257 | 1.340 | 1.220 | 1.314 | 1.356 | 1.150 | 1.273 | 0.079 | 6.2 | 63.6 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 1.379 | 1.397 | 1.258 | 1.328 | 1.160 | 1.271 | 1.299 | 0.088 | 6.8 | 64.9 |
| 2-氯苯胺 | ND | 1.521 | 1.511 | 1.401 | 1.448 | 1.219 | 1.356 | 1.410 | 0.113 | 8.0 | 70.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 1.298 | 1.387 | 1.278 | 1.333 | 1.406 | 1.206 | 1.318 | 0.074 | 5.6 | 65.9 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 1.191 | 1.295 | 1.153 | 1.229 | 1.223 | 1.434 | 1.250 | 0.100 | 8.0 | 62.7 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 1.494 | 1.425 | 1.357 | 1.381 | 1.231 | 1.316 | 1.367 | 0.090 | 6.6 | 68.4 |
| 3-氯苯胺 | ND | 1.504 | 1.459 | 1.357 | 1.401 | 1.199 | 1.279 | 1.367 | 0.114 | 8.3 | 68.3 |
| 4-氯苯胺 | ND | 1.449 | 1.417 | 1.370 | 1.356 | 1.267 | 1.355 | 1.369 | 0.062 | 4.5 | 68.5 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 1.702 | 1.603 | 1.589 | 1.521 | 1.489 | 1.621 | 1.588 | 0.076 | 4.8 | 79.3 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 1.681 | 1.513 | 1.584 | 1.467 | 1.449 | 1.512 | 1.534 | 0.086 | 5.6 | 76.7 |
| 1-萘胺 | ND | 1.710 | 1.588 | 1.675 | 1.687 | 1.523 | 1.564 | 1.625 | 0.076 | 4.7 | 81.2 |
| 2-萘胺 | ND | 1.670 | 1.537 | 1.614 | 1.504 | 1.487 | 1.526 | 1.556 | 0.071 | 4.6 | 77.8 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 1.651 | 1.499 | 1.568 | 1.475 | 1.467 | 1.505 | 1.528 | 0.070 | 4.6 | 76.4 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 1.711 | 1.567 | 1.632 | 1.603 | 1.592 | 1.625 | 1.621 | 0.050 | 3.1 | 81.0 |
| 联苯胺 | ND | 1.695 | 1.527 | 1.649 | 1.552 | 1.583 | 1.605 | 1.602 | 0.062 | 3.9 | 80.1 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 1.782 | 1.722 | 1.789 | 1.701 | 1.911 | 1.661 | 1.761 | 0.088 | 5.0 | 88.0 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 1.787 | 1.643 | 1.737 | 1.603 | 1.615 | 1.653 | 1.673 | 0.073 | 4.4 | 83.7 |

表 30 土壤加标 1.0 mg/kg 的精密度和正确度测定结果

| 化合物 | 样品 (mg/kg) | 加标样品 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准偏 差 (%) | 加标回收 率 (%) |
|-------------|---------------|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|---------------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | | |
| 苯胺 | ND | 0.687 | 0.767 | 0.707 | 0.689 | 0.760 | 0.670 | 0.713 | 0.041 | 5.7 | 71.3 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.674 | 0.633 | 0.629 | 0.623 | 0.680 | 0.667 | 0.651 | 0.025 | 3.9 | 65.1 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.649 | 0.626 | 0.594 | 0.598 | 0.647 | 0.660 | 0.629 | 0.028 | 4.4 | 62.9 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.664 | 0.726 | 0.691 | 0.677 | 0.720 | 0.652 | 0.688 | 0.030 | 4.3 | 68.8 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.810 | 0.734 | 0.752 | 0.789 | 0.827 | 0.721 | 0.772 | 0.043 | 5.6 | 77.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.686 | 0.655 | 0.660 | 0.652 | 0.702 | 0.712 | 0.678 | 0.026 | 3.8 | 67.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.678 | 0.642 | 0.645 | 0.635 | 0.691 | 0.725 | 0.669 | 0.035 | 5.2 | 66.9 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.724 | 0.782 | 0.747 | 0.725 | 0.790 | 0.719 | 0.748 | 0.031 | 4.2 | 74.8 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.792 | 0.750 | 0.761 | 0.745 | 0.817 | 0.750 | 0.769 | 0.029 | 3.8 | 76.9 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.652 | 0.749 | 0.730 | 0.713 | 0.751 | 0.639 | 0.706 | 0.049 | 6.9 | 70.6 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.726 | 0.798 | 0.734 | 0.803 | 0.836 | 0.765 | 0.777 | 0.043 | 5.5 | 77.7 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.718 | 0.777 | 0.749 | 0.797 | 0.827 | 0.713 | 0.764 | 0.045 | 5.9 | 76.4 |
| 1-萘胺 | ND | 0.756 | 0.721 | 0.661 | 0.789 | 0.812 | 0.673 | 0.735 | 0.061 | 8.3 | 73.5 |
| 2-萘胺 | ND | 0.713 | 0.744 | 0.595 | 0.753 | 0.801 | 0.664 | 0.712 | 0.073 | 10.3 | 71.2 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.746 | 0.831 | 0.822 | 0.808 | 0.834 | 0.713 | 0.792 | 0.051 | 6.4 | 79.2 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.656 | 0.789 | 0.766 | 0.781 | 0.782 | 0.811 | 0.764 | 0.055 | 7.2 | 76.4 |
| 联苯胺 | ND | 0.634 | 0.771 | 0.740 | 0.789 | 0.790 | 0.697 | 0.737 | 0.062 | 8.3 | 73.7 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.835 | 0.811 | 0.789 | 0.798 | 0.845 | 0.877 | 0.825 | 0.033 | 4.0 | 82.5 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.736 | 0.719 | 0.676 | 0.741 | 0.746 | 0.645 | 0.711 | 0.041 | 5.8 | 71.1 |

表 31 土壤加标 10.0 mg/kg 的精密度和正确度测定结果

| 化合物 | 样品 (mg/kg) | 加标样品 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准偏 差 (%) | 加标回收 率 (%) |
|-------------|---------------|--------------|------|------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|---------------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | | |
| 苯胺 | ND | 8.74 | 6.55 | 8.04 | 8.43 | 8.18 | 8.14 | 8.01 | 0.758 | 9.5 | 80.1 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 6.69 | 6.75 | 6.73 | 5.37 | 6.92 | 7.05 | 6.59 | 0.611 | 9.3 | 65.9 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 8.48 | 8.56 | 8.54 | 6.81 | 8.78 | 8.95 | 8.35 | 0.775 | 9.3 | 83.5 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 9.23 | 7.05 | 8.70 | 8.97 | 8.80 | 8.73 | 8.58 | 0.773 | 9.0 | 85.8 |
| 2-氯苯胺 | ND | 9.05 | 8.03 | 8.87 | 9.12 | 8.86 | 9.25 | 8.86 | 0.434 | 4.9 | 88.6 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 8.74 | 8.76 | 8.90 | 7.08 | 9.07 | 9.18 | 8.62 | 0.776 | 9.0 | 86.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 8.13 | 7.64 | 8.26 | 8.91 | 7.39 | 8.48 | 7.98 | 0.451 | 5.7 | 79.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 9.32 | 7.10 | 8.94 | 9.06 | 8.96 | 8.94 | 8.72 | 0.807 | 9.2 | 87.2 |
| 3-氯苯胺 | ND | 9.08 | 7.00 | 8.94 | 9.07 | 8.97 | 8.87 | 8.66 | 0.814 | 9.4 | 86.6 |
| 4-氯苯胺 | ND | 9.67 | 7.41 | 9.18 | 9.43 | 9.27 | 9.09 | 9.01 | 0.808 | 9.0 | 90.1 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 9.25 | 8.12 | 9.08 | 9.12 | 9.89 | 9.15 | 9.10 | 0.567 | 6.2 | 91.0 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 9.34 | 7.27 | 9.14 | 9.04 | 9.35 | 9.24 | 8.90 | 0.804 | 9.0 | 89.0 |
| 1-萘胺 | ND | 9.23 | 8.11 | 9.36 | 9.09 | 9.13 | 8.87 | 8.97 | 0.449 | 5.0 | 89.7 |
| 2-萘胺 | ND | 9.41 | 7.44 | 9.29 | 9.12 | 9.26 | 9.26 | 8.96 | 0.753 | 8.4 | 89.6 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 10.00 | 7.54 | 9.46 | 9.80 | 9.56 | 9.46 | 9.30 | 0.890 | 9.6 | 93.0 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 9.58 | 9.01 | 9.89 | 10.12 | 9.98 | 10.23 | 9.80 | 0.447 | 4.6 | 98.0 |
| 联苯胺 | ND | 10.28 | 8.37 | 9.85 | 10.09 | 10.08 | 10.11 | 9.80 | 0.711 | 7.3 | 98.0 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 9.54 | 8.53 | 9.01 | 9.87 | 9.00 | 8.98 | 9.16 | 0.474 | 5.2 | 91.6 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 9.29 | 7.33 | 8.54 | 9.36 | 8.99 | 8.82 | 8.72 | 0.746 | 8.6 | 87.2 |

表 32 湖泊沉积物加标 1.0 mg/kg 的精密度和正确度测定结果

| 化合物 | 样品 (mg/kg) | 加标样品 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准偏 差 (%) | 加标回收 率 (%) |
|-------------|---------------|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|---------------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | | |
| 苯胺 | ND | 0.652 | 0.633 | 0.657 | 0.587 | 0.648 | 0.658 | 0.639 | 0.027 | 4.3 | 63.9 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.655 | 0.593 | 0.635 | 0.606 | 0.589 | 0.598 | 0.612 | 0.026 | 4.3 | 61.2 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.632 | 0.631 | 0.681 | 0.561 | 0.586 | 0.642 | 0.622 | 0.043 | 6.8 | 62.2 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.616 | 0.609 | 0.620 | 0.555 | 0.612 | 0.626 | 0.606 | 0.026 | 4.3 | 60.6 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.776 | 0.753 | 0.767 | 0.789 | 0.767 | 0.812 | 0.777 | 0.021 | 2.7 | 77.7 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.609 | 0.598 | 0.553 | 0.632 | 0.610 | 0.620 | 0.604 | 0.027 | 4.5 | 60.4 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.613 | 0.621 | 0.556 | 0.633 | 0.617 | 0.629 | 0.612 | 0.028 | 4.6 | 61.2 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.698 | 0.675 | 0.699 | 0.620 | 0.697 | 0.697 | 0.681 | 0.031 | 4.6 | 68.1 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.781 | 0.764 | 0.788 | 0.696 | 0.781 | 0.809 | 0.770 | 0.039 | 5.1 | 77.0 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.699 | 0.651 | 0.592 | 0.712 | 0.780 | 0.628 | 0.677 | 0.067 | 9.9 | 67.7 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.707 | 0.811 | 0.754 | 0.698 | 0.724 | 0.787 | 0.747 | 0.045 | 6.1 | 74.7 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.659 | 0.706 | 0.722 | 0.674 | 0.700 | 0.706 | 0.695 | 0.023 | 3.4 | 69.5 |
| 1-萘胺 | ND | 0.689 | 0.703 | 0.711 | 0.804 | 0.676 | 0.721 | 0.717 | 0.045 | 6.3 | 71.7 |
| 2-萘胺 | ND | 0.674 | 0.683 | 0.704 | 0.608 | 0.649 | 0.705 | 0.670 | 0.037 | 5.5 | 67.0 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.714 | 0.715 | 0.779 | 0.702 | 0.765 | 0.777 | 0.742 | 0.035 | 4.8 | 74.2 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.723 | 0.709 | 0.788 | 0.734 | 0.754 | 0.801 | 0.751 | 0.037 | 4.9 | 75.1 |
| 联苯胺 | ND | 0.657 | 0.657 | 0.746 | 0.708 | 0.704 | 0.745 | 0.703 | 0.040 | 5.6 | 70.3 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.735 | 0.657 | 0.711 | 0.725 | 0.783 | 0.736 | 0.724 | 0.041 | 5.6 | 72.4 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.635 | 0.687 | 0.720 | 0.750 | 0.794 | 0.724 | 0.718 | 0.054 | 7.5 | 71.8 |

表 33 长江沉积物加标 10.0 mg/kg 的精密度和正确度测定结果

| 化合物 | 样品 (mg/kg) | 加标样品 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准偏 差 (%) | 加标回收 率 (%) |
|-------------|---------------|--------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|---------------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | | |
| 苯胺 | ND | 8.05 | 7.70 | 8.16 | 7.90 | 7.67 | 8.18 | 7.94 | 0.225 | 2.8 | 79.4 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 6.25 | 6.47 | 6.10 | 6.63 | 6.19 | 6.45 | 6.35 | 0.200 | 3.2 | 63.5 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 7.92 | 8.21 | 7.74 | 8.41 | 7.85 | 8.18 | 8.05 | 0.253 | 3.1 | 80.5 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 9.63 | 8.40 | 8.72 | 8.42 | 9.12 | 8.79 | 8.85 | 0.467 | 5.3 | 88.5 |
| 2-氯苯胺 | ND | 8.99 | 8.96 | 9.56 | 8.57 | 8.98 | 9.32 | 9.06 | 0.340 | 3.7 | 90.6 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 8.18 | 8.56 | 8.15 | 8.75 | 8.22 | 8.45 | 8.39 | 0.244 | 2.9 | 83.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 7.97 | 7.98 | 7.65 | 8.14 | 9.70 | 8.89 | 8.47 | 0.823 | 9.7 | 84.7 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 8.52 | 8.69 | 9.01 | 9.48 | 8.60 | 8.88 | 8.86 | 0.352 | 4.0 | 88.6 |
| 3-氯苯胺 | ND | 9.06 | 8.90 | 9.23 | 8.60 | 8.86 | 9.22 | 8.98 | 0.243 | 2.7 | 89.8 |
| 4-氯苯胺 | ND | 9.12 | 8.84 | 9.10 | 8.57 | 9.68 | 8.92 | 9.03 | 0.373 | 4.1 | 90.3 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 9.33 | 9.13 | 9.20 | 8.51 | 9.52 | 9.97 | 9.27 | 0.481 | 5.2 | 92.7 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 9.33 | 9.13 | 9.20 | 8.51 | 9.11 | 9.37 | 9.11 | 0.312 | 3.4 | 91.1 |
| 1-萘胺 | ND | 9.82 | 8.98 | 9.34 | 9.02 | 8.56 | 9.32 | 9.17 | 0.425 | 4.6 | 91.7 |
| 2-萘胺 | ND | 8.82 | 8.82 | 9.36 | 8.67 | 8.83 | 9.30 | 8.97 | 0.288 | 3.2 | 89.7 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 9.39 | 9.20 | 9.34 | 8.70 | 9.04 | 9.37 | 9.17 | 0.265 | 2.9 | 91.7 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 9.76 | 8.89 | 9.21 | 8.65 | 8.91 | 8.69 | 9.02 | 0.414 | 4.6 | 90.2 |
| 联苯胺 | ND | 8.76 | 8.73 | 9.04 | 8.44 | 8.76 | 8.93 | 8.78 | 0.203 | 2.3 | 87.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 8.87 | 8.98 | 9.21 | 8.43 | 9.01 | 9.13 | 8.94 | 0.275 | 3.1 | 89.4 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 8.98 | 9.60 | 8.99 | 8.32 | 9.42 | 8.86 | 9.03 | 0.450 | 5.0 | 90.3 |

表 34 入海河流沉积物加标 20.0 mg/kg 的精密度和正确度测定结果

| 化合物 | 样品 (mg/kg) | 加标样品 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准偏 差 (%) | 加标回收 率 (%) |
|-------------|---------------|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|---------------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | | |
| 苯胺 | ND | 16.38 | 16.11 | 17.31 | 16.23 | 17.98 | 17.14 | 16.86 | 0.737 | 4.4 | 84.3 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 15.74 | 16.51 | 16.19 | 17.07 | 16.71 | 15.67 | 16.32 | 0.552 | 3.4 | 81.5 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 14.89 | 15.87 | 16.73 | 15.31 | 16.12 | 14.80 | 15.62 | 0.755 | 4.8 | 78.1 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 16.96 | 16.60 | 17.91 | 16.74 | 18.43 | 17.58 | 17.37 | 0.723 | 4.2 | 86.9 |
| 2-氯苯胺 | ND | 18.21 | 17.12 | 18.12 | 17.13 | 18.98 | 19.21 | 18.13 | 0.885 | 4.9 | 90.6 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 15.66 | 16.78 | 17.67 | 16.18 | 17.07 | 15.64 | 16.50 | 0.814 | 4.9 | 82.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 16.77 | 17.69 | 15.41 | 18.19 | 17.92 | 16.75 | 17.12 | 1.029 | 6.0 | 85.6 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 17.06 | 16.67 | 18.04 | 16.73 | 18.64 | 17.81 | 17.49 | 0.796 | 4.6 | 87.5 |
| 3-氯苯胺 | ND | 17.27 | 16.98 | 18.36 | 17.07 | 19.23 | 18.26 | 17.86 | 0.897 | 5.0 | 89.3 |
| 4-氯苯胺 | ND | 16.74 | 16.45 | 17.73 | 16.62 | 18.19 | 17.45 | 17.20 | 0.696 | 4.1 | 86.0 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 17.34 | 16.89 | 19.03 | 18.45 | 18.01 | 19.12 | 18.14 | 0.901 | 5.0 | 90.7 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 16.40 | 16.17 | 17.05 | 16.28 | 17.95 | 17.25 | 16.85 | 0.692 | 4.1 | 84.3 |
| 1-萘胺 | ND | 17.12 | 18.45 | 18.12 | 17.98 | 17.45 | 18.23 | 17.89 | 0.505 | 2.8 | 89.5 |
| 2-萘胺 | ND | 16.35 | 15.30 | 17.24 | 15.01 | 17.65 | 16.78 | 16.39 | 1.054 | 6.4 | 82.0 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 16.15 | 15.93 | 16.91 | 15.85 | 18.06 | 16.92 | 16.64 | 0.842 | 5.1 | 83.2 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 15.35 | 17.95 | 16.78 | 17.74 | 17.03 | 18.13 | 17.16 | 1.033 | 6.0 | 85.8 |
| 联苯胺 | ND | 16.22 | 17.12 | 15.98 | 18.01 | 18.03 | 17.56 | 17.15 | 0.885 | 5.2 | 85.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 18.21 | 17.51 | 19.01 | 18.47 | 18.65 | 19.12 | 18.50 | 0.588 | 3.2 | 92.4 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 18.98 | 16.89 | 17.98 | 18.45 | 19.35 | 19.78 | 18.57 | 1.042 | 5.6 | 92.9 |

表 35 pH=4.1 酸性红土加标 1.0 mg/kg 的精密度和正确度测定结果

| 化合物 | 样品 (mg/kg) | 加标样品 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准偏 差 (%) | 加标回收 率 (%) |
|-------------|---------------|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|---------------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | | |
| 苯胺 | ND | 0.726 | 0.766 | 0.747 | 0.690 | 0.735 | 0.894 | 0.760 | 0.071 | 9.3 | 76.0 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.658 | 0.691 | 0.722 | 0.727 | 0.731 | 0.769 | 0.716 | 0.038 | 5.3 | 71.6 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.849 | 0.804 | 0.735 | 0.768 | 0.775 | 0.811 | 0.790 | 0.039 | 5.0 | 79.0 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.806 | 0.813 | 0.740 | 0.843 | 0.721 | 0.766 | 0.782 | 0.047 | 6.0 | 78.2 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.796 | 0.732 | 0.752 | 0.881 | 0.828 | 0.782 | 0.795 | 0.054 | 6.8 | 79.5 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.803 | 0.761 | 0.835 | 0.734 | 0.807 | 0.759 | 0.783 | 0.038 | 4.8 | 78.3 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.821 | 0.846 | 0.711 | 0.798 | 0.767 | 0.753 | 0.783 | 0.049 | 6.3 | 78.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.814 | 0.813 | 0.747 | 0.794 | 0.799 | 0.845 | 0.802 | 0.032 | 4.1 | 80.2 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.758 | 0.887 | 0.760 | 0.713 | 0.726 | 0.810 | 0.775 | 0.064 | 8.2 | 77.5 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.749 | 0.716 | 0.830 | 0.735 | 0.724 | 0.695 | 0.742 | 0.047 | 6.4 | 74.2 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.803 | 0.800 | 0.794 | 0.846 | 0.845 | 0.751 | 0.806 | 0.035 | 4.4 | 80.6 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.899 | 0.802 | 0.810 | 0.782 | 0.805 | 0.786 | 0.814 | 0.043 | 5.3 | 81.4 |
| 1-萘胺 | ND | 0.772 | 0.783 | 0.796 | 0.826 | 0.829 | 0.739 | 0.791 | 0.034 | 4.3 | 79.1 |
| 2-萘胺 | ND | 0.887 | 0.895 | 0.891 | 0.868 | 0.831 | 0.778 | 0.858 | 0.046 | 5.4 | 85.8 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.727 | 0.758 | 0.764 | 0.823 | 0.805 | 0.765 | 0.774 | 0.035 | 4.5 | 77.4 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.758 | 0.730 | 0.877 | 0.787 | 0.843 | 0.738 | 0.789 | 0.059 | 7.5 | 78.9 |
| 联苯胺 | ND | 0.726 | 0.738 | 0.843 | 0.833 | 0.732 | 0.710 | 0.764 | 0.059 | 7.7 | 76.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.723 | 0.755 | 0.771 | 0.823 | 0.727 | 0.715 | 0.753 | 0.041 | 5.4 | 75.3 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.816 | 0.838 | 0.756 | 0.855 | 0.739 | 0.783 | 0.798 | 0.046 | 5.8 | 79.8 |

表 36 pH=5.7 酸性红土加标 1.0 mg/kg 的精密度和正确度测定结果

| 化合物 | 样品 (mg/kg) | 加标样品 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准偏 差 (%) | 加标回收 率 (%) |
|-------------|---------------|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|---------------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | | |
| 苯胺 | ND | 0.686 | 0.771 | 0.789 | 0.670 | 0.717 | 0.647 | 0.714 | 0.057 | 8.0 | 71.4 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.753 | 0.672 | 0.757 | 0.711 | 0.733 | 0.711 | 0.723 | 0.032 | 4.4 | 72.3 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.703 | 0.740 | 0.873 | 0.725 | 0.730 | 0.715 | 0.748 | 0.063 | 8.4 | 74.8 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.780 | 0.846 | 0.781 | 0.711 | 0.775 | 0.817 | 0.785 | 0.046 | 5.8 | 78.5 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.766 | 0.748 | 0.827 | 0.862 | 0.873 | 0.810 | 0.814 | 0.050 | 6.2 | 81.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.757 | 0.825 | 0.815 | 0.759 | 0.816 | 0.804 | 0.796 | 0.030 | 3.8 | 79.6 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.750 | 0.761 | 0.813 | 0.755 | 0.685 | 0.822 | 0.764 | 0.050 | 6.5 | 76.4 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.743 | 0.790 | 0.899 | 0.743 | 0.770 | 0.766 | 0.785 | 0.059 | 7.5 | 78.5 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.828 | 0.826 | 0.832 | 0.750 | 0.746 | 0.698 | 0.780 | 0.056 | 7.2 | 78.0 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.691 | 0.706 | 0.777 | 0.749 | 0.737 | 0.775 | 0.739 | 0.035 | 4.8 | 73.9 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.762 | 0.781 | 0.825 | 0.796 | 0.772 | 0.789 | 0.787 | 0.022 | 2.8 | 78.7 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.867 | 0.731 | 0.825 | 0.825 | 0.751 | 0.813 | 0.802 | 0.051 | 6.4 | 80.2 |
| 1-萘胺 | ND | 0.746 | 0.701 | 0.716 | 0.753 | 0.754 | 0.760 | 0.738 | 0.024 | 3.2 | 73.8 |
| 2-萘胺 | ND | 0.771 | 0.720 | 0.724 | 0.788 | 0.786 | 0.787 | 0.763 | 0.032 | 4.2 | 76.3 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.762 | 0.831 | 0.790 | 0.808 | 0.696 | 0.731 | 0.770 | 0.050 | 6.5 | 77.0 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.738 | 0.742 | 0.750 | 0.779 | 0.682 | 0.777 | 0.745 | 0.035 | 4.7 | 74.5 |
| 联苯胺 | ND | 0.686 | 0.783 | 0.738 | 0.841 | 0.944 | 0.761 | 0.792 | 0.090 | 11.4 | 79.2 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.732 | 0.729 | 0.806 | 0.721 | 0.879 | 0.816 | 0.781 | 0.064 | 8.1 | 78.1 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.755 | 0.786 | 0.727 | 0.860 | 0.695 | 0.668 | 0.749 | 0.069 | 9.2 | 74.9 |

表 37 有证质控样品测试数据

| 化合物名称 | 测定值 1 ($\mu\text{g}/\text{kg}$) | 测定值 2 ($\mu\text{g}/\text{kg}$) | 均值 ($\mu\text{g}/\text{kg}$) | 质控样中心值 ($\mu\text{g}/\text{kg}$) | 质控样范围 ($\mu\text{g}/\text{kg}$) |
|------------|--------------------------------------|--------------------------------------|-----------------------------------|---------------------------------------|--------------------------------------|
| 苯胺 | 325 | 307 | 316 | 393 | 255~511 |
| 4-甲基苯胺 | 431 | 370 | 401 | 463 | 301~602 |
| 2-甲基苯胺 | 1023 | 1062 | 1043 | 1180 | 765~1530 |
| 3-甲基苯胺 | 436 | 427 | 431 | 548 | 356~712 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 767 | 751 | 759 | 848 | 551~1100 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 1687 | 1654 | 1670 | 1830 | 1190~2380 |
| 2-甲氧基苯胺 | 633 | 625 | 629 | 709 | 461~922 |
| 3-氯苯胺 | 1186 | 1201 | 1193 | 1210 | 784~1570 |
| 4-氯苯胺 | 662 | 639 | 650 | 731 | 475~950 |
| 3-硝基苯胺 | 552 | 566 | 559 | 760 | 494~988 |
| 2-萘胺 | 300 | 336 | 318 | 444 | 288~577 |
| 4-硝基苯胺 | 1725 | 1775 | 1750 | 1680 | 1090~2180 |
| 联苯胺 | 712 | 793 | 753 | 953 | 619~1240 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 455 | 442 | 449 | 601 | 390~781 |

注：质控样品牌：ERA；批号：093CN15

5.7 结果表示

测定结果最多保留 3 位有效数字，小数点后位数与方法检出限一致。

6 方法比对

根据 HJ 168-2020 的要求在实验室内开展与已发标准《土壤和沉积物 13 种苯胺类和 2 种联苯胺类化合物的测定 液相色谱—三重四极杆质谱法》(HJ 1210-2021) 的方法比对工作，验证与现行方法的可比性。选择了苏州市企业周边土壤实际样品和河流底质沉积物实际样品进行方法比对试验，由于目标组分在上述 2 种实际样品中没有检出，因此选择添加标准物质的方式进行，加标浓度分别为 1.00 mg/kg 和 10.0 mg/kg。试验结果见表 38-41。根据计算结果，双侧检验 $P > \alpha$ (显著性水平) = 0.05，本方法在土壤和沉积物中的检测与《土壤和沉积物 13 种苯胺类和 2 种联苯胺类化合物的测定 液相色谱—三重四极杆质谱法》(HJ 1210-2021) 没有显著性差异。

表 38 土壤样品加标浓度 1.00 mg/kg 方法比对结果 (mg/kg)

| 化合物名称 | 样本数量 (n) | 本方法测定值 (A) | 比对方法测定值 (B) | 配对差值 ($d=A-B$) | P 值 |
|-------|--------------|----------------|-----------------|------------------|------|
| 苯胺 | 1 | 0.70 | 1.00 | -0.30 | 0.06 |
| | 2 | 0.83 | 0.75 | 0.08 | |
| | 3 | 0.74 | 0.95 | -0.21 | |

| 化合物名称 | 样本数量 (n) | 本方法测定值 (A) | 比对方法测定值 (B) | 配对差值 (d=A-B) | P 值 |
|-----------|----------|------------|-------------|--------------|------|
| | 4 | 0.92 | 0.85 | 0.07 | |
| | 5 | 0.69 | 0.90 | -0.21 | |
| | 6 | 0.75 | 0.75 | 0.00 | |
| | 7 | 0.70 | 0.85 | -0.15 | |
| 4-甲基苯胺 | 1 | 0.64 | 0.80 | -0.16 | 0.10 |
| | 2 | 0.76 | 0.65 | 0.11 | |
| | 3 | 0.67 | 0.80 | -0.13 | |
| | 4 | 0.83 | 0.85 | -0.02 | |
| | 5 | 0.64 | 0.70 | -0.06 | |
| | 6 | 0.69 | 0.75 | -0.06 | |
| | 7 | 0.64 | 0.80 | -0.16 | |
| 2-甲基苯胺 | 1 | 0.70 | 0.75 | -0.05 | 0.48 |
| | 2 | 0.83 | 0.65 | 0.18 | |
| | 3 | 0.75 | 0.85 | -0.10 | |
| | 4 | 0.91 | 0.75 | 0.16 | |
| | 5 | 0.68 | 0.75 | -0.07 | |
| | 6 | 0.74 | 0.65 | 0.09 | |
| | 7 | 0.70 | 0.70 | 0.00 | |
| 3-甲基苯胺 | 1 | 0.73 | 0.85 | -0.12 | 0.29 |
| | 2 | 0.87 | 0.85 | 0.02 | |
| | 3 | 0.78 | 0.80 | -0.02 | |
| | 4 | 0.96 | 0.75 | 0.21 | |
| | 5 | 0.71 | 0.85 | -0.14 | |
| | 6 | 0.79 | 1.00 | -0.21 | |
| | 7 | 0.70 | 0.80 | -0.10 | |
| 2,4-二甲基苯胺 | 1 | 0.71 | 0.90 | -0.19 | 0.07 |
| | 2 | 0.84 | 0.70 | 0.14 | |
| | 3 | 0.75 | 0.95 | -0.20 | |
| | 4 | 0.92 | 0.90 | 0.02 | |
| | 5 | 0.70 | 0.95 | -0.25 | |
| | 6 | 0.76 | 0.80 | -0.04 | |
| | 7 | 0.71 | 0.85 | -0.14 | |
| 2,6-二甲基苯胺 | 1 | 0.70 | 0.90 | -0.20 | 0.20 |
| | 2 | 0.84 | 0.80 | 0.04 | |
| | 3 | 0.75 | 0.90 | -0.15 | |
| | 4 | 0.92 | 0.90 | 0.02 | |

| 化合物名称 | 样本数量 (n) | 本方法测定值 (A) | 比对方法测定值 (B) | 配对差值 (d=A-B) | P 值 |
|---------|----------|------------|-------------|--------------|------|
| | 5 | 0.69 | 0.95 | -0.26 | |
| | 6 | 0.75 | 0.65 | 0.10 | |
| | 7 | 0.71 | 0.75 | -0.04 | |
| 2-甲氧基苯胺 | 1 | 0.71 | 0.80 | -0.09 | 0.46 |
| | 2 | 0.83 | 0.80 | 0.03 | |
| | 3 | 0.75 | 0.95 | -0.20 | |
| | 4 | 0.92 | 0.70 | 0.22 | |
| | 5 | 0.70 | 0.75 | -0.05 | |
| | 6 | 0.76 | 0.95 | -0.19 | |
| | 7 | 0.71 | 0.70 | 0.01 | |
| 3-氯苯胺 | 1 | 0.69 | 0.90 | -0.21 | 0.39 |
| | 2 | 0.83 | 0.80 | 0.03 | |
| | 3 | 0.73 | 0.90 | -0.17 | |
| | 4 | 0.91 | 0.85 | 0.06 | |
| | 5 | 0.69 | 0.70 | -0.01 | |
| | 6 | 0.75 | 0.65 | 0.10 | |
| | 7 | 0.70 | 0.80 | -0.10 | |
| 4-氯苯胺 | 1 | 0.66 | 0.75 | -0.09 | 0.06 |
| | 2 | 0.80 | 0.75 | 0.05 | |
| | 3 | 0.73 | 0.95 | -0.22 | |
| | 4 | 0.90 | 0.80 | 0.10 | |
| | 5 | 0.68 | 0.90 | -0.22 | |
| | 6 | 0.74 | 0.90 | -0.16 | |
| | 7 | 0.70 | 0.80 | -0.10 | |
| 3-硝基苯胺 | 1 | 0.74 | 0.80 | -0.06 | 0.15 |
| | 2 | 0.90 | 0.65 | 0.25 | |
| | 3 | 0.81 | 0.90 | -0.09 | |
| | 4 | 1.01 | 0.85 | 0.16 | |
| | 5 | 0.76 | 0.75 | 0.01 | |
| | 6 | 0.82 | 0.70 | 0.12 | |
| | 7 | 0.79 | 0.60 | 0.19 | |
| 2-萘胺 | 1 | 0.68 | 1.25 | -0.57 | 0.07 |
| | 2 | 0.81 | 0.85 | -0.04 | |
| | 3 | 0.75 | 0.85 | -0.10 | |
| | 4 | 0.90 | 0.85 | 0.05 | |
| | 5 | 0.69 | 0.85 | -0.16 | |

| 化合物名称 | 样本数量 (n) | 本方法测定值 (A) | 比对方法测定值 (B) | 配对差值 (d=A-B) | P 值 |
|------------|----------|------------|-------------|--------------|------|
| | 6 | 0.74 | 0.75 | -0.01 | |
| | 7 | 0.71 | 0.85 | -0.14 | |
| 4-硝基苯胺 | 1 | 0.73 | 0.95 | -0.22 | 0.79 |
| | 2 | 0.90 | 0.75 | 0.15 | |
| | 3 | 0.82 | 0.90 | -0.08 | |
| | 4 | 1.02 | 0.80 | 0.22 | |
| | 5 | 0.77 | 0.80 | -0.03 | |
| | 6 | 0.82 | 0.75 | 0.07 | |
| | 7 | 0.78 | 0.80 | -0.02 | |
| 联苯胺 | 1 | 0.61 | 0.85 | -0.24 | 0.06 |
| | 2 | 0.72 | 0.59 | 0.13 | |
| | 3 | 0.67 | 0.85 | -0.18 | |
| | 4 | 0.79 | 0.90 | -0.11 | |
| | 5 | 0.62 | 0.80 | -0.18 | |
| | 6 | 0.65 | 0.70 | -0.05 | |
| | 7 | 0.63 | 0.70 | -0.07 | |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 1 | 0.85 | 0.85 | 0.00 | 0.18 |
| | 2 | 1.00 | 0.75 | 0.25 | |
| | 3 | 0.93 | 0.90 | 0.03 | |
| | 4 | 1.11 | 1.05 | 0.06 | |
| | 5 | 0.86 | 0.90 | -0.04 | |
| | 6 | 0.89 | 0.80 | 0.09 | |
| | 7 | 0.89 | 0.75 | 0.14 | |

表 39 土壤样品加标浓度 10.0 mg 方法比对结果 (mg/kg)

| 化合物名称 | 样本数量 (n) | 本方法测定值 (A) | 比对方法测定值 (B) | 配对差值 (d=A-B) | P 值 |
|-------|----------|------------|-------------|--------------|------|
| 苯胺 | 1 | 8.00 | 8.55 | -0.55 | 0.12 |
| | 2 | 9.17 | 7.45 | 1.72 | |
| | 3 | 10.31 | 9.40 | 0.91 | |
| | 4 | 8.47 | 8.85 | -0.38 | |
| | 5 | 9.89 | 8.35 | 1.54 | |
| | 6 | 8.96 | 9.30 | -0.34 | |
| | 7 | 10.03 | 8.00 | 2.03 | |
| 4-甲基苯 | 1 | 7.65 | 10.10 | -2.45 | 0.81 |

| 化合物名称 | 样本数量 (n) | 本方法测定值 (A) | 比对方法测定值 (B) | 配对差值 (d=A-B) | P 值 |
|----------|----------|------------|-------------|--------------|------|
| | 2 | 8.83 | 7.90 | 0.93 | |
| | 3 | 9.92 | 9.45 | 0.47 | |
| | 4 | 8.15 | 9.00 | -0.85 | |
| | 5 | 9.32 | 8.30 | 1.02 | |
| | 6 | 8.56 | 9.25 | -0.69 | |
| | 7 | 9.63 | 8.80 | 0.83 | |
| 2-甲基苯胺 | 1 | 7.92 | 7.65 | 0.27 | 0.07 |
| | 2 | 9.12 | 8.50 | 0.62 | |
| | 3 | 10.13 | 8.85 | 1.28 | |
| | 4 | 8.43 | 9.15 | -0.72 | |
| | 5 | 9.73 | 7.25 | 2.48 | |
| | 6 | 8.85 | 8.10 | 0.75 | |
| | 7 | 9.82 | 8.75 | 1.07 | |
| 3-甲基苯胺 | 1 | 8.11 | 9.20 | -1.09 | 0.84 |
| | 2 | 9.33 | 8.15 | 1.18 | |
| | 3 | 10.47 | 9.95 | 0.52 | |
| | 4 | 8.66 | 10.55 | -1.89 | |
| | 5 | 9.90 | 8.40 | 1.50 | |
| | 6 | 9.10 | 9.25 | -0.15 | |
| | 7 | 10.18 | 9.60 | 0.58 | |
| 2,4-二甲苯胺 | 1 | 8.03 | 7.85 | 0.18 | 0.07 |
| | 2 | 9.22 | 7.50 | 1.72 | |
| | 3 | 10.26 | 9.25 | 1.01 | |
| | 4 | 8.58 | 8.65 | -0.07 | |
| | 5 | 9.82 | 7.25 | 2.57 | |
| | 6 | 8.97 | 8.15 | 0.82 | |
| | 7 | 10.01 | 9.65 | 0.36 | |
| 2,6-二甲苯胺 | 1 | 7.50 | 8.25 | -0.75 | 0.35 |
| | 2 | 8.62 | 6.65 | 1.97 | |
| | 3 | 9.63 | 8.60 | 1.03 | |
| | 4 | 8.01 | 9.20 | -1.19 | |
| | 5 | 9.20 | 8.25 | 0.95 | |
| | 6 | 8.37 | 8.65 | -0.28 | |
| | 7 | 9.29 | 8.20 | 1.09 | |
| 2-甲氧基苯胺 | 1 | 8.04 | 8.70 | -0.66 | 0.37 |
| | 2 | 9.27 | 7.55 | 1.72 | |

| 化合物名称 | 样本数量 (n) | 本方法测定值 (A) | 比对方法测定值 (B) | 配对差值 ($d=A-B$) | P 值 |
|--------|--------------|----------------|-----------------|------------------|------|
| | 3 | 10.33 | 9.25 | 1.08 | |
| | 4 | 8.59 | 10.25 | -1.66 | |
| | 5 | 9.86 | 8.55 | 1.31 | |
| | 6 | 8.92 | 8.80 | 0.12 | |
| | 7 | 10.00 | 9.05 | 0.95 | |
| 3-氯苯胺 | 1 | 8.05 | 10.35 | -2.30 | 0.64 |
| | 2 | 9.30 | 9.65 | -0.35 | |
| | 3 | 10.39 | 9.60 | 0.79 | |
| | 4 | 8.65 | 10.50 | -1.85 | |
| | 5 | 9.80 | 9.55 | 0.25 | |
| | 6 | 9.04 | 7.95 | 1.09 | |
| | 7 | 10.10 | 9.25 | 0.85 | |
| 4-氯苯胺 | 1 | 7.31 | 10.50 | -3.19 | 0.10 |
| | 2 | 8.58 | 8.10 | 0.48 | |
| | 3 | 9.38 | 8.85 | 0.53 | |
| | 4 | 7.82 | 9.35 | -1.53 | |
| | 5 | 8.99 | 8.85 | 0.14 | |
| | 6 | 8.29 | 10.05 | -1.76 | |
| | 7 | 9.05 | 8.90 | 0.15 | |
| 3-硝基苯胺 | 1 | 7.89 | 8.80 | -0.91 | 0.07 |
| | 2 | 9.39 | 7.40 | 1.99 | |
| | 3 | 10.48 | 9.50 | 0.98 | |
| | 4 | 8.73 | 9.05 | -0.32 | |
| | 5 | 10.01 | 8.20 | 1.81 | |
| | 6 | 9.34 | 6.95 | 2.39 | |
| | 7 | 10.23 | 9.05 | 1.18 | |
| 2-萘胺 | 1 | 7.88 | 8.55 | -0.67 | 0.37 |
| | 2 | 8.97 | 7.40 | 1.57 | |
| | 3 | 9.77 | 9.10 | 0.67 | |
| | 4 | 8.52 | 9.60 | -1.08 | |
| | 5 | 9.54 | 8.95 | 0.59 | |
| | 6 | 8.89 | 8.35 | 0.54 | |
| | 7 | 9.49 | 8.75 | 0.74 | |
| 4-硝基苯胺 | 1 | 8.15 | 8.55 | -0.40 | 0.09 |
| | 2 | 9.61 | 6.90 | 2.71 | |
| | 3 | 10.67 | 9.00 | 1.67 | |

| 化合物名称 | 样本数量 (n) | 本方法测定值 (A) | 比对方法测定值 (B) | 配对差值 (d=A-B) | P 值 |
|------------|----------|------------|-------------|--------------|------|
| | 4 | 8.86 | 9.60 | -0.74 | |
| | 5 | 10.15 | 9.45 | 0.70 | |
| | 6 | 9.42 | 8.80 | 0.62 | |
| | 7 | 10.32 | 8.75 | 1.57 | |
| 联苯胺 | 1 | 7.75 | 8.70 | -0.95 | 0.55 |
| | 2 | 8.87 | 8.45 | 0.42 | |
| | 3 | 9.53 | 9.55 | -0.02 | |
| | 4 | 8.28 | 9.35 | -1.07 | |
| | 5 | 9.44 | 7.40 | 2.04 | |
| | 6 | 8.63 | 8.80 | -0.17 | |
| | 7 | 9.08 | 7.65 | 1.43 | |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 1 | 8.03 | 9.70 | -1.67 | 0.75 |
| | 2 | 9.23 | 8.70 | 0.53 | |
| | 3 | 10.10 | 9.05 | 1.05 | |
| | 4 | 8.54 | 9.90 | -1.36 | |
| | 5 | 9.79 | 7.65 | 2.14 | |
| | 6 | 9.16 | 9.45 | -0.29 | |
| | 7 | 9.77 | 9.25 | 0.52 | |

表 40 沉积物样品加标浓度 1.00 mg/kg 方法比对结果 (mg/kg)

| 化合物名称 | 样本数量 (n) | 本方法测定值 (A) | 比对方法测定值 (B) | 配对差值 (d=A-B) | P 值 |
|--------|----------|------------|-------------|--------------|------|
| 苯胺 | 1 | 0.61 | 0.85 | -0.24 | 0.08 |
| | 2 | 0.89 | 0.95 | -0.06 | |
| | 3 | 0.85 | 0.90 | -0.05 | |
| | 4 | 0.69 | 0.90 | -0.21 | |
| | 5 | 0.70 | 0.75 | -0.05 | |
| | 6 | 0.79 | 0.90 | -0.11 | |
| | 7 | 0.71 | 0.75 | -0.04 | |
| 4-甲基苯胺 | 1 | 0.55 | 0.70 | -0.15 | 0.06 |
| | 2 | 0.82 | 0.90 | -0.08 | |
| | 3 | 0.78 | 0.80 | -0.02 | |
| | 4 | 0.62 | 0.95 | -0.33 | |
| | 5 | 0.64 | 0.75 | -0.11 | |
| | 6 | 0.71 | 0.70 | 0.01 | |

| 化合物名称 | 样本数量 (n) | 本方法测定值 (A) | 比对方方法测定值 (B) | 配对差值 (d=A-B) | P 值 |
|-----------|----------|------------|--------------|--------------|------|
| | 7 | 0.66 | 0.75 | -0.09 | |
| 2-甲基苯胺 | 1 | 0.62 | 0.75 | -0.13 | 0.39 |
| | 2 | 0.89 | 0.90 | -0.01 | |
| | 3 | 0.86 | 0.75 | 0.11 | |
| | 4 | 0.69 | 0.95 | -0.26 | |
| | 5 | 0.71 | 0.75 | -0.04 | |
| | 6 | 0.80 | 0.80 | 0.00 | |
| | 7 | 0.71 | 0.70 | 0.01 | |
| 3-甲基苯胺 | 1 | 0.63 | 0.80 | -0.17 | 0.42 |
| | 2 | 0.94 | 1.05 | -0.11 | |
| | 3 | 0.89 | 0.90 | -0.01 | |
| | 4 | 0.71 | 0.80 | -0.09 | |
| | 5 | 0.74 | 0.80 | -0.06 | |
| | 6 | 0.83 | 0.85 | -0.02 | |
| | 7 | 0.75 | 0.65 | 0.10 | |
| 2,4-二甲基苯胺 | 1 | 0.61 | 0.70 | -0.09 | 0.28 |
| | 2 | 0.90 | 0.95 | -0.05 | |
| | 3 | 0.86 | 0.90 | -0.04 | |
| | 4 | 0.69 | 0.80 | -0.11 | |
| | 5 | 0.71 | 0.80 | -0.09 | |
| | 6 | 0.79 | 0.95 | -0.16 | |
| | 7 | 0.72 | 0.65 | 0.07 | |
| 2,6-二甲基苯胺 | 1 | 0.61 | 0.80 | -0.19 | 0.22 |
| | 2 | 0.89 | 0.90 | -0.01 | |
| | 3 | 0.85 | 0.80 | 0.05 | |
| | 4 | 0.69 | 1.00 | -0.31 | |
| | 5 | 0.71 | 0.70 | 0.01 | |
| | 6 | 0.80 | 0.80 | 0.00 | |
| | 7 | 0.72 | 0.75 | -0.03 | |
| 2-甲氧基苯胺 | 1 | 0.61 | 0.80 | -0.19 | 0.08 |
| | 2 | 0.90 | 0.95 | -0.05 | |
| | 3 | 0.86 | 0.95 | -0.09 | |
| | 4 | 0.68 | 0.75 | -0.07 | |
| | 5 | 0.70 | 0.85 | -0.15 | |
| | 6 | 0.79 | 0.90 | -0.11 | |
| | 7 | 0.71 | 0.75 | -0.04 | |

| 化合物名称 | 样本数量 (n) | 本方法测定值 (A) | 比方法测定值 (B) | 配对差值 (d=A-B) | P 值 |
|--------|----------|------------|------------|--------------|------|
| 3-氯苯胺 | 1 | 0.62 | 0.65 | -0.03 | 0.98 |
| | 2 | 0.91 | 0.85 | 0.06 | |
| | 3 | 0.86 | 0.70 | 0.16 | |
| | 4 | 0.69 | 0.85 | -0.16 | |
| | 5 | 0.71 | 0.75 | -0.04 | |
| | 6 | 0.80 | 0.75 | 0.05 | |
| | 7 | 0.72 | 0.75 | -0.03 | |
| 4-氯苯胺 | 1 | 0.63 | 0.80 | -0.17 | 0.10 |
| | 2 | 0.89 | 0.95 | -0.06 | |
| | 3 | 0.85 | 0.85 | 0.00 | |
| | 4 | 0.67 | 0.70 | -0.03 | |
| | 5 | 0.69 | 0.80 | -0.11 | |
| | 6 | 0.79 | 0.90 | -0.11 | |
| | 7 | 0.67 | 0.80 | -0.13 | |
| 3-硝基苯胺 | 1 | 0.69 | 0.65 | 0.04 | 0.81 |
| | 2 | 0.97 | 1.05 | -0.08 | |
| | 3 | 0.94 | 0.80 | 0.14 | |
| | 4 | 0.74 | 0.85 | -0.11 | |
| | 5 | 0.76 | 0.75 | 0.01 | |
| | 6 | 0.87 | 0.80 | 0.07 | |
| | 7 | 0.74 | 0.70 | 0.04 | |
| 2-萘胺 | 1 | 0.62 | 0.75 | -0.13 | 0.20 |
| | 2 | 0.89 | 0.95 | -0.06 | |
| | 3 | 0.85 | 0.80 | 0.05 | |
| | 4 | 0.67 | 0.90 | -0.23 | |
| | 5 | 0.71 | 0.65 | 0.06 | |
| | 6 | 0.78 | 0.95 | -0.17 | |
| | 7 | 0.68 | 0.75 | -0.07 | |
| 4-硝基苯胺 | 1 | 0.68 | 0.75 | -0.07 | 0.78 |
| | 2 | 0.99 | 0.85 | 0.14 | |
| | 3 | 0.94 | 0.75 | 0.19 | |
| | 4 | 0.73 | 1.00 | -0.27 | |
| | 5 | 0.77 | 0.70 | 0.07 | |
| | 6 | 0.87 | 0.80 | 0.07 | |
| | 7 | 0.74 | 0.75 | -0.01 | |
| 联苯胺 | 1 | 0.56 | 0.75 | -0.19 | 0.07 |

| 化合物名称 | 样本数量 (n) | 本方法测定值 (A) | 比对方方法测定值 (B) | 配对差值 (d=A-B) | P 值 |
|------------|----------|------------|--------------|--------------|------|
| | 2 | 0.80 | 0.90 | -0.10 | |
| | 3 | 0.76 | 0.80 | -0.04 | |
| | 4 | 0.59 | 0.65 | -0.06 | |
| | 5 | 0.62 | 0.70 | -0.08 | |
| | 6 | 0.70 | 0.80 | -0.10 | |
| | 7 | 0.60 | 0.70 | -0.10 | |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 1 | 0.76 | 0.85 | -0.09 | 0.76 |
| | 2 | 1.09 | 1.05 | 0.04 | |
| | 3 | 1.03 | 0.85 | 0.18 | |
| | 4 | 0.80 | 0.95 | -0.15 | |
| | 5 | 0.84 | 0.75 | 0.09 | |
| | 6 | 0.97 | 0.90 | 0.07 | |
| | 7 | 0.80 | 0.80 | 0.00 | |

表 41 沉积物样品加标浓度 10.0 mg/kg 方法比对结果 (mg/kg)

| 化合物名称 | 样本数量 (n) | 本方法测定值 (A) | 比对方方法测定值 (B) | 配对差值 (d=A-B) | P 值 |
|--------|----------|------------|--------------|--------------|------|
| 苯胺 | 1 | 9.21 | 9.80 | -0.59 | 0.13 |
| | 2 | 10.21 | 10.80 | -0.59 | |
| | 3 | 8.64 | 10.25 | -1.61 | |
| | 4 | 8.61 | 8.45 | 0.16 | |
| | 5 | 8.05 | 9.75 | -1.70 | |
| | 6 | 8.83 | 10.85 | -2.02 | |
| | 7 | 9.79 | 8.65 | 1.14 | |
| 4-甲基苯胺 | 1 | 8.80 | 8.60 | 0.20 | 0.08 |
| | 2 | 9.77 | 10.20 | -0.43 | |
| | 3 | 8.30 | 10.00 | -1.70 | |
| | 4 | 8.24 | 8.85 | -0.61 | |
| | 5 | 7.78 | 9.30 | -1.52 | |
| | 6 | 8.44 | 11.40 | -2.96 | |
| | 7 | 9.40 | 8.75 | 0.65 | |
| 2-甲基苯胺 | 1 | 9.10 | 10.20 | -1.10 | 0.68 |
| | 2 | 10.10 | 9.70 | 0.40 | |
| | 3 | 8.55 | 8.75 | -0.20 | |
| | 4 | 8.51 | 8.75 | -0.24 | |

| 化合物名称 | 样本数量 (n) | 本方法测定值 (A) | 比对方方法测定值 (B) | 配对差值 (d=A-B) | P 值 |
|-----------|----------|------------|--------------|--------------|------|
| | 5 | 8.07 | 9.30 | -1.23 | |
| | 6 | 8.72 | 9.70 | -0.98 | |
| | 7 | 9.72 | 7.65 | 2.07 | |
| 3-甲基苯胺 | 1 | 9.33 | 9.60 | -0.27 | 0.57 |
| | 2 | 10.33 | 10.35 | -0.02 | |
| | 3 | 8.83 | 8.90 | -0.07 | |
| | 4 | 8.75 | 8.20 | 0.55 | |
| | 5 | 8.34 | 8.25 | 0.09 | |
| | 6 | 9.02 | 9.25 | -0.23 | |
| | 7 | 10.00 | 8.40 | 1.60 | |
| 2,4-二甲基苯胺 | 1 | 9.22 | 9.55 | -0.33 | 0.51 |
| | 2 | 10.26 | 9.70 | 0.56 | |
| | 3 | 8.71 | 8.85 | -0.14 | |
| | 4 | 8.69 | 8.50 | 0.19 | |
| | 5 | 8.15 | 8.75 | -0.60 | |
| | 6 | 8.88 | 9.30 | -0.42 | |
| | 7 | 9.82 | 6.90 | 2.92 | |
| 2,6-二甲基苯胺 | 1 | 8.63 | 8.85 | -0.22 | 0.06 |
| | 2 | 9.60 | 9.65 | -0.05 | |
| | 3 | 8.13 | 10.45 | -2.32 | |
| | 4 | 8.08 | 8.70 | -0.62 | |
| | 5 | 7.62 | 8.45 | -0.83 | |
| | 6 | 8.31 | 10.25 | -1.94 | |
| | 7 | 9.23 | 9.10 | 0.13 | |
| 2-甲氧基苯胺 | 1 | 9.25 | 9.10 | 0.15 | 0.72 |
| | 2 | 10.23 | 10.20 | 0.03 | |
| | 3 | 8.70 | 9.50 | -0.80 | |
| | 4 | 8.58 | 8.75 | -0.17 | |
| | 5 | 8.11 | 9.15 | -1.04 | |
| | 6 | 8.83 | 9.95 | -1.12 | |
| | 7 | 9.75 | 7.85 | 1.90 | |
| 3-氯苯胺 | 1 | 9.29 | 7.85 | 1.44 | 0.12 |
| | 2 | 10.37 | 8.90 | 1.47 | |
| | 3 | 8.77 | 8.40 | 0.37 | |
| | 4 | 8.68 | 8.40 | 0.28 | |
| | 5 | 8.14 | 8.45 | -0.31 | |

| 化合物名称 | 样本数量 (n) | 本方法测定值 (A) | 比对方方法测定值 (B) | 配对差值 (d=A-B) | P 值 |
|--------|----------|------------|--------------|--------------|------|
| | 6 | 8.90 | 9.75 | -0.85 | |
| | 7 | 9.91 | 7.75 | 2.16 | |
| 4-氯苯胺 | 1 | 8.61 | 8.85 | -0.24 | 0.06 |
| | 2 | 9.06 | 10.40 | -1.34 | |
| | 3 | 8.03 | 9.25 | -1.22 | |
| | 4 | 7.87 | 8.95 | -1.08 | |
| | 5 | 7.58 | 9.50 | -1.92 | |
| | 6 | 8.06 | 7.75 | 0.31 | |
| | 7 | 8.51 | 8.45 | 0.06 | |
| 3-硝基苯胺 | 1 | 9.60 | 7.70 | 1.90 | 0.23 |
| | 2 | 10.06 | 9.75 | 0.31 | |
| | 3 | 9.06 | 8.35 | 0.71 | |
| | 4 | 8.78 | 8.35 | 0.43 | |
| | 5 | 8.45 | 8.55 | -0.10 | |
| | 6 | 9.05 | 10.35 | -1.30 | |
| | 7 | 9.55 | 7.50 | 2.05 | |
| 2-萘胺 | 1 | 9.00 | 10.25 | -1.25 | 0.19 |
| | 2 | 9.43 | 9.30 | 0.13 | |
| | 3 | 8.38 | 8.85 | -0.47 | |
| | 4 | 8.67 | 8.70 | -0.03 | |
| | 5 | 8.06 | 9.70 | -1.64 | |
| | 6 | 8.58 | 9.65 | -1.07 | |
| | 7 | 9.20 | 8.10 | 1.10 | |
| 4-硝基苯胺 | 1 | 9.63 | 8.65 | 0.98 | 0.23 |
| | 2 | 10.20 | 9.85 | 0.35 | |
| | 3 | 9.18 | 9.30 | -0.12 | |
| | 4 | 8.90 | 8.55 | 0.35 | |
| | 5 | 8.56 | 7.85 | 0.71 | |
| | 6 | 9.20 | 9.75 | -0.55 | |
| | 7 | 9.69 | 8.25 | 1.44 | |
| 联苯胺 | 1 | 8.78 | 8.70 | 0.08 | 0.42 |
| | 2 | 9.35 | 8.95 | 0.40 | |
| | 3 | 8.53 | 8.95 | -0.42 | |
| | 4 | 8.33 | 8.70 | -0.37 | |
| | 5 | 7.87 | 8.70 | -0.83 | |
| | 6 | 8.47 | 10.40 | -1.93 | |

| 化合物名称 | 样本数量 (n) | 本方法测定值 (A) | 比对方法测定值 (B) | 配对差值 (d=A-B) | P 值 |
|------------|----------|------------|-------------|--------------|------|
| | 7 | 9.00 | 7.90 | 1.10 | |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 1 | 9.19 | 8.25 | 0.94 | 0.06 |
| | 2 | 9.54 | 8.15 | 1.39 | |
| | 3 | 8.90 | 7.70 | 1.20 | |
| | 4 | 8.59 | 7.80 | 0.79 | |
| | 5 | 8.14 | 8.25 | -0.11 | |
| | 6 | 8.74 | 9.25 | -0.51 | |
| | 7 | 9.35 | 8.90 | 0.45 | |

7 方法验证

7.1 方法验证方案

7.1.1 验证实验室和验证人员

选择 6 家有资质的实验室进行方法验证。6 家参与方法验证的实验室分别为：1.天津市生态环境监测中心，2.山东省生态环境监测中心，3.江苏省淮安环境监测中心，4.江苏康达环境检测技术有限公司，5.广东实朴检测服务有限公司，6.西藏自治区生态环境监测中心，在区域和水平上有代表性，以上实验室分析人员均具有中等以上操作水平和实验经验，见表 42。各实验室均具备本标准测定的仪器设备，仪器设备包含应用较为广泛的各种厂家生产的仪器品牌，实验室配备的仪器设备情况见表 43，使用的主要试剂见表 44。

表 42 参与方法验证的实验室、验证人员的基本情况

| 验证单位 | 姓名 | 性别 | 年龄 | 职务或职称 | 所学专业 | 参加分析工作年限 |
|----------------|------|----|----|-------|------|----------|
| 天津市生态环境监测中心 | 崔连喜 | 男 | 35 | 工程师 | 环境科学 | 10 年 |
| | 王艳丽 | 女 | 41 | 高级工程师 | 环境科学 | 15 年 |
| 山东省生态环境监测中心 | 李琳 | 女 | 38 | 工程师 | 分析化学 | 12 年 |
| | 李红莉 | 女 | 53 | 研究员 | 环境工程 | 28 年 |
| 江苏省淮安环境监测中心 | 高德亮 | 男 | 31 | 助理工程师 | 环境科学 | 5 年 |
| | 彭鹏 | 女 | 39 | 高级工程师 | 环境工程 | 17 年 |
| | 王芳 | 女 | 42 | 高级工程师 | 土壤学 | 13 年 |
| 江苏康达环境检测技术有限公司 | 高晨 | 女 | 33 | 工程师 | 环境工程 | 10 年 |
| | 周荣 | 男 | 29 | 工程师 | 化学 | 3 年 |
| 广东实朴检测服务有限公司 | 张大为 | 男 | 39 | 技术总监 | 应用化学 | 17 年 |
| | 韩瑾 | 女 | 33 | 技术负责人 | 材料工程 | 9 年 |
| | 胡然 | 女 | 29 | 高级分析师 | 环境工程 | 7 年 |
| 西藏自治区生态环境监测中心 | 索娜卓嘎 | 女 | 38 | 工程师 | 化学 | 10 年 |

表 43 参与方法验证的实验室使用仪器情况

| 编号 | 验证单位 | 仪器名称 | 规格型号 | 仪器出厂编号 | 性能状况 |
|----|----------------|------------|------------------------|---------------------------|------|
| 1 | 天津市生态环境监测中心 | 气相色谱-质谱联用仪 | Agilent 7890B/5977B | CN19223058/US1925R041 | 良好 |
| 2 | 山东省生态环境监测中心 | 气相色谱-质谱联用仪 | 岛津 GCMS-QPGCMS-2020 | O21425602282SA | 良好 |
| 3 | 江苏省淮安环境监测中心 | 气相色谱-质谱联用仪 | Agilent 7890B/5977B | CN18183066/ US1802M020 | 良好 |
| 4 | 江苏康达环境检测技术有限公司 | 气相色谱-质谱联用仪 | 岛津 GCMS-QP2020NX | O21745801693SA | 良好 |
| 5 | 广东实朴检测服务有限公司 | 气相色谱-质谱联用仪 | Agilent 7890B/5977B | CN18203069 US1819M019 | 良好 |
| 6 | 西藏自治区生态环境监测中心 | 气相色谱-质谱联用仪 | Agilent 7890A/5975C | CN11211110/US11192176 | 良好 |

表 44 方法验证实验室使用试剂及溶剂情况

| 名称 | 生产厂家、规格 | 纯化处理方法 | 验证单位 |
|-------|-----------------|-----------------------------------|-------------|
| 乙酸乙酯 | 迪马科技色谱纯 | 无 | 天津市生态环境监测中心 |
| 二氯甲烷 | 迪马科技色谱纯 | 无 | |
| 亚硫酸钠 | 天津市光复科技分析纯 | 无 | |
| 氯化钠 | 天津市光复科技分析纯 | 在 400℃下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 氢氧化钠 | 优级纯 | 无 | |
| 无水硫酸钠 | 天津市光复科技分析纯 | 在 400℃下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 乙酸乙酯 | LiChrosolv 色谱纯 | 无 | 山东省生态环境监测中心 |
| 二氯甲烷 | CNW 色谱纯 | 无 | |
| 亚硫酸钠 | 沪试分析纯 | 无 | |
| 氯化钠 | 国药集团化学试剂有限公司分析纯 | 在 400℃下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 氢氧化钠 | 沪试分析纯 | 无 | |
| 无水硫酸钠 | 沪试分析纯 | 在 400℃下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 乙酸乙酯 | CNW HPLC 级 | 无 | 江苏省淮安环境监 |

| 名称 | 生产厂家、规格 | 纯化处理方法 | 验证单位 |
|-------|-----------------|------------------------------------|--------------|
| 二氯甲烷 | 默克股份两合公司 HPLC 级 | 无 | 测中心 |
| 亚硫酸钠 | 国药集团化学试剂有限公司分析纯 | 无 | |
| 氯化钠 | 国药集团化学试剂有限公司分析纯 | 在 400℃ 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 氢氧化钠 | 永华化学股份有限公司优级纯 | 优级纯 | |
| 无水硫酸钠 | 国药集团化学试剂有限公司分析纯 | 在 400℃ 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 乙酸乙酯 | 永华 HPLC | 无 | |
| 二氯甲烷 | 上海星可 HPLC | 无 | |
| 亚硫酸钠 | 科密欧分析纯 | 无 | |
| 氯化钠 | 科密欧分析纯 | 在 400℃ 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 氢氧化钠 | 科密欧分析纯 | 无 | |
| 无水硫酸钠 | 科密欧分析纯 | 在 400℃ 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | 广东实朴检测服务有限公司 |
| 乙酸乙酯 | 国达农残级 | 无 | |
| 二氯甲烷 | 弗竟农残级 | 无 | |
| 亚硫酸钠 | 国药优级纯 | 无 | |
| 氯化钠 | 国药优级纯 | 在 400℃ 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 氢氧化钠 | 国药优级纯 | 无 | |
| 无水硫酸钠 | 国药优级纯 | 在 400℃ 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 乙酸乙酯 | 安谱色谱纯 | 无 | |
| 二氯甲烷 | 安谱色谱纯 | 无 | |
| 亚硫酸钠 | 安谱色谱纯 | 无 | |
| 氯化钠 | 安谱色谱纯 | 在 400℃ 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 氢氧化钠 | 安谱色谱纯 | 无 | 沪试分析纯 |
| 无水硫酸钠 | 沪试分析纯 | 无 | |

7.1.2 方法验证方案

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2020)的规定,组织6家实验室进行方法验证。根据影响方法的精密度和正确度的主要因素和数理统计学的要求,完善方法验证方案,确定样品类型、含量水平、分析人员、分析设备、分析时间及重复测试次数等,选择了不同地区的土壤样品和不同种类的沉积物样品。编制组采集了西藏自治区土壤(土壤1,壤土)、山西省土壤(土壤2,褐土)、黑龙江省土壤(土壤3,黑土)、江苏省土壤(土壤4,粘土)等土壤样品及海洋沉积物(沉积物1)、长江沉积物(沉积物2)、湖泊沉积物(沉积物3)作为统一土壤和沉积物样品发放给各验证单位,验证单位按要求完成方法验证报告。验证内容包括:

7.1.2.1 标准曲线

移取适量的苯胺类和联苯胺类、替代物标准使用液,用乙酸乙酯-二氯甲烷混合溶剂配制成至少5个浓度点的标准系列,并向标准曲线中各浓度点溶液加入适量内标使用液(苯胺- d_5 及茈- d_{10})。

按照仪器参考条件,从低浓度到高浓度依次测定。采用平均相对响应因子法或标准曲线法进行校准。

连续分析时,每24h分析一次曲线中间浓度点,计算测定结果的相对误差。

7.1.2.2 检出限

根据《环境监测分析方法标准制定技术导则》(HJ 168-2020)附录A中A.1.1方法检出限的一般确定方法,按照样品分析的全部步骤,对浓度值为估计方法检出限值3~5倍的地表水加标样品进行7次平行测定,计算7次测定的标准偏差 S ,参考GB/T 6379,剔除离群值后,检出限 $MDL=S \times t_{(n-1, 0.99)}$,其中: $t_{(n-1, 0.99)}$ 为置信度为99%、自由度为 $n-1$ 时的 t 值, n 为重复分析的样品数。 $t_{(6, 0.99)}=3.143$,以4倍检出限作为测定下限。

根据实验室内验证数据,称取空白石英砂10g(精确至0.01g)共7份,加入适量苯胺类和联苯胺类混合标准使用液和内标使用液,预估加标浓度为0.1mg/kg~0.2mg/kg,其中苯胺、4-甲基苯胺、3-甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺、3-氯苯胺及2-萘胺的预估加标浓度为0.1mg/kg,其余组分为0.2mg/kg(根据各自仪器灵敏度适当调整,符合HJ 168-2020的要求),平行7份,按照上述确定的方法进行测定,统计计算方法检出限。

7.1.2.3 方法测定下限

按照HJ 168-2020的规定,以4倍方法检出限确定为本方法目标物的测定下限。

7.1.2.4 方法精密度

按照HJ 168-2020的有关规定,用标准物质和实际样品进行实验室间的方法精密度验证。苯胺类化合物和联苯胺类化合物在实际样品中检出的可能性较小,即使在污染地块实际样品也不可能全部目标物检出,因此选择在空白和不同实际样品中添加标准物质的方式进行精密度验证。6家实验室按照下面方案进行验证:

1、用空白石英砂，分别添加 5 mg/kg 和 20 mg/kg 浓度进行加标，由各验证实验室按照上述方案进行分析测试，平行测定 6 个样品，分别计算不同浓度加标样品加标浓度的平均值标准偏差、相对标准偏差。

2、用西藏自治区土壤（土壤 1）添加 1.00 mg/kg、山西省土壤（土壤 2）添加 10.0 mg/kg 浓度进行加标；用黑龙江省土壤（土壤 3）和江苏省土壤（土壤 4）添加 50.0 mg/kg 进行加标；海洋沉积物（沉积物 1）添加 1.00 mg/kg、长江沉积物（沉积物 2）添加 10.0 mg/kg 浓度进行加标；湖泊沉积物（沉积物 3）添加 50.0 mg/kg 进行加标。由各验证实验室按照上述方案进行分析测试，平行测定 6 个样品，分别计算不同浓度加标样品加标浓度的平均值标准偏差、相对标准偏差。

对各验证实验室的数据进行汇总统计分析，计算实验室间相对标准偏差、重复性限 r 和再现性限 R 。

7.1.2.5 方法正确度

按照 HJ 168-2020 的有关规定，对标准物质和实际样品进行实验室间的方法正确度测定。由于尚无土壤基质含有全部苯胺类和联苯胺类化合物的有证标准物质，个别公司产品目标物比较少且价格高，编制组根据开题专家意见进行了实验室内验证，实验室间用实际样品加标的方式进行正确度验证，按照 7.1.2.4 精密度验证方案，同时统计加标回收率的结果。对 6 家实验室回收率结果进行统计，分别计算不同实际样品的平均值、加标回收率，统计加标回收率范围和终值，给出最终回收率控制要求范围。

7.2 方法验证过程

筛选有资质的验证单位，向验证单位提供方法验证草案、方法验证作业指导书、标准草案、标准物质、验证报告格式，统一派发实际土壤和沉积物样品，对参加验证的技术人员进行培训，讲解操作要点，保证方法验证工作顺利进行。

7.2.1 方法验证数据的取舍

(1) 编制在进行方法验证报告数据统计时，异常值的检验和处理按照 GB/T 6379.6-2009 标准进行，在统计分析时未发现异常值，所有数据全部采用，未进行取舍。

(2) 方法精密度和正确度统计结果能满足方法特性指标要求。详细结果见附 1《方法验证报告》。

7.2.2 方法验证结论

7.2.2.1 检出限及测定下限

6 家实验室分别对加标浓度为 0.1 mg/kg~0.2 mg/kg 的空白石英砂加标样品按照《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 气相色谱-质谱法》（征求意见稿）中样品分析的全部步骤进行处理和测试，计算 $n=7$ 次平行测定的标准偏差，按照 HJ 168-2020 中检出限的验证要求，6 家实验室对方法检出限和测定下限进行了验证。

通过对 6 家验证实验室对 16 种苯胺类和 3 种联苯胺类化合物检出限数据进行汇总，当

取样量为 10g 最终定容体积为 1.0 ml 时，16 种苯胺类和 3 种联苯胺类化合物的方法检出限为 0.06 mg/kg~0.09 mg/kg，测定下限为 0.24 mg/kg~0.36 mg/kg。

结果显示，苯胺和 3,3'-二氯联苯胺两种目标物的方法检出限均远低于《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018）中第一类用地的筛选值及管控值要求。此外，也能满足河北省《建设用地土壤污染风险筛选值》（DB13/T 5216-2020）、深圳市《建设用地土壤污染风险筛选值和管制值》（DB 4403/T 67-2020）、江西省《建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（DB 36/1282-2020）和四川省《四川省建设用地土壤污染风险管控标准》（DB51/2978-2023）提出的对 4-硝基苯胺、4-氯苯胺、2-硝基苯胺、苯胺和 3,3'-二氯联苯胺的管控要求。

7.2.2.2 准确度

（1）精密度

6 家实验室对 16 种苯胺类和 3 种联苯胺类化合物加标 1.00mg/kg、10.0mg/kg、50.0mg/kg 的空白样品、土壤和沉积物统一实际样品进行了 6 次平行测定和统计。按照统一样品精密度统计方式计算重复性限和再现性限。

6 家实验室分别对加标浓度为 0.10 mg/kg~0.20 mg/kg、5.00 mg/kg、20.0 mg/kg 的石英砂样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 2.2%~17.4%、2.2%~17.5%和 2.0%~13.2%；实验室间相对标准偏差分别为 18.5%~45.8%、9.4%~19.1%和 9.6%~17.6%；重复性限分别为 0.03 mg/kg~0.05 mg/kg、0.65 mg/kg~1.07 mg/kg 和 2.16 mg/kg~3.91 mg/kg；再现性限为 0.06 mg/kg~0.17 mg/kg、1.29 mg/kg~2.44 mg/kg 和 4.93 mg/kg~9.08 mg/kg。

6 家实验室土壤实际样品加标 1.00 mg/kg、10.0 mg/kg、50.0 mg/kg，实验室内相对标准偏差分别为 1.3%~16.8%、0.9%~16.7%和 2.1%~13.6%；实验室间相对标准偏差分别为 5.3%~15.7%、5.7%~27.2%和 4.0%~11.3%；重复性限分别为：0.14 mg/kg~0.22 mg/kg、1.26 mg/kg~2.24 mg/kg 和 7.51 mg/kg~10.4 mg/kg；再现性限为：0.18 mg/kg~0.42 mg/kg、2.19 mg/kg~6.26 mg/kg 和 8.87 mg/kg~15.2 mg/kg。

6 家实验室沉积物实际样品加标 1.00 mg/kg、10.0 mg/kg、50.0 mg/kg，实验室内相对标准偏差分别为 2.2%~20.7%、3.0%~16.1%和 2.7%~15.1%；实验室间相对标准偏差分别为 3.5%~14.5%、4.8%~16.8%和 2.3%~11.7%；重复性限为：0.13 mg/kg~0.31 mg/kg、1.37 mg/kg~2.11 mg/kg 和 7.39 mg/kg~10.2 mg/kg；再现性限为：0.18 mg/kg~0.44 mg/kg、1.70 mg/kg~4.41 mg/kg 和 8.23 mg/kg~15.5 mg/kg。

（2）正确度

6 家实验室分别对加标浓度为 0.10 mg/kg~0.20 mg/kg、5.00 mg/kg、20.0 mg/kg 的石英砂样品进行了 6 次重复测定，加标回收率范围为 46.3%~115%、68.2%~118%和 68.2%~111%；加标回收率最终值分别为 66.3%±34.3%~91.0%±37.8%、79.0%±24.9%~93.0%±27.0%和 77.0%±16.8%~89.2%±21.1%

6 家实验室土壤实际样品加标 1.00 mg/kg、10.0 mg/kg、50.0 mg/kg，加标回收率范围为 66.0%~108%、66.8%~116%和 66.0%~113%；加标回收率最终值分别为 74.0%±13.4%~88.2%±22.5%、73.3%±10.9%~96.2%±20.7%和 80.9%±12.3%~90.8%±10.5%。

6家实验室沉积物实际样品加标 1.00 mg/kg、10.0 mg/kg、50.0 mg/kg，加标回收率范围为 66.7%~116%、67.5%~115%和 66.2%~95.0%；加标回收率最终值分别为 73.3%±10.2%~93.8%±21.0%、73.0%±7.0%~88.9%±27.2%和 74.3%±13.7%~84.0%±11.3%。

7.2.2.3 质量控制和质量保证要求

6家实验室建立标准曲线时目标化合物相对响应因子的相对标准偏差均≤30%，回归方程相关系数均≥0.990。

6家实验室实际样品加标实验室内最大平行样偏差范围在 2.0%~27.3%，平行样的相对偏差应在±30%以内。

8 与开题报告的差异说明

(1) 开题报告中拟测定苯胺、4-甲基苯胺、2-甲基苯胺、3-甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺、2-甲氧基苯胺、3-氯苯胺、4-氯苯胺、3-硝基苯胺、2-萘胺、4-硝基苯胺、联苯胺、3,3'-二氯联苯胺共 14 种苯胺类和联苯胺类化合物。根据开题论证会专家意见，增加了上述目标物的 5 种同分异构体，分别为 2-氯苯胺、2-硝基苯胺、1-萘胺、4-氨基联苯、3,3'-二甲基联苯胺。所以，征求意见稿中测定目标化合物共计 19 种。

(2) 根据开题论证会专家意见，已增加实验室内标准样品和实验室间空白加标的验证内容。

9 标准实施建议

本标准可作为《土壤环境质量建设用地土壤污染风险管控标准(试行)》(GB 36600-2018)或其他涉及苯胺类和联苯胺类控制标准配套使用。

10 参考文献

- [1] Gupta R C. Enhanced sensitivity of ³²P-postlabeling analysis of aromatic carcinogen:DNA adducts[J]. Cancer Research,1985,45(2):5656-5662.
- [2] Skipper P, Kim M,Sun P, et al. Monocyclic aromatic amines as potential human carcinogens: old is new again[J]. Carcinogenesis.2009,31(1):50-58.
- [3] Commission E. On the approximation of the laws relating to restrictions on the marketing and use of certain dangerous substances and preparations (azocolourants). EC,200,243.
- [4] Pinheiro H M, Touraud E. Aromatic amines from azo dye reduction: status review with emphasis on direct UV spectrophotometric detection in textile industry wastewaters[J]. Dyes and Pigments,2004,61(2):121-139.
- [5] Yamada K, Teshima K, Kobayashi N, et al. Electropolymerization of aniline derivatives in non-aqueous solution without a proton donor[J]. Journal of Electroanalytical Chemistry, 1995,394(1):71-79.

- [6] Turesky R, Taylor J, Schnackenberg L, et al. Quantitation of carcinogenic heterocyclic aromatic amines and detection of novel heterocyclic aromatic amines in cooked meats and grill scrapings by HPLC/ESI-MS. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2005, 53(8):3248-3258.
- [7] Yan C T, Jen J F, Shi T S. Application of microwave-assisted desorption/headspace solid-phase microextraction as pretreatment step in the gas chromatographic determination of 1-naphthylamine in silica gel adsorbent [J]. *Talanta*, 2007, 71(5):1993-1997.
- [8] Akyuz M. Determination of aromatic amines in hair dye and henna samples by ion-pair extraction and gas chromatography mass spectrometry [J]. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 2008, 47(1):68-80.
- [9] Plotka-Wasyłka J, Morrison C, Biziuk M, et al. Chemical Derivatization Processes Applied to Amine Determination in Samples of Different Matrix Composition [J]. *Chemical Reviews* 2015, 115(11):4693-4699.
- [10] Hugo Seymour E, Lawrence N S, Beckett E L, et al. Electrochemical detection of aniline: an electrochemically initiated reaction pathway [J]. *Talanta*, 2002, 57(2):233-242.
- [11] Yang Y, Lin Z. Effects of surface oxide species on the electropolymerization of o-aminophenol on pretreated glassy carbon electrodes [J]. *Synthetic Metals*, 1996, 78(2):111-115.
- [12] Doronin S K, Chernova R, Gusakova N. 4-Dimethylaminocinnamaldehyde as a photometric reagent for primary aromatic amines [J]. *Journal of Analytical Chemistry*. 2004, 59(4):335-344.
- [13] 陶云锋, 陆亮, 崔静, 等. ASE-GPC-GC/MS 同时测定土壤中 16 种苯胺类物质 [J]. *环境科学与技术*, 2019, 42(02):151-156.
- [14] 陈加伟, 方绍敏, 宋洲, 等. 超声萃取-气相色谱-质谱法测定土壤中 13 种苯胺类化合物 [J]. *化学分析计量*, 2021, 30(04):28-32.
- [15] 崔仲义, 李月红, 崔庆华, 等. 吹扫捕集-气相色谱-质谱法测定企业土壤及修复场地中的苯胺 [J]. *环境监控与预警*, 2021, 13(02):35-38.
- [16] 杨明, 付海美, 邵鹏. 加压流体萃取-气质联用-内标法测定土壤中 24 种苯胺类和联苯胺类化合物 [J]. *分析实验室*, 2022, 41(08):940-946.
- [17] 洪小燕, 温裕云, 林芳, 等. 土壤及沉积物中 25 种芳香胺的固-液-液萃取及气相色谱-质谱测定方法初步研究 [J]. *分析测试学报*, 2010, 29(01):31-34+38.
- [18] 林建, 薛晓康, 倪晓芳, 等. 基质固相分散萃取-气相质谱联用法测定土壤中 19 种苯胺类物质 [J]. *环境科学导刊*, 2017, 36(01):75-79.
- [19] 陈焯, 许秀艳, 王超, 等. 固相微萃取-气相色谱/三重四级质谱法测定土壤中氯代苯胺类残留 [J]. *分析化学*, 2015, 43(07):1009-1015.
- [20] E. Maria Kristenson, Silvia Angioi, René J.J. Vreuls, Maria Carla Gennaro, Udo A.Th. Brinkman. Miniaturised pressurised liquid extraction of chloroanilines from soil with subsequent analysis by large-volume injection-gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Journal of Chromatography A*, 2004, 1058(1):243-249.

- [21] Beatriz Jurado-Sánchez,Evaristo Ballesteros,Mercedes Gallego. Comparison of microwave assisted, ultrasonic assisted and Soxhlet extractions of N-nitrosamines and aromatic amines in sewage sludge, soils and sediments[J]. Science of the Total Environment,2013,463-464.
- [22] 黄晓华.顶空气相色谱法测定土壤中苯胺[J].分析测试技术与仪器,2012,18(04):227-229.
- [23] 阿加古丽·赛依提,周梦春,周华伦.土壤中苯胺类污染物的液相色谱测定[J].新疆环境保护,2011,33(01):22-26.
- [24] 杨静.高效液相色谱-串联三重四级杆质谱法测定土壤中苦味酸和联苯胺[J].中国环境监测,2020,36(04):145-153.

附件一

方法验证报告

方法名称：《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 气相色谱-质谱法》

项目承担单位：江苏省南京环境监测中心

验证单位：天津市生态环境监测中心、山东省生态环境监测中心、江苏省淮安生态环境监测中心、江苏康达环境检测技术有限公司、广东实朴检测服务有限公司、西藏自治区生态环境监测中心

项目负责人及职称：杨丽莉（研究员级高级工程师）

通讯地址：江苏省南京市建邺区中和路 100 号 电话：025-69586508

报告编写人及职称：吴丽娟（高级工程师）、杨超（工程师）

报告日期：2023 年 4 月 15 日

1 原始测试数据

1.1 实验室基本情况

本方法的 6 家验证实验室依次为：1 天津市生态环境监测中心、2 山东省生态环境监测中心、3 江苏省淮安环境监测中心、4 江苏康达环境检测技术有限公司、5 广东实朴检测服务有限公司、6 西藏自治区生态环境监测中心。对《土壤和沉积物苯胺类和联苯胺类的测定气相色谱-质谱法》进行方法验证的结果进行汇总及统计分析，参加验证的实验室及人员基本情况、仪器使用情况及试剂使用情况见附表 1-1、附表 1-2、附表 1-3。

附表 1-1 参与方法验证的实验室、验证人员的基本情况

| 验证单位 | 姓名 | 性别 | 年龄 | 职务或职称 | 所学专业 | 参加分析工作年限 |
|----------------|------|----|----|-------|------|----------|
| 天津市生态环境监测中心 | 崔连喜 | 男 | 35 | 工程师 | 环境科学 | 10 年 |
| | 王艳丽 | 女 | 41 | 高级工程师 | 环境科学 | 15 年 |
| 山东省生态环境监测中心 | 李琳 | 女 | 38 | 工程师 | 分析化学 | 12 年 |
| | 李红莉 | 女 | 53 | 研究员 | 环境工程 | 28 年 |
| 江苏省淮安环境监测中心 | 高德亮 | 男 | 31 | 助理工程师 | 环境科学 | 5 年 |
| | 彭鹏 | 女 | 39 | 高级工程师 | 环境工程 | 17 年 |
| | 王芳 | 女 | 42 | 高级工程师 | 土壤学 | 13 年 |
| 江苏康达环境检测技术有限公司 | 高晨 | 女 | 33 | 工程师 | 环境工程 | 10 年 |
| | 周荣 | 男 | 29 | 工程师 | 化学 | 3 年 |
| 广东实朴检测服务有限公司 | 张大为 | 男 | 39 | 技术总监 | 应用化学 | 17 年 |
| | 韩瑾 | 女 | 33 | 技术负责人 | 材料工程 | 9 年 |
| | 胡然 | 女 | 29 | 高级分析师 | 环境工程 | 7 年 |
| 西藏自治区生态环境监测中心 | 索娜卓嘎 | 女 | 38 | 工程师 | 化学 | 10 年 |

附表 1-2 参与方法验证的实验室使用仪器情况

| 编号 | 验证单位 | 仪器名称 | 规格型号 | 仪器出厂编号 | 性能状况 |
|----|----------------|------------|------------------------|---------------------------|------|
| 1 | 天津市生态环境监测中心 | 气相色谱-质谱联用仪 | Agilent 7890B/5977B | CN19223058/US1925R041 | 良好 |
| 2 | 山东省生态环境监测中心 | 气相色谱-质谱联用仪 | 岛津 GCMS-QPGCMS-2020 | O21425602282SA | 良好 |
| 3 | 江苏省淮安环境监测中心 | 气相色谱-质谱联用仪 | Agilent 7890B/5977B | CN18183066/ US1802M020 | 良好 |
| 4 | 江苏康达环境检测技术有限公司 | 气相色谱-质谱联用仪 | 岛津 GCMS-QP2020NX | O21745801693SA | 良好 |
| 5 | 广东实朴检测服务有限公司 | 气相色谱-质谱联用仪 | Agilent 7890B/5977B | CN18203069 US1819M019 | 良好 |
| 6 | 西藏自治区生态环境监测中心 | 气相色谱-质谱联用仪 | Agilent 7890A/5975C | CN11211110/US11192176 | 良好 |

附表 1-3 使用试剂及溶剂登记表

| 名称 | 生产厂家、规格 | 纯化处理方法 | 验证单位 |
|-------|------------------|--------------------------------------|-------------|
| 乙酸乙酯 | 迪马科技色谱纯 | 无 | 天津市生态环境监测中心 |
| 二氯甲烷 | 迪马科技色谱纯 | 无 | |
| 亚硫酸钠 | 天津市光复科技分析纯 | 无 | |
| 氯化钠 | 天津市光复科技分析纯 | 在 400 °C 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 氢氧化钠 | 优级纯 | 无 | |
| 无水硫酸钠 | 天津市光复科技分析纯 | 在 400 °C 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 乙酸乙酯 | LiChrosolv 色谱纯 | 无 | 山东省生态环境监测中心 |
| 二氯甲烷 | CNW 色谱纯 | 无 | |
| 亚硫酸钠 | 沪试分析纯 | 无 | |
| 氯化钠 | 国药集团化学试剂有限公司分析纯 | 在 400 °C 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 氢氧化钠 | 沪试分析纯 | 无 | |
| 无水硫酸钠 | 沪试分析纯 | 在 400 °C 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 乙酸乙酯 | CNW HPLC | 无 | 江苏省淮安环境监测中心 |
| 二氯甲烷 | 默克股份两合公司 HPLC | 无 | |
| 亚硫酸钠 | 国药集团化学试剂有限公司分析纯 | 无 | |

| 名称 | 生产厂家、规格 | 纯化处理方法 | 验证单位 |
|-------|-----------------|--------------------------------------|----------------|
| 氯化钠 | 国药集团化学试剂有限公司分析纯 | 在 400 °C 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 氢氧化钠 | 永华化学股份有限公司优级纯 | 优级纯 | |
| 无水硫酸钠 | 国药集团化学试剂有限公司分析纯 | 在 400 °C 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 乙酸乙酯 | 永华 HPLC | 无 | 江苏康达环境检测技术有限公司 |
| 二氯甲烷 | 上海星可 HPLC | 无 | |
| 亚硫酸钠 | 科密欧分析纯 | 无 | |
| 氯化钠 | 科密欧分析纯 | 在 400 °C 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 氢氧化钠 | 科密欧分析纯 | 无 | |
| 无水硫酸钠 | 科密欧分析纯 | 在 400 °C 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 乙酸乙酯 | 国达农残级 | 无 | 广东实朴检测服务有限公司 |
| 二氯甲烷 | 弗霓农残级 | 无 | |
| 亚硫酸钠 | 国药优级纯 | 无 | |
| 氯化钠 | 国药优级纯 | 在 400 °C 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 氢氧化钠 | 国药优级纯 | 无 | |
| 无水硫酸钠 | 国药优级纯 | 在 400 °C 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 无水硫酸钠 | 沪试分析纯 | 在 400 °C 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | 西藏自治区生态环境监测中心 |
| 乙酸乙酯 | 安谱色谱纯 | 无 | |
| 二氯甲烷 | 安谱色谱纯 | 无 | |
| 亚硫酸钠 | 安谱色谱纯 | 无 | |
| 氯化钠 | 安谱色谱纯 | 在 400 °C 下烘烤 4 h, 冷却后, 贮于磨口玻璃瓶中密封保存。 | |
| 氢氧化钠 | 安谱色谱纯 | 无 | |
| 无水硫酸钠 | 沪试分析纯 | 无 | |

1.2 方法检出限、测定下限测试数据

附表 1-4~附表 1-9 为 6 家验证实验室对《土壤和沉积物 苯胺类和联苯胺类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物检出限与测定下限的测试数据。

附表 1-4 方法的检出限和测定下限

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 | t 值 | 计算的方法 检出限 (mg/kg) | 仪器检出限 (mg/kg) | 方法检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|----------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-------|-------|-------------------------|------------------|------------------|-----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | | | | | | | |
| 苯胺 | 0.128 | 0.139 | 0.131 | 0.104 | 0.118 | 0.142 | 0.119 | 0.126 | 0.013 | 3.143 | 0.042 | 0.032 | 0.042 | 0.166 |
| 4-甲基苯胺 | 0.129 | 0.141 | 0.137 | 0.107 | 0.116 | 0.140 | 0.126 | 0.128 | 0.013 | 3.143 | 0.040 | 0.025 | 0.040 | 0.161 |
| 2-甲基苯胺 | 0.134 | 0.142 | 0.137 | 0.108 | 0.120 | 0.153 | 0.130 | 0.132 | 0.015 | 3.143 | 0.046 | 0.016 | 0.046 | 0.185 |
| 3-甲基苯胺 | 0.132 | 0.147 | 0.133 | 0.108 | 0.123 | 0.155 | 0.130 | 0.133 | 0.015 | 3.143 | 0.048 | 0.022 | 0.048 | 0.193 |
| 2-氯苯胺 | 0.133 | 0.138 | 0.132 | 0.117 | 0.111 | 0.142 | 0.123 | 0.128 | 0.011 | 3.143 | 0.036 | 0.013 | 0.036 | 0.143 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.126 | 0.136 | 0.134 | 0.109 | 0.114 | 0.138 | 0.118 | 0.125 | 0.012 | 3.143 | 0.036 | 0.030 | 0.036 | 0.145 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.127 | 0.133 | 0.124 | 0.112 | 0.112 | 0.140 | 0.119 | 0.124 | 0.010 | 3.143 | 0.033 | 0.030 | 0.033 | 0.132 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.128 | 0.132 | 0.126 | 0.104 | 0.105 | 0.134 | 0.118 | 0.121 | 0.012 | 3.143 | 0.039 | 0.037 | 0.039 | 0.156 |
| 3-氯苯胺 | 0.125 | 0.125 | 0.120 | 0.109 | 0.102 | 0.135 | 0.115 | 0.119 | 0.011 | 3.143 | 0.035 | 0.023 | 0.035 | 0.139 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 0.124 | 0.133 | 0.114 | 0.118 | 0.106 | 0.138 | 0.113 | 0.121 | 0.011 | 3.143 | 0.036 | 0.012 | 0.036 | 0.144 |
| 4-氯苯胺 | 0.122 | 0.136 | 0.125 | 0.103 | 0.109 | 0.138 | 0.118 | 0.122 | 0.013 | 3.143 | 0.041 | 0.012 | 0.041 | 0.163 |
| 2-硝基苯胺 | 0.120 | 0.130 | 0.116 | 0.102 | 0.104 | 0.137 | 0.110 | 0.117 | 0.013 | 3.143 | 0.041 | 0.010 | 0.041 | 0.164 |
| 3-硝基苯胺 | 0.114 | 0.148 | 0.123 | 0.124 | 0.104 | 0.137 | 0.117 | 0.124 | 0.015 | 3.143 | 0.046 | 0.011 | 0.046 | 0.185 |
| 1-萘胺 | 0.115 | 0.137 | 0.122 | 0.101 | 0.111 | 0.137 | 0.112 | 0.119 | 0.014 | 3.143 | 0.043 | 0.014 | 0.043 | 0.171 |
| 2-萘胺 | 0.119 | 0.139 | 0.116 | 0.114 | 0.109 | 0.135 | 0.110 | 0.120 | 0.012 | 3.143 | 0.038 | 0.018 | 0.038 | 0.150 |
| 4-硝基苯胺 | 0.119 | 0.150 | 0.127 | 0.123 | 0.118 | 0.142 | 0.102 | 0.126 | 0.016 | 3.143 | 0.050 | 0.016 | 0.050 | 0.201 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.115 | 0.139 | 0.118 | 0.119 | 0.105 | 0.136 | 0.109 | 0.120 | 0.013 | 3.143 | 0.040 | 0.011 | 0.040 | 0.162 |
| 联苯胺 | 0.114 | 0.146 | 0.116 | 0.111 | 0.105 | 0.128 | 0.107 | 0.118 | 0.014 | 3.143 | 0.045 | 0.019 | 0.045 | 0.181 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.107 | 0.150 | 0.115 | 0.114 | 0.111 | 0.150 | 0.118 | 0.124 | 0.018 | 3.143 | 0.058 | 0.020 | 0.058 | 0.231 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 | t 值 | 计算的方法 检出限 (mg/kg) | 仪器检出限 (mg/kg) | 方法检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-------|-------|-------------------------|------------------|------------------|-----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | | | | | | | |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.108 | 0.147 | 0.117 | 0.118 | 0.108 | 0.144 | 0.113 | 0.122 | 0.016 | 3.143 | 0.052 | 0.034 | 0.052 | 0.207 |

附表 1-5 方法的检出限和测定下限

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 | t 值 | 计算的方法 检出限 (mg/kg) | 仪器检出限 (mg/kg) | 方法检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|----------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-------|-------|-------------------------|------------------|------------------|-----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | | | | | | | |
| 苯胺 | 0.082 | 0.079 | 0.081 | 0.093 | 0.100 | 0.090 | 0.100 | 0.089 | 0.009 | 3.143 | 0.028 | 0.015 | 0.028 | 0.111 |
| 4-甲基苯胺 | 0.074 | 0.073 | 0.073 | 0.086 | 0.086 | 0.081 | 0.094 | 0.081 | 0.008 | 3.143 | 0.026 | 0.016 | 0.026 | 0.102 |
| 2-甲基苯胺 | 0.170 | 0.187 | 0.186 | 0.189 | 0.180 | 0.184 | 0.182 | 0.183 | 0.006 | 3.143 | 0.020 | 0.015 | 0.020 | 0.079 |
| 3-甲基苯胺 | 0.081 | 0.079 | 0.080 | 0.101 | 0.095 | 0.091 | 0.093 | 0.089 | 0.009 | 3.143 | 0.027 | 0.016 | 0.027 | 0.108 |
| 2-氯苯胺 | 0.174 | 0.181 | 0.185 | 0.184 | 0.180 | 0.178 | 0.167 | 0.178 | 0.006 | 3.143 | 0.020 | 0.003 | 0.020 | 0.078 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.161 | 0.167 | 0.170 | 0.171 | 0.172 | 0.176 | 0.171 | 0.170 | 0.005 | 3.143 | 0.015 | 0.010 | 0.015 | 0.059 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.080 | 0.084 | 0.076 | 0.098 | 0.099 | 0.090 | 0.095 | 0.089 | 0.009 | 3.143 | 0.028 | 0.017 | 0.028 | 0.114 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.170 | 0.186 | 0.184 | 0.188 | 0.180 | 0.186 | 0.183 | 0.182 | 0.006 | 3.143 | 0.019 | 0.011 | 0.019 | 0.076 |
| 3-氯苯胺 | 0.082 | 0.085 | 0.079 | 0.105 | 0.095 | 0.088 | 0.084 | 0.088 | 0.009 | 3.143 | 0.028 | 0.021 | 0.028 | 0.112 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 0.180 | 0.194 | 0.192 | 0.196 | 0.193 | 0.178 | 0.195 | 0.190 | 0.007 | 3.143 | 0.023 | 0.020 | 0.023 | 0.094 |
| 4-氯苯胺 | 0.180 | 0.196 | 0.198 | 0.199 | 0.196 | 0.169 | 0.196 | 0.191 | 0.011 | 3.143 | 0.036 | 0.025 | 0.036 | 0.144 |
| 2-硝基苯胺 | 0.142 | 0.161 | 0.158 | 0.169 | 0.171 | 0.180 | 0.170 | 0.164 | 0.012 | 3.143 | 0.038 | 0.003 | 0.038 | 0.153 |
| 3-硝基苯胺 | 0.151 | 0.157 | 0.160 | 0.166 | 0.164 | 0.172 | 0.170 | 0.163 | 0.007 | 3.143 | 0.023 | 0.020 | 0.023 | 0.093 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 | t 值 | 计算的方法 检出限 (mg/kg) | 仪器检出限 (mg/kg) | 方法检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|-------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-------|-------|-------------------------|------------------|------------------|-----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | | | | | | | |
| 1-萘胺 | 0.076 | 0.081 | 0.080 | 0.092 | 0.087 | 0.085 | 0.094 | 0.085 | 0.007 | 3.143 | 0.021 | 0.005 | 0.021 | 0.082 |
| 2-萘胺 | 0.161 | 0.167 | 0.163 | 0.173 | 0.172 | 0.177 | 0.173 | 0.169 | 0.006 | 3.143 | 0.018 | 0.004 | 0.018 | 0.074 |
| 4-硝基苯胺 | 0.146 | 0.151 | 0.152 | 0.163 | 0.166 | 0.181 | 0.172 | 0.162 | 0.013 | 3.143 | 0.040 | 0.021 | 0.040 | 0.159 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.156 | 0.170 | 0.169 | 0.174 | 0.185 | 0.195 | 0.187 | 0.177 | 0.013 | 3.143 | 0.042 | 0.003 | 0.042 | 0.166 |
| 联苯胺 | 0.083 | 0.087 | 0.087 | 0.090 | 0.093 | 0.104 | 0.093 | 0.091 | 0.007 | 3.143 | 0.021 | 0.005 | 0.021 | 0.085 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.094 | 0.088 | 0.088 | 0.093 | 0.104 | 0.110 | 0.107 | 0.098 | 0.009 | 3.143 | 0.029 | 0.005 | 0.029 | 0.115 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.129 | 0.115 | 0.122 | 0.123 | 0.142 | 0.152 | 0.149 | 0.133 | 0.014 | 3.143 | 0.046 | 0.014 | 0.046 | 0.182 |

附表 1-6 方法的检出限和测定下限

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 | t 值 | 计算的方法 检出限 (mg/kg) | 仪器检出限 (mg/kg) | 方法检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|-----------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-------|-------|-------------------------|------------------|------------------|-----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | | | | | | | |
| 苯胺 | 0.091 | 0.078 | 0.120 | 0.095 | 0.098 | 0.078 | 0.055 | 0.088 | 0.020 | 3.143 | 0.064 | 0.003 | 0.064 | 0.255 |
| 4-甲基苯胺 | 0.097 | 0.080 | 0.120 | 0.099 | 0.098 | 0.079 | 0.053 | 0.089 | 0.021 | 3.143 | 0.066 | 0.020 | 0.066 | 0.266 |
| 2-甲基苯胺 | 0.093 | 0.079 | 0.110 | 0.094 | 0.097 | 0.078 | 0.054 | 0.086 | 0.018 | 3.143 | 0.057 | 0.010 | 0.057 | 0.226 |
| 3-甲基苯胺 | 0.095 | 0.078 | 0.130 | 0.094 | 0.092 | 0.077 | 0.054 | 0.089 | 0.023 | 3.143 | 0.073 | 0.020 | 0.073 | 0.292 |
| 2-氯苯胺 | 0.094 | 0.075 | 0.120 | 0.098 | 0.099 | 0.078 | 0.055 | 0.088 | 0.021 | 3.143 | 0.066 | 0.003 | 0.066 | 0.264 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.100 | 0.084 | 0.120 | 0.100 | 0.110 | 0.082 | 0.058 | 0.093 | 0.021 | 3.143 | 0.065 | 0.010 | 0.065 | 0.259 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.094 | 0.076 | 0.110 | 0.096 | 0.095 | 0.076 | 0.052 | 0.086 | 0.019 | 3.143 | 0.060 | 0.007 | 0.060 | 0.239 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 | t 值 | 计算的方法 检出限 (mg/kg) | 仪器检出限 (mg/kg) | 方法检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|----------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-------|-------|-------------------------|------------------|------------------|-----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | | | | | | | |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.110 | 0.085 | 0.130 | 0.110 | 0.100 | 0.087 | 0.058 | 0.097 | 0.023 | 3.143 | 0.073 | 0.010 | 0.073 | 0.290 |
| 3-氯苯胺 | 0.100 | 0.082 | 0.130 | 0.110 | 0.110 | 0.077 | 0.057 | 0.095 | 0.025 | 3.143 | 0.077 | 0.030 | 0.077 | 0.310 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 0.099 | 0.079 | 0.110 | 0.098 | 0.098 | 0.077 | 0.052 | 0.088 | 0.020 | 3.143 | 0.062 | 0.007 | 0.062 | 0.246 |
| 4-氯苯胺 | 0.097 | 0.078 | 0.120 | 0.100 | 0.097 | 0.078 | 0.053 | 0.089 | 0.021 | 3.143 | 0.067 | 0.008 | 0.067 | 0.269 |
| 2-硝基苯胺 | 0.099 | 0.079 | 0.110 | 0.096 | 0.100 | 0.074 | 0.054 | 0.087 | 0.019 | 3.143 | 0.061 | 0.010 | 0.061 | 0.243 |
| 3-硝基苯胺 | 0.096 | 0.087 | 0.098 | 0.094 | 0.093 | 0.087 | 0.060 | 0.088 | 0.013 | 3.143 | 0.041 | 0.020 | 0.041 | 0.163 |
| 1-萘胺 | 0.096 | 0.089 | 0.100 | 0.096 | 0.093 | 0.078 | 0.063 | 0.088 | 0.013 | 3.143 | 0.041 | 0.005 | 0.041 | 0.164 |
| 2-萘胺 | 0.099 | 0.084 | 0.110 | 0.086 | 0.110 | 0.086 | 0.061 | 0.091 | 0.017 | 3.143 | 0.054 | 0.005 | 0.054 | 0.217 |
| 4-硝基苯胺 | 0.110 | 0.100 | 0.100 | 0.097 | 0.110 | 0.100 | 0.084 | 0.100 | 0.009 | 3.143 | 0.028 | 0.006 | 0.028 | 0.111 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.140 | 0.130 | 0.160 | 0.130 | 0.140 | 0.130 | 0.120 | 0.136 | 0.013 | 3.143 | 0.040 | 0.007 | 0.040 | 0.160 |
| 联苯胺 | 0.134 | 0.129 | 0.138 | 0.116 | 0.125 | 0.132 | 0.127 | 0.129 | 0.007 | 3.143 | 0.022 | 0.020 | 0.022 | 0.089 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.057 | 0.052 | 0.058 | 0.043 | 0.051 | 0.050 | 0.048 | 0.051 | 0.005 | 3.143 | 0.016 | 0.020 | 0.016 | 0.065 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.160 | 0.180 | 0.150 | 0.160 | 0.180 | 0.170 | 0.150 | 0.164 | 0.013 | 3.143 | 0.040 | 0.030 | 0.040 | 0.160 |

附表 1-7 方法的检出限和测定下限

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 | t 值 | 计算的方法 检出限 (mg/kg) | 仪器检出限 (mg/kg) | 方法检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|-------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-------|-------|-------------------------|------------------|------------------|-----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | | | | | | | |
| 苯胺 | 0.079 | 0.060 | 0.080 | 0.062 | 0.084 | 0.076 | 0.096 | 0.077 | 0.012 | 3.143 | 0.039 | 0.002 | 0.039 | 0.157 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 | t 值 | 计算的方法 检出限 (mg/kg) | 仪器检出限 (mg/kg) | 方法检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|----------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-------|-------|-------------------------|------------------|------------------|-----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | | | | | | | |
| 4-甲基苯胺 | 0.073 | 0.062 | 0.079 | 0.070 | 0.083 | 0.077 | 0.090 | 0.076 | 0.009 | 3.143 | 0.029 | 0.001 | 0.029 | 0.114 |
| 2-甲基苯胺 | 0.178 | 0.157 | 0.165 | 0.184 | 0.173 | 0.155 | 0.177 | 0.170 | 0.011 | 3.143 | 0.035 | 0.002 | 0.035 | 0.139 |
| 3-甲基苯胺 | 0.067 | 0.055 | 0.070 | 0.063 | 0.076 | 0.072 | 0.082 | 0.069 | 0.009 | 3.143 | 0.028 | 0.002 | 0.028 | 0.110 |
| 2-氯苯胺 | 0.180 | 0.155 | 0.170 | 0.186 | 0.175 | 0.158 | 0.177 | 0.172 | 0.011 | 3.143 | 0.036 | 0.003 | 0.036 | 0.144 |
| 2,4-二甲苯胺 | 0.183 | 0.156 | 0.165 | 0.186 | 0.174 | 0.158 | 0.177 | 0.171 | 0.012 | 3.143 | 0.037 | 0.002 | 0.037 | 0.149 |
| 2,6-二甲苯胺 | 0.068 | 0.057 | 0.075 | 0.063 | 0.077 | 0.071 | 0.085 | 0.071 | 0.009 | 3.143 | 0.029 | 0.002 | 0.029 | 0.117 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.192 | 0.169 | 0.183 | 0.200 | 0.184 | 0.171 | 0.188 | 0.184 | 0.011 | 3.143 | 0.035 | 0.005 | 0.035 | 0.139 |
| 3-氯苯胺 | 0.074 | 0.066 | 0.087 | 0.063 | 0.071 | 0.078 | 0.075 | 0.073 | 0.008 | 3.143 | 0.025 | 0.009 | 0.025 | 0.100 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 0.169 | 0.153 | 0.180 | 0.195 | 0.195 | 0.137 | 0.155 | 0.169 | 0.022 | 3.143 | 0.070 | 0.002 | 0.070 | 0.279 |
| 4-氯苯胺 | 0.167 | 0.156 | 0.181 | 0.196 | 0.200 | 0.140 | 0.156 | 0.171 | 0.022 | 3.143 | 0.070 | 0.002 | 0.070 | 0.281 |
| 2-硝基苯胺 | 0.209 | 0.192 | 0.222 | 0.220 | 0.194 | 0.211 | 0.238 | 0.212 | 0.016 | 3.143 | 0.051 | 0.028 | 0.051 | 0.204 |
| 3-硝基苯胺 | 0.164 | 0.165 | 0.193 | 0.205 | 0.230 | 0.161 | 0.183 | 0.186 | 0.026 | 3.143 | 0.080 | 0.013 | 0.080 | 0.321 |
| 1-萘胺 | 0.156 | 0.136 | 0.153 | 0.162 | 0.179 | 0.120 | 0.140 | 0.149 | 0.019 | 3.143 | 0.061 | 0.000 | 0.061 | 0.242 |
| 2-萘胺 | 0.068 | 0.058 | 0.066 | 0.053 | 0.066 | 0.063 | 0.069 | 0.063 | 0.006 | 3.143 | 0.018 | 0.001 | 0.018 | 0.073 |
| 4-硝基苯胺 | 0.186 | 0.205 | 0.212 | 0.222 | 0.226 | 0.179 | 0.201 | 0.204 | 0.017 | 3.143 | 0.055 | 0.014 | 0.055 | 0.220 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.183 | 0.199 | 0.177 | 0.202 | 0.206 | 0.147 | 0.165 | 0.183 | 0.022 | 3.143 | 0.068 | 0.001 | 0.068 | 0.272 |
| 联苯胺 | 0.181 | 0.183 | 0.148 | 0.186 | 0.135 | 0.159 | 0.160 | 0.165 | 0.019 | 3.143 | 0.061 | 0.002 | 0.061 | 0.245 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.151 | 0.129 | 0.111 | 0.152 | 0.142 | 0.101 | 0.117 | 0.129 | 0.020 | 3.143 | 0.063 | 0.002 | 0.063 | 0.253 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.178 | 0.201 | 0.179 | 0.188 | 0.212 | 0.142 | 0.164 | 0.181 | 0.023 | 3.143 | 0.073 | 0.005 | 0.073 | 0.292 |

附表 1-8 方法的检出限和测定下限

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 | t 值 | 计算的方法 检出限 (mg/kg) | 仪器检出限 (mg/kg) | 方法检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|----------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-------|-------|-------------------------|------------------|------------------|-----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | | | | | | | |
| 苯胺 | 0.080 | 0.087 | 0.080 | 0.082 | 0.072 | 0.094 | 0.082 | 0.082 | 0.007 | 3.143 | 0.021 | 0.009 | 0.021 | 0.085 |
| 4-甲基苯胺 | 0.070 | 0.079 | 0.070 | 0.074 | 0.068 | 0.085 | 0.067 | 0.073 | 0.007 | 3.143 | 0.021 | 0.007 | 0.021 | 0.083 |
| 2-甲基苯胺 | 0.080 | 0.092 | 0.081 | 0.084 | 0.073 | 0.099 | 0.083 | 0.085 | 0.009 | 3.143 | 0.027 | 0.008 | 0.027 | 0.107 |
| 3-甲基苯胺 | 0.077 | 0.092 | 0.082 | 0.083 | 0.076 | 0.099 | 0.081 | 0.084 | 0.008 | 3.143 | 0.026 | 0.010 | 0.026 | 0.105 |
| 2-氯苯胺 | 0.071 | 0.087 | 0.075 | 0.080 | 0.066 | 0.094 | 0.077 | 0.079 | 0.010 | 3.143 | 0.030 | 0.010 | 0.030 | 0.119 |
| 2,4-二甲苯胺 | 0.070 | 0.081 | 0.069 | 0.078 | 0.071 | 0.096 | 0.073 | 0.077 | 0.010 | 3.143 | 0.030 | 0.012 | 0.030 | 0.120 |
| 2,6-二甲苯胺 | 0.072 | 0.091 | 0.081 | 0.084 | 0.073 | 0.104 | 0.081 | 0.084 | 0.011 | 3.143 | 0.035 | 0.010 | 0.035 | 0.139 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.086 | 0.094 | 0.087 | 0.091 | 0.084 | 0.111 | 0.092 | 0.092 | 0.009 | 3.143 | 0.028 | 0.009 | 0.028 | 0.114 |
| 3-氯苯胺 | 0.093 | 0.108 | 0.091 | 0.106 | 0.090 | 0.118 | 0.097 | 0.100 | 0.011 | 3.143 | 0.033 | 0.012 | 0.033 | 0.132 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 0.092 | 0.105 | 0.085 | 0.090 | 0.082 | 0.108 | 0.086 | 0.093 | 0.010 | 3.143 | 0.032 | 0.010 | 0.032 | 0.127 |
| 4-氯苯胺 | 0.096 | 0.102 | 0.084 | 0.092 | 0.083 | 0.107 | 0.088 | 0.093 | 0.009 | 3.143 | 0.028 | 0.012 | 0.028 | 0.114 |
| 2-硝基苯胺 | 0.063 | 0.072 | 0.065 | 0.064 | 0.075 | 0.088 | 0.071 | 0.071 | 0.009 | 3.143 | 0.027 | 0.012 | 0.027 | 0.109 |
| 3-硝基苯胺 | 0.071 | 0.070 | 0.074 | 0.069 | 0.081 | 0.100 | 0.079 | 0.078 | 0.011 | 3.143 | 0.034 | 0.007 | 0.034 | 0.136 |
| 1-萘胺 | 0.097 | 0.103 | 0.098 | 0.102 | 0.107 | 0.128 | 0.097 | 0.105 | 0.011 | 3.143 | 0.034 | 0.006 | 0.034 | 0.138 |
| 2-萘胺 | 0.098 | 0.103 | 0.100 | 0.102 | 0.105 | 0.132 | 0.097 | 0.105 | 0.012 | 3.143 | 0.038 | 0.008 | 0.038 | 0.152 |
| 4-硝基苯胺 | 0.069 | 0.069 | 0.074 | 0.076 | 0.088 | 0.105 | 0.082 | 0.080 | 0.013 | 3.143 | 0.040 | 0.015 | 0.040 | 0.161 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.096 | 0.102 | 0.102 | 0.106 | 0.122 | 0.133 | 0.107 | 0.110 | 0.013 | 3.143 | 0.041 | 0.015 | 0.041 | 0.164 |
| 联苯胺 | 0.054 | 0.049 | 0.047 | 0.049 | 0.058 | 0.064 | 0.048 | 0.053 | 0.006 | 3.143 | 0.020 | 0.007 | 0.020 | 0.079 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.062 | 0.061 | 0.056 | 0.057 | 0.073 | 0.076 | 0.060 | 0.064 | 0.008 | 3.143 | 0.025 | 0.009 | 0.025 | 0.098 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.082 | 0.078 | 0.068 | 0.076 | 0.084 | 0.098 | 0.074 | 0.080 | 0.010 | 3.143 | 0.030 | 0.010 | 0.030 | 0.120 |

附表 1-9 方法的检出限和测定下限

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 | t 值 | 计算的方法 检出限 (mg/kg) | 仪器检出限 (mg/kg) | 方法检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|----------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-------|-------|-------------------------|------------------|------------------|-----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | | | | | | | |
| 苯胺 | 0.078 | 0.078 | 0.079 | 0.084 | 0.074 | 0.082 | 0.088 | 0.080 | 0.005 | 3.143 | 0.015 | 0.011 | 0.015 | 0.058 |
| 4-甲基苯胺 | 0.073 | 0.072 | 0.073 | 0.074 | 0.076 | 0.080 | 0.085 | 0.076 | 0.005 | 3.143 | 0.015 | 0.008 | 0.015 | 0.060 |
| 2-甲基苯胺 | 0.075 | 0.070 | 0.075 | 0.079 | 0.072 | 0.080 | 0.085 | 0.077 | 0.005 | 3.143 | 0.016 | 0.008 | 0.016 | 0.064 |
| 3-甲基苯胺 | 0.072 | 0.080 | 0.072 | 0.076 | 0.069 | 0.075 | 0.084 | 0.075 | 0.005 | 3.143 | 0.016 | 0.009 | 0.016 | 0.065 |
| 2-氯苯胺 | 0.074 | 0.072 | 0.076 | 0.089 | 0.071 | 0.084 | 0.084 | 0.079 | 0.007 | 3.143 | 0.022 | 0.010 | 0.022 | 0.088 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.072 | 0.076 | 0.076 | 0.082 | 0.072 | 0.085 | 0.094 | 0.080 | 0.008 | 3.143 | 0.025 | 0.008 | 0.025 | 0.101 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.076 | 0.071 | 0.074 | 0.075 | 0.076 | 0.084 | 0.087 | 0.078 | 0.006 | 3.143 | 0.018 | 0.008 | 0.018 | 0.072 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.080 | 0.080 | 0.074 | 0.082 | 0.081 | 0.089 | 0.084 | 0.081 | 0.005 | 3.143 | 0.014 | 0.010 | 0.014 | 0.057 |
| 3-氯苯胺 | 0.077 | 0.074 | 0.083 | 0.078 | 0.075 | 0.075 | 0.090 | 0.079 | 0.006 | 3.143 | 0.018 | 0.009 | 0.018 | 0.072 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 0.174 | 0.204 | 0.203 | 0.204 | 0.170 | 0.194 | 0.205 | 0.193 | 0.015 | 3.143 | 0.048 | 0.004 | 0.048 | 0.190 |
| 4-氯苯胺 | 0.060 | 0.076 | 0.070 | 0.066 | 0.064 | 0.070 | 0.074 | 0.069 | 0.006 | 3.143 | 0.018 | 0.004 | 0.018 | 0.071 |
| 2-硝基苯胺 | 0.083 | 0.086 | 0.097 | 0.081 | 0.091 | 0.092 | 0.094 | 0.089 | 0.006 | 3.143 | 0.019 | 0.006 | 0.019 | 0.075 |
| 3-硝基苯胺 | 0.175 | 0.174 | 0.186 | 0.174 | 0.219 | 0.212 | 0.197 | 0.191 | 0.019 | 3.143 | 0.059 | 0.007 | 0.059 | 0.236 |
| 1-萘胺 | 0.074 | 0.071 | 0.075 | 0.080 | 0.084 | 0.073 | 0.070 | 0.075 | 0.005 | 3.143 | 0.016 | 0.003 | 0.016 | 0.063 |
| 2-萘胺 | 0.075 | 0.068 | 0.073 | 0.065 | 0.073 | 0.077 | 0.082 | 0.073 | 0.006 | 3.143 | 0.018 | 0.003 | 0.018 | 0.071 |
| 4-硝基苯胺 | 0.231 | 0.240 | 0.220 | 0.218 | 0.255 | 0.215 | 0.246 | 0.232 | 0.015 | 3.143 | 0.048 | 0.008 | 0.048 | 0.193 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.085 | 0.083 | 0.086 | 0.086 | 0.071 | 0.077 | 0.076 | 0.081 | 0.006 | 3.143 | 0.019 | 0.002 | 0.019 | 0.074 |
| 联苯胺 | 0.051 | 0.045 | 0.049 | 0.053 | 0.040 | 0.040 | 0.053 | 0.047 | 0.006 | 3.143 | 0.018 | 0.004 | 0.018 | 0.071 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.166 | 0.180 | 0.178 | 0.168 | 0.160 | 0.153 | 0.200 | 0.172 | 0.015 | 3.143 | 0.049 | 0.004 | 0.049 | 0.195 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 | t 值 | 计算的方法 检出限 (mg/kg) | 仪器检出限 (mg/kg) | 方法检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-------|-------|-------------------------|------------------|------------------|-----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | | | | | | | |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.127 | 0.143 | 0.138 | 0.134 | 0.150 | 0.172 | 0.131 | 0.142 | 0.015 | 3.143 | 0.048 | 0.008 | 0.048 | 0.191 |

1.3 方法精密度测试数据

附表 1-10~附表 1-15 为 6 家验证实验室对低浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-10 空白加标 0.20 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.128 | 0.139 | 0.131 | 0.104 | 0.118 | 0.142 | 0.127 | 0.014 | 11.1 |
| 4-甲基苯胺 | 0.129 | 0.141 | 0.137 | 0.107 | 0.116 | 0.140 | 0.128 | 0.014 | 10.9 |
| 2-甲基苯胺 | 0.134 | 0.142 | 0.137 | 0.108 | 0.120 | 0.153 | 0.132 | 0.016 | 12.1 |
| 3-甲基苯胺 | 0.132 | 0.147 | 0.133 | 0.108 | 0.123 | 0.155 | 0.133 | 0.017 | 12.6 |
| 2-氯苯胺 | 0.133 | 0.138 | 0.132 | 0.117 | 0.111 | 0.142 | 0.129 | 0.012 | 9.5 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.126 | 0.136 | 0.134 | 0.109 | 0.114 | 0.138 | 0.126 | 0.012 | 9.6 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.127 | 0.133 | 0.124 | 0.112 | 0.112 | 0.140 | 0.125 | 0.011 | 9.0 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.128 | 0.132 | 0.126 | 0.104 | 0.105 | 0.134 | 0.122 | 0.013 | 11.1 |
| 3-氯苯胺 | 0.125 | 0.125 | 0.120 | 0.109 | 0.102 | 0.135 | 0.119 | 0.012 | 10.0 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 0.124 | 0.133 | 0.114 | 0.118 | 0.106 | 0.138 | 0.122 | 0.012 | 9.8 |
| 4-氯苯胺 | 0.122 | 0.136 | 0.125 | 0.103 | 0.109 | 0.138 | 0.122 | 0.014 | 11.5 |
| 2-硝基苯胺 | 0.120 | 0.130 | 0.116 | 0.102 | 0.104 | 0.137 | 0.118 | 0.014 | 11.8 |
| 3-硝基苯胺 | 0.114 | 0.148 | 0.123 | 0.124 | 0.104 | 0.137 | 0.125 | 0.016 | 12.6 |
| 1-萘胺 | 0.115 | 0.137 | 0.122 | 0.101 | 0.111 | 0.137 | 0.121 | 0.014 | 12.0 |
| 2-萘胺 | 0.119 | 0.139 | 0.116 | 0.114 | 0.109 | 0.135 | 0.122 | 0.012 | 9.9 |
| 4-硝基苯胺 | 0.119 | 0.150 | 0.127 | 0.123 | 0.118 | 0.142 | 0.130 | 0.013 | 10.1 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.115 | 0.139 | 0.118 | 0.119 | 0.105 | 0.136 | 0.122 | 0.013 | 10.7 |
| 联苯胺 | 0.114 | 0.146 | 0.116 | 0.111 | 0.105 | 0.128 | 0.120 | 0.015 | 12.3 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.107 | 0.150 | 0.115 | 0.114 | 0.111 | 0.150 | 0.125 | 0.020 | 16.0 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.108 | 0.147 | 0.117 | 0.118 | 0.108 | 0.144 | 0.124 | 0.017 | 14.1 |

附表 1-11 空白加标 0.20 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|--------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.082 | 0.079 | 0.081 | 0.093 | 0.100 | 0.090 | 0.088 | 0.008 | 9.4 |
| 4-甲基苯胺 | 0.074 | 0.073 | 0.073 | 0.086 | 0.086 | 0.081 | 0.079 | 0.006 | 8.0 |
| 2-甲基苯胺 | 0.170 | 0.187 | 0.186 | 0.189 | 0.180 | 0.184 | 0.183 | 0.007 | 3.8 |
| 3-甲基苯胺 | 0.081 | 0.079 | 0.080 | 0.101 | 0.095 | 0.091 | 0.088 | 0.009 | 10.4 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2-氯苯胺 | 0.174 | 0.181 | 0.185 | 0.184 | 0.180 | 0.178 | 0.180 | 0.004 | 2.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.161 | 0.167 | 0.170 | 0.171 | 0.172 | 0.176 | 0.170 | 0.005 | 3.0 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.080 | 0.084 | 0.076 | 0.098 | 0.099 | 0.090 | 0.088 | 0.009 | 10.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.170 | 0.186 | 0.184 | 0.188 | 0.180 | 0.186 | 0.182 | 0.007 | 3.6 |
| 3-氯苯胺 | 0.082 | 0.085 | 0.079 | 0.105 | 0.095 | 0.088 | 0.089 | 0.010 | 10.8 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 0.180 | 0.194 | 0.192 | 0.196 | 0.193 | 0.178 | 0.189 | 0.008 | 4.1 |
| 4-氯苯胺 | 0.180 | 0.196 | 0.198 | 0.199 | 0.196 | 0.169 | 0.190 | 0.012 | 6.5 |
| 2-硝基苯胺 | 0.142 | 0.161 | 0.158 | 0.169 | 0.171 | 0.180 | 0.164 | 0.013 | 8.0 |
| 3-硝基苯胺 | 0.151 | 0.157 | 0.160 | 0.166 | 0.164 | 0.172 | 0.162 | 0.007 | 4.5 |
| 1-萘胺 | 0.076 | 0.081 | 0.080 | 0.092 | 0.087 | 0.085 | 0.084 | 0.006 | 6.8 |
| 2-萘胺 | 0.161 | 0.167 | 0.163 | 0.173 | 0.172 | 0.177 | 0.169 | 0.006 | 3.7 |
| 4-硝基苯胺 | 0.146 | 0.151 | 0.152 | 0.163 | 0.166 | 0.181 | 0.160 | 0.013 | 8.0 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.156 | 0.170 | 0.169 | 0.174 | 0.185 | 0.195 | 0.175 | 0.014 | 7.8 |
| 联苯胺 | 0.083 | 0.087 | 0.087 | 0.090 | 0.093 | 0.104 | 0.091 | 0.007 | 8.1 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.094 | 0.088 | 0.088 | 0.093 | 0.104 | 0.110 | 0.096 | 0.009 | 9.3 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.129 | 0.115 | 0.122 | 0.123 | 0.142 | 0.152 | 0.131 | 0.014 | 10.6 |

附表 1-12 空白加标 0.20 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.091 | 0.078 | 0.120 | 0.095 | 0.098 | 0.078 | 0.093 | 0.016 | 16.7 |
| 4-甲基苯胺 | 0.097 | 0.080 | 0.120 | 0.099 | 0.098 | 0.079 | 0.096 | 0.015 | 15.8 |
| 2-甲基苯胺 | 0.093 | 0.079 | 0.110 | 0.094 | 0.097 | 0.078 | 0.092 | 0.012 | 13.1 |
| 3-甲基苯胺 | 0.095 | 0.078 | 0.130 | 0.094 | 0.092 | 0.077 | 0.094 | 0.019 | 20.4 |
| 2-氯苯胺 | 0.094 | 0.075 | 0.120 | 0.098 | 0.099 | 0.078 | 0.094 | 0.016 | 17.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.100 | 0.084 | 0.120 | 0.100 | 0.110 | 0.082 | 0.099 | 0.015 | 14.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.094 | 0.076 | 0.110 | 0.096 | 0.095 | 0.076 | 0.091 | 0.013 | 14.4 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.110 | 0.085 | 0.130 | 0.110 | 0.100 | 0.087 | 0.104 | 0.017 | 16.2 |
| 3-氯苯胺 | 0.100 | 0.082 | 0.130 | 0.110 | 0.110 | 0.077 | 0.102 | 0.020 | 19.4 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 0.099 | 0.079 | 0.110 | 0.098 | 0.098 | 0.077 | 0.094 | 0.013 | 13.7 |
| 4-氯苯胺 | 0.097 | 0.078 | 0.120 | 0.100 | 0.097 | 0.078 | 0.095 | 0.016 | 16.6 |
| 2-硝基苯胺 | 0.099 | 0.079 | 0.110 | 0.096 | 0.100 | 0.074 | 0.093 | 0.014 | 14.7 |
| 3-硝基苯胺 | 0.096 | 0.087 | 0.098 | 0.094 | 0.093 | 0.087 | 0.093 | 0.005 | 5.0 |
| 1-萘胺 | 0.096 | 0.089 | 0.100 | 0.096 | 0.093 | 0.078 | 0.092 | 0.008 | 8.4 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2-萘胺 | 0.099 | 0.084 | 0.110 | 0.086 | 0.110 | 0.086 | 0.096 | 0.012 | 12.7 |
| 4-硝基苯胺 | 0.110 | 0.100 | 0.100 | 0.097 | 0.110 | 0.100 | 0.103 | 0.006 | 5.5 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.140 | 0.130 | 0.160 | 0.130 | 0.140 | 0.130 | 0.138 | 0.012 | 8.5 |
| 联苯胺 | 0.134 | 0.129 | 0.138 | 0.116 | 0.125 | 0.132 | 0.129 | 0.008 | 6.0 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.057 | 0.052 | 0.058 | 0.043 | 0.051 | 0.050 | 0.052 | 0.005 | 10.5 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.160 | 0.180 | 0.150 | 0.160 | 0.180 | 0.170 | 0.167 | 0.012 | 7.3 |

附表 1-13 空白加标 0.20 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.079 | 0.060 | 0.080 | 0.062 | 0.084 | 0.076 | 0.074 | 0.010 | 13.7 |
| 4-甲基苯胺 | 0.073 | 0.062 | 0.079 | 0.070 | 0.083 | 0.077 | 0.074 | 0.007 | 10.0 |
| 2-甲基苯胺 | 0.178 | 0.157 | 0.165 | 0.184 | 0.173 | 0.155 | 0.169 | 0.012 | 6.9 |
| 3-甲基苯胺 | 0.067 | 0.055 | 0.070 | 0.063 | 0.076 | 0.072 | 0.067 | 0.007 | 11.0 |
| 2-氯苯胺 | 0.180 | 0.155 | 0.170 | 0.186 | 0.175 | 0.158 | 0.171 | 0.012 | 7.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.183 | 0.156 | 0.165 | 0.186 | 0.174 | 0.158 | 0.170 | 0.013 | 7.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.068 | 0.057 | 0.075 | 0.063 | 0.077 | 0.071 | 0.069 | 0.008 | 11.0 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.192 | 0.169 | 0.183 | 0.200 | 0.184 | 0.171 | 0.183 | 0.012 | 6.5 |
| 3-氯苯胺 | 0.074 | 0.066 | 0.087 | 0.063 | 0.071 | 0.078 | 0.073 | 0.009 | 11.8 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 0.169 | 0.153 | 0.180 | 0.195 | 0.195 | 0.137 | 0.172 | 0.023 | 13.6 |
| 4-氯苯胺 | 0.167 | 0.156 | 0.181 | 0.196 | 0.200 | 0.140 | 0.173 | 0.023 | 13.5 |
| 2-硝基苯胺 | 0.209 | 0.192 | 0.222 | 0.220 | 0.194 | 0.211 | 0.208 | 0.013 | 6.1 |
| 3-硝基苯胺 | 0.164 | 0.165 | 0.193 | 0.205 | 0.230 | 0.161 | 0.186 | 0.028 | 15.0 |
| 1-萘胺 | 0.156 | 0.136 | 0.153 | 0.162 | 0.179 | 0.120 | 0.151 | 0.021 | 13.6 |
| 2-萘胺 | 0.068 | 0.058 | 0.066 | 0.053 | 0.066 | 0.063 | 0.062 | 0.006 | 9.2 |
| 4-硝基苯胺 | 0.186 | 0.205 | 0.212 | 0.222 | 0.226 | 0.179 | 0.205 | 0.019 | 9.3 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.183 | 0.199 | 0.177 | 0.202 | 0.206 | 0.147 | 0.186 | 0.022 | 11.9 |
| 联苯胺 | 0.181 | 0.183 | 0.148 | 0.186 | 0.135 | 0.159 | 0.165 | 0.021 | 12.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.151 | 0.129 | 0.111 | 0.152 | 0.142 | 0.101 | 0.131 | 0.021 | 16.3 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.178 | 0.201 | 0.179 | 0.188 | 0.212 | 0.142 | 0.183 | 0.024 | 13.2 |

附表 1-14 空白加标 0.20 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022年12月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.080 | 0.087 | 0.080 | 0.082 | 0.072 | 0.094 | 0.083 | 0.007 | 9.0 |
| 4-甲基苯胺 | 0.070 | 0.079 | 0.070 | 0.074 | 0.068 | 0.085 | 0.074 | 0.007 | 8.8 |
| 2-甲基苯胺 | 0.080 | 0.092 | 0.081 | 0.084 | 0.073 | 0.099 | 0.085 | 0.009 | 10.9 |
| 3-甲基苯胺 | 0.077 | 0.092 | 0.082 | 0.083 | 0.076 | 0.099 | 0.085 | 0.009 | 10.6 |
| 2-氯苯胺 | 0.071 | 0.087 | 0.075 | 0.080 | 0.066 | 0.094 | 0.079 | 0.010 | 13.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.070 | 0.081 | 0.069 | 0.078 | 0.071 | 0.096 | 0.078 | 0.010 | 13.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.072 | 0.091 | 0.081 | 0.084 | 0.073 | 0.104 | 0.084 | 0.012 | 14.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.086 | 0.094 | 0.087 | 0.091 | 0.084 | 0.111 | 0.092 | 0.010 | 10.7 |
| 3-氯苯胺 | 0.093 | 0.108 | 0.091 | 0.106 | 0.090 | 0.118 | 0.101 | 0.011 | 11.3 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 0.092 | 0.105 | 0.085 | 0.090 | 0.082 | 0.108 | 0.094 | 0.011 | 11.3 |
| 4-氯苯胺 | 0.096 | 0.102 | 0.084 | 0.092 | 0.083 | 0.107 | 0.094 | 0.010 | 10.2 |
| 2-硝基苯胺 | 0.063 | 0.072 | 0.065 | 0.064 | 0.075 | 0.088 | 0.071 | 0.010 | 13.4 |
| 3-硝基苯胺 | 0.071 | 0.070 | 0.074 | 0.069 | 0.081 | 0.100 | 0.078 | 0.012 | 15.3 |
| 1-萘胺 | 0.097 | 0.103 | 0.098 | 0.102 | 0.107 | 0.128 | 0.106 | 0.011 | 10.8 |
| 2-萘胺 | 0.098 | 0.103 | 0.100 | 0.102 | 0.105 | 0.132 | 0.107 | 0.013 | 11.9 |
| 4-硝基苯胺 | 0.069 | 0.069 | 0.074 | 0.076 | 0.088 | 0.105 | 0.080 | 0.014 | 17.5 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.096 | 0.102 | 0.102 | 0.106 | 0.122 | 0.133 | 0.110 | 0.014 | 12.9 |
| 联苯胺 | 0.054 | 0.049 | 0.047 | 0.049 | 0.058 | 0.064 | 0.054 | 0.007 | 12.2 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.062 | 0.061 | 0.056 | 0.057 | 0.073 | 0.076 | 0.064 | 0.008 | 13.1 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.082 | 0.078 | 0.068 | 0.076 | 0.084 | 0.098 | 0.081 | 0.010 | 12.4 |

附表 1-15 空白加标 0.20 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022年12月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.078 | 0.078 | 0.079 | 0.084 | 0.074 | 0.082 | 0.079 | 0.003 | 4.4 |
| 4-甲基苯胺 | 0.073 | 0.072 | 0.073 | 0.074 | 0.076 | 0.080 | 0.075 | 0.003 | 3.9 |
| 2-甲基苯胺 | 0.075 | 0.070 | 0.075 | 0.079 | 0.072 | 0.080 | 0.075 | 0.004 | 5.1 |
| 3-甲基苯胺 | 0.072 | 0.080 | 0.072 | 0.076 | 0.069 | 0.075 | 0.074 | 0.004 | 5.2 |
| 2-氯苯胺 | 0.074 | 0.072 | 0.076 | 0.089 | 0.071 | 0.084 | 0.078 | 0.007 | 9.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.072 | 0.076 | 0.076 | 0.082 | 0.072 | 0.085 | 0.077 | 0.005 | 6.9 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.076 | 0.071 | 0.074 | 0.075 | 0.076 | 0.084 | 0.076 | 0.004 | 5.7 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.080 | 0.080 | 0.074 | 0.082 | 0.081 | 0.089 | 0.081 | 0.005 | 5.9 |
| 3-氯苯胺 | 0.077 | 0.074 | 0.083 | 0.078 | 0.075 | 0.075 | 0.077 | 0.003 | 4.3 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 0.174 | 0.204 | 0.203 | 0.204 | 0.170 | 0.194 | 0.192 | 0.016 | 8.2 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 代物) | | | | | | | | | |
| 4-氯苯胺 | 0.060 | 0.076 | 0.070 | 0.066 | 0.064 | 0.070 | 0.068 | 0.006 | 8.2 |
| 2-硝基苯胺 | 0.083 | 0.086 | 0.097 | 0.081 | 0.091 | 0.092 | 0.088 | 0.006 | 6.9 |
| 3-硝基苯胺 | 0.175 | 0.174 | 0.186 | 0.174 | 0.219 | 0.212 | 0.190 | 0.020 | 10.7 |
| 1-萘胺 | 0.074 | 0.071 | 0.075 | 0.080 | 0.084 | 0.073 | 0.076 | 0.005 | 6.4 |
| 2-萘胺 | 0.075 | 0.068 | 0.073 | 0.065 | 0.073 | 0.077 | 0.072 | 0.004 | 6.3 |
| 4-硝基苯胺 | 0.231 | 0.240 | 0.220 | 0.218 | 0.255 | 0.215 | 0.230 | 0.015 | 6.7 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.085 | 0.083 | 0.086 | 0.086 | 0.071 | 0.077 | 0.081 | 0.006 | 7.5 |
| 联苯胺 | 0.051 | 0.045 | 0.049 | 0.053 | 0.040 | 0.040 | 0.046 | 0.006 | 12.0 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.166 | 0.180 | 0.178 | 0.168 | 0.160 | 0.153 | 0.168 | 0.010 | 6.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.127 | 0.143 | 0.138 | 0.134 | 0.150 | 0.172 | 0.144 | 0.016 | 11.0 |

附表 1-16~附表 1-21 为 6 家验证实验室对中等浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-16 空白加标 5.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 3.66 | 3.82 | 3.93 | 3.40 | 3.40 | 3.70 | 3.65 | 0.217 | 5.9 |
| 4-甲基苯胺 | 3.47 | 3.50 | 3.71 | 3.41 | 3.45 | 3.66 | 3.53 | 0.122 | 3.5 |
| 2-甲基苯胺 | 3.42 | 3.56 | 3.71 | 3.47 | 3.47 | 3.71 | 3.56 | 0.127 | 3.6 |
| 3-甲基苯胺 | 3.50 | 3.61 | 3.74 | 3.45 | 3.50 | 3.72 | 3.59 | 0.123 | 3.4 |
| 2-氯苯胺 | 3.49 | 3.61 | 3.77 | 3.53 | 3.56 | 3.77 | 3.62 | 0.121 | 3.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 3.48 | 3.52 | 3.75 | 3.41 | 3.51 | 3.69 | 3.56 | 0.131 | 3.7 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 3.43 | 3.60 | 3.78 | 3.50 | 3.58 | 3.75 | 3.61 | 0.137 | 3.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | 3.47 | 3.56 | 3.74 | 3.47 | 3.54 | 3.71 | 3.58 | 0.117 | 3.3 |
| 3-氯苯胺 | 3.48 | 3.62 | 3.79 | 3.57 | 3.63 | 3.75 | 3.64 | 0.115 | 3.1 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 3.52 | 3.74 | 3.90 | 3.72 | 3.73 | 3.83 | 3.74 | 0.129 | 3.4 |
| 4-氯苯胺 | 3.47 | 3.70 | 3.85 | 3.70 | 3.65 | 3.79 | 3.69 | 0.131 | 3.5 |
| 2-硝基苯胺 | 3.52 | 3.63 | 3.71 | 3.77 | 3.72 | 3.66 | 3.67 | 0.088 | 2.4 |
| 3-硝基苯胺 | 3.39 | 3.31 | 3.54 | 3.40 | 3.36 | 3.53 | 3.42 | 0.093 | 2.7 |
| 1-萘胺 | 3.39 | 3.39 | 3.66 | 3.55 | 3.50 | 3.65 | 3.52 | 0.120 | 3.4 |
| 2-萘胺 | 3.40 | 3.41 | 3.71 | 3.62 | 3.54 | 3.71 | 3.57 | 0.139 | 3.9 |
| 4-硝基苯胺 | 3.49 | 3.48 | 3.58 | 3.72 | 3.59 | 3.59 | 3.58 | 0.087 | 2.4 |
| 4-氨基联苯胺 | 3.62 | 3.62 | 3.79 | 3.93 | 3.80 | 3.74 | 3.75 | 0.119 | 3.2 |
| 联苯胺 | 3.63 | 3.59 | 3.59 | 3.85 | 3.79 | 3.42 | 3.65 | 0.155 | 4.2 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 3.77 | 3.64 | 3.60 | 3.80 | 3.74 | 3.44 | 3.67 | 0.134 | 3.7 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 3.74 | 3.76 | 3.57 | 3.95 | 3.94 | 3.66 | 3.77 | 0.151 | 4.0 |

附表 1-17 空白加标 5.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 4.04 | 4.55 | 4.34 | 4.26 | 4.28 | 4.74 | 4.37 | 0.245 | 5.6 |
| 4-甲基苯胺 | 4.04 | 4.15 | 4.22 | 4.44 | 4.27 | 4.85 | 4.33 | 0.288 | 6.7 |
| 2-甲基苯胺 | 4.56 | 4.92 | 4.07 | 4.27 | 4.11 | 4.89 | 4.47 | 0.379 | 8.5 |
| 3-甲基苯胺 | 4.07 | 4.98 | 4.20 | 3.79 | 4.29 | 4.10 | 4.24 | 0.401 | 9.5 |
| 2-氯苯胺 | 4.98 | 4.12 | 4.81 | 4.21 | 4.79 | 4.13 | 4.51 | 0.394 | 8.7 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 4.90 | 4.54 | 4.78 | 3.79 | 4.63 | 4.01 | 4.44 | 0.443 | 10.0 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 4.89 | 4.76 | 4.29 | 4.22 | 4.39 | 4.01 | 4.43 | 0.335 | 7.6 |
| 2-甲氧基苯胺 | 4.65 | 4.78 | 4.68 | 4.12 | 4.34 | 4.88 | 4.58 | 0.288 | 6.3 |
| 3-氯苯胺 | 4.26 | 4.38 | 4.67 | 4.41 | 4.89 | 4.07 | 4.45 | 0.293 | 6.6 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 4.89 | 4.21 | 4.45 | 4.12 | 4.36 | 4.38 | 4.40 | 0.268 | 6.1 |
| 4-氯苯胺 | 4.45 | 4.58 | 4.21 | 4.24 | 4.68 | 4.79 | 4.49 | 0.235 | 5.2 |
| 2-硝基苯胺 | 4.51 | 4.98 | 4.54 | 4.17 | 4.37 | 4.15 | 4.45 | 0.306 | 6.9 |
| 3-硝基苯胺 | 4.55 | 4.44 | 4.59 | 4.56 | 4.56 | 4.78 | 4.58 | 0.111 | 2.4 |
| 1-萘胺 | 4.58 | 4.74 | 4.18 | 4.36 | 4.23 | 4.74 | 4.47 | 0.250 | 5.6 |
| 2-萘胺 | 4.18 | 4.15 | 4.09 | 4.42 | 4.16 | 4.78 | 4.30 | 0.263 | 6.1 |
| 4-硝基苯胺 | 4.19 | 4.25 | 4.06 | 4.88 | 4.23 | 4.41 | 4.34 | 0.289 | 6.7 |
| 4-氨基联苯胺 | 4.08 | 4.20 | 4.02 | 4.29 | 4.21 | 4.26 | 4.18 | 0.105 | 2.5 |
| 联苯胺 | 3.36 | 3.59 | 3.24 | 3.69 | 3.56 | 3.67 | 3.52 | 0.180 | 5.1 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 3.53 | 3.76 | 3.43 | 3.90 | 3.76 | 3.90 | 3.71 | 0.194 | 5.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 3.52 | 3.63 | 3.46 | 3.82 | 3.65 | 3.76 | 3.64 | 0.137 | 3.8 |

附表 1-18 空白加标 5.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 3.43 | 3.38 | 3.64 | 3.31 | 3.30 | 3.59 | 3.44 | 0.143 | 4.2 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 4-甲基苯胺 | 3.48 | 3.44 | 3.76 | 3.46 | 3.43 | 3.86 | 3.57 | 0.188 | 5.3 |
| 2-甲基苯胺 | 3.61 | 3.54 | 3.84 | 3.44 | 3.48 | 3.80 | 3.62 | 0.167 | 4.6 |
| 3-甲基苯胺 | 3.59 | 3.48 | 3.80 | 3.40 | 3.39 | 3.78 | 3.57 | 0.183 | 5.1 |
| 2-氯苯胺 | 3.57 | 3.45 | 3.76 | 3.31 | 3.37 | 3.71 | 3.53 | 0.183 | 5.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 3.57 | 3.49 | 3.82 | 3.45 | 3.56 | 3.86 | 3.63 | 0.173 | 4.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 3.66 | 3.48 | 3.77 | 3.36 | 3.39 | 3.70 | 3.56 | 0.173 | 4.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | 3.58 | 3.55 | 3.88 | 3.53 | 3.62 | 3.93 | 3.68 | 0.176 | 4.8 |
| 3-氯苯胺 | 3.60 | 3.56 | 3.82 | 3.49 | 3.58 | 3.92 | 3.66 | 0.169 | 4.6 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 3.67 | 3.53 | 3.81 | 3.37 | 3.38 | 3.73 | 3.58 | 0.184 | 5.1 |
| 4-氯苯胺 | 3.66 | 3.53 | 3.80 | 3.36 | 3.37 | 3.70 | 3.57 | 0.181 | 5.1 |
| 2-硝基苯胺 | 3.79 | 3.88 | 4.57 | 4.36 | 4.80 | 4.96 | 4.39 | 0.479 | 10.9 |
| 3-硝基苯胺 | 3.93 | 3.96 | 5.52 | 4.40 | 4.52 | 4.84 | 4.53 | 0.596 | 13.2 |
| 1-萘胺 | 3.36 | 3.15 | 3.60 | 3.49 | 3.16 | 3.70 | 3.41 | 0.228 | 6.7 |
| 2-萘胺 | 3.53 | 3.38 | 3.82 | 3.62 | 3.30 | 3.88 | 3.59 | 0.232 | 6.5 |
| 4-硝基苯胺 | 3.93 | 4.10 | 4.68 | 4.66 | 4.43 | 5.10 | 4.48 | 0.426 | 9.5 |
| 4-氨基联苯胺 | 3.84 | 3.70 | 4.16 | 4.03 | 3.80 | 4.34 | 3.98 | 0.243 | 6.1 |
| 联苯胺 | 3.22 | 2.91 | 3.70 | 3.81 | 3.54 | 4.38 | 3.59 | 0.507 | 14.1 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 3.09 | 3.25 | 3.65 | 4.00 | 3.70 | 4.31 | 3.67 | 0.454 | 12.4 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 3.28 | 3.53 | 4.16 | 4.08 | 4.34 | 4.63 | 4.00 | 0.507 | 12.7 |

附表 1-19 空白加标 5.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 4.03 | 4.57 | 3.98 | 4.02 | 4.79 | 4.14 | 4.26 | 0.341 | 8.0 |
| 4-甲基苯胺 | 4.22 | 4.82 | 4.18 | 4.22 | 4.93 | 4.20 | 4.43 | 0.348 | 7.9 |
| 2-甲基苯胺 | 4.19 | 4.76 | 4.16 | 4.16 | 4.84 | 4.21 | 4.39 | 0.322 | 7.3 |
| 3-甲基苯胺 | 4.30 | 4.88 | 4.25 | 4.24 | 4.91 | 4.20 | 4.46 | 0.336 | 7.5 |
| 2-氯苯胺 | 4.15 | 4.77 | 4.18 | 4.26 | 4.92 | 4.25 | 4.42 | 0.334 | 7.6 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 4.26 | 4.86 | 4.29 | 4.26 | 4.94 | 4.24 | 4.48 | 0.331 | 7.4 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 4.24 | 4.84 | 4.28 | 4.25 | 4.91 | 4.27 | 4.47 | 0.319 | 7.1 |
| 2-甲氧基苯胺 | 4.35 | 5.02 | 4.45 | 4.33 | 4.98 | 4.31 | 4.57 | 0.334 | 7.3 |
| 3-氯苯胺 | 4.09 | 4.35 | 4.07 | 4.04 | 4.26 | 3.97 | 4.13 | 0.144 | 3.5 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 4.19 | 4.40 | 4.13 | 4.11 | 4.33 | 4.07 | 4.21 | 0.132 | 3.1 |
| 4-氯苯胺 | 4.19 | 4.38 | 4.11 | 4.05 | 4.34 | 4.08 | 4.19 | 0.139 | 3.3 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2-硝基苯胺 | 4.77 | 5.06 | 5.01 | 4.76 | 5.28 | 4.40 | 4.88 | 0.305 | 6.3 |
| 3-硝基苯胺 | 5.00 | 5.11 | 5.11 | 4.91 | 5.14 | 4.77 | 5.01 | 0.145 | 2.9 |
| 1-萘胺 | 4.59 | 4.51 | 4.55 | 4.18 | 4.35 | 4.45 | 4.44 | 0.152 | 3.4 |
| 2-萘胺 | 4.64 | 4.55 | 4.52 | 4.25 | 4.37 | 4.49 | 4.47 | 0.139 | 3.1 |
| 4-硝基苯胺 | 5.49 | 5.30 | 5.45 | 5.21 | 5.30 | 5.22 | 5.33 | 0.117 | 2.2 |
| 4-氨基联苯胺 | 5.14 | 4.91 | 5.04 | 4.59 | 4.64 | 4.99 | 4.89 | 0.223 | 4.6 |
| 联苯胺 | 4.61 | 4.27 | 4.61 | 4.20 | 4.08 | 4.34 | 4.35 | 0.218 | 5.0 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 4.70 | 4.30 | 4.62 | 4.16 | 4.12 | 4.40 | 4.38 | 0.238 | 5.4 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 4.59 | 4.29 | 4.48 | 4.05 | 3.95 | 4.65 | 4.34 | 0.289 | 6.7 |

附表 1-20 空白加标 5.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 4.14 | 4.16 | 3.21 | 3.15 | 3.78 | 4.20 | 3.77 | 0.484 | 12.8 |
| 4-甲基苯胺 | 3.63 | 3.64 | 3.23 | 3.20 | 3.61 | 4.44 | 3.63 | 0.448 | 12.3 |
| 2-甲基苯胺 | 4.41 | 4.47 | 3.34 | 3.24 | 3.99 | 4.38 | 3.97 | 0.555 | 14.0 |
| 3-甲基苯胺 | 4.35 | 4.38 | 3.34 | 3.27 | 3.96 | 4.40 | 3.95 | 0.526 | 13.3 |
| 2-氯苯胺 | 4.87 | 4.92 | 3.48 | 3.30 | 4.16 | 4.40 | 4.19 | 0.684 | 16.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 3.61 | 3.68 | 3.10 | 3.02 | 3.56 | 4.07 | 3.51 | 0.391 | 11.1 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 4.58 | 4.63 | 3.44 | 3.32 | 4.06 | 4.42 | 4.08 | 0.575 | 14.1 |
| 2-甲氧基苯胺 | 4.65 | 4.78 | 3.88 | 3.69 | 4.46 | 4.73 | 4.37 | 0.466 | 10.7 |
| 3-氯苯胺 | 4.88 | 5.14 | 4.13 | 3.81 | 4.64 | 4.95 | 4.59 | 0.517 | 11.3 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 4.53 | 4.56 | 3.56 | 3.54 | 4.07 | 4.55 | 4.14 | 0.489 | 11.8 |
| 4-氯苯胺 | 4.58 | 4.52 | 3.55 | 3.53 | 4.12 | 4.55 | 4.14 | 0.495 | 12.0 |
| 2-硝基苯胺 | 4.94 | 5.13 | 4.35 | 4.08 | 4.92 | 4.85 | 4.71 | 0.405 | 8.6 |
| 3-硝基苯胺 | 5.04 | 5.38 | 4.76 | 4.29 | 5.34 | 4.98 | 4.97 | 0.404 | 8.1 |
| 1-萘胺 | 4.69 | 4.95 | 4.45 | 4.08 | 4.82 | 4.73 | 4.62 | 0.312 | 6.8 |
| 2-萘胺 | 4.38 | 4.69 | 4.58 | 4.12 | 4.84 | 4.86 | 4.58 | 0.286 | 6.3 |
| 4-硝基苯胺 | 5.29 | 5.72 | 5.40 | 4.50 | 6.02 | 5.06 | 5.33 | 0.528 | 9.9 |
| 4-氨基联苯胺 | 4.92 | 5.33 | 5.38 | 4.60 | 5.77 | 5.26 | 5.21 | 0.404 | 7.8 |
| 联苯胺 | 2.87 | 3.33 | 4.06 | 3.17 | 4.19 | 3.67 | 3.55 | 0.518 | 14.6 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 2.90 | 3.35 | 4.31 | 3.12 | 4.45 | 3.59 | 3.62 | 0.634 | 17.5 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 4.46 | 4.97 | 5.39 | 3.77 | 5.11 | 4.50 | 4.70 | 0.580 | 12.3 |

附表 1-21 空白加标 5.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 3.91 | 4.24 | 4.22 | 4.38 | 4.84 | 4.52 | 4.35 | 0.314 | 7.2 |
| 4-甲基苯胺 | 3.97 | 4.33 | 4.35 | 4.53 | 4.97 | 4.64 | 4.47 | 0.337 | 7.5 |
| 2-甲基苯胺 | 3.90 | 4.26 | 4.26 | 4.38 | 4.84 | 4.49 | 4.36 | 0.310 | 7.1 |
| 3-甲基苯胺 | 3.94 | 4.31 | 4.32 | 4.43 | 4.90 | 4.56 | 4.41 | 0.317 | 7.2 |
| 2-氯苯胺 | 3.81 | 4.17 | 4.17 | 4.31 | 4.76 | 4.43 | 4.28 | 0.316 | 7.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 4.01 | 4.38 | 4.40 | 4.50 | 4.96 | 4.65 | 4.48 | 0.315 | 7.0 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 3.93 | 4.26 | 4.28 | 4.35 | 4.83 | 4.53 | 4.36 | 0.300 | 6.9 |
| 2-甲氧基苯胺 | 4.04 | 4.41 | 4.47 | 4.55 | 4.95 | 4.71 | 4.52 | 0.306 | 6.8 |
| 3-氯苯胺 | 4.04 | 4.38 | 4.46 | 4.55 | 4.89 | 4.69 | 4.50 | 0.289 | 6.4 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 5.32 | 5.71 | 5.81 | 6.00 | 6.41 | 6.15 | 5.90 | 0.378 | 6.4 |
| 4-氯苯胺 | 4.05 | 4.39 | 4.46 | 4.53 | 4.84 | 4.67 | 4.49 | 0.269 | 6.0 |
| 2-硝基苯胺 | 4.02 | 4.41 | 4.59 | 4.72 | 4.74 | 4.84 | 4.55 | 0.300 | 6.6 |
| 3-硝基苯胺 | 4.41 | 4.79 | 5.01 | 5.12 | 5.07 | 5.19 | 4.93 | 0.290 | 5.9 |
| 1-萘胺 | 4.27 | 4.64 | 4.86 | 4.94 | 4.86 | 5.05 | 4.77 | 0.279 | 5.9 |
| 2-萘胺 | 4.29 | 4.65 | 4.87 | 4.98 | 4.94 | 5.01 | 4.79 | 0.277 | 5.8 |
| 4-硝基苯胺 | 4.46 | 4.87 | 5.06 | 4.95 | 5.00 | 5.16 | 4.92 | 0.244 | 5.0 |
| 4-氨基联苯胺 | 4.47 | 4.82 | 5.14 | 5.10 | 5.08 | 5.24 | 4.98 | 0.284 | 5.7 |
| 联苯胺 | 4.33 | 4.93 | 5.32 | 5.08 | 5.04 | 5.60 | 5.05 | 0.426 | 8.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 4.10 | 4.64 | 5.08 | 4.71 | 4.71 | 5.24 | 4.75 | 0.397 | 8.4 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 4.29 | 4.72 | 5.17 | 4.92 | 4.96 | 5.23 | 4.88 | 0.343 | 7.0 |

附表 1-22~附表 1-27 为 6 家验证实验室对高浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-22 空白加标 20.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-----------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 14.0 | 12.8 | 14.4 | 13.5 | 12.7 | 14.6 | 13.7 | 0.804 | 5.9 |
| 4-甲基苯胺 | 14.9 | 13.3 | 15.1 | 14.2 | 13.1 | 15.3 | 14.3 | 0.943 | 6.6 |
| 2-甲基苯胺 | 14.6 | 13.2 | 14.5 | 13.6 | 12.7 | 14.8 | 13.9 | 0.858 | 6.2 |
| 3-甲基苯胺 | 14.8 | 13.3 | 14.7 | 13.7 | 12.8 | 14.9 | 14.0 | 0.889 | 6.3 |
| 2-氯苯胺 | 14.9 | 13.5 | 14.9 | 13.9 | 12.9 | 15.2 | 14.2 | 0.922 | 6.5 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 15.2 | 13.6 | 15.2 | 14.2 | 13.0 | 15.5 | 14.5 | 1.01 | 7.0 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2,6-二甲基苯胺 | 15.0 | 13.5 | 14.8 | 13.8 | 12.8 | 15.1 | 14.2 | 0.940 | 6.6 |
| 2-甲氧基苯胺 | 15.3 | 13.6 | 15.0 | 14.0 | 12.8 | 15.4 | 14.4 | 1.05 | 7.3 |
| 3-氯苯胺 | 15.3 | 13.8 | 14.9 | 13.9 | 12.8 | 15.4 | 14.4 | 1.02 | 7.1 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 15.4 | 13.9 | 14.8 | 13.8 | 12.7 | 15.3 | 14.3 | 1.04 | 7.3 |
| 4-氯苯胺 | 15.2 | 13.8 | 14.8 | 13.8 | 12.7 | 15.2 | 14.3 | 0.991 | 7.0 |
| 2-硝基苯胺 | 16.0 | 14.7 | 14.5 | 13.9 | 12.6 | 16.2 | 14.7 | 1.34 | 9.2 |
| 3-硝基苯胺 | 14.3 | 13.7 | 13.8 | 13.9 | 12.6 | 14.6 | 13.8 | 0.685 | 5.0 |
| 1-萘胺 | 14.2 | 14.0 | 13.5 | 13.7 | 12.9 | 14.0 | 13.7 | 0.471 | 3.4 |
| 2-萘胺 | 14.3 | 14.4 | 13.3 | 13.7 | 13.1 | 14.0 | 13.8 | 0.529 | 3.8 |
| 4-硝基苯胺 | 14.5 | 14.1 | 13.7 | 14.2 | 12.7 | 14.9 | 14.0 | 0.760 | 5.4 |
| 4-氨基联苯胺 | 14.5 | 14.7 | 13.0 | 13.8 | 13.1 | 14.0 | 13.9 | 0.701 | 5.1 |
| 联苯胺 | 15.6 | 14.6 | 14.2 | 15.0 | 13.9 | 15.0 | 14.7 | 0.615 | 4.2 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 15.8 | 14.8 | 14.6 | 15.4 | 14.2 | 15.4 | 15.0 | 0.599 | 4.0 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 16.0 | 14.8 | 15.4 | 15.6 | 14.5 | 15.9 | 15.4 | 0.602 | 3.9 |

附表 1-23 空白加标 20.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 12.9 | 12.9 | 12.9 | 15.5 | 15.7 | 15.3 | 14.2 | 1.43 | 10.1 |
| 4-甲基苯胺 | 13.8 | 13.9 | 13.8 | 16.5 | 16.6 | 15.8 | 15.1 | 1.38 | 9.2 |
| 2-甲基苯胺 | 13.3 | 13.5 | 13.5 | 16.1 | 16.2 | 15.3 | 14.7 | 1.37 | 9.4 |
| 3-甲基苯胺 | 13.8 | 14.0 | 13.9 | 16.4 | 16.5 | 15.5 | 15.0 | 1.27 | 8.5 |
| 2-氯苯胺 | 13.4 | 13.6 | 13.5 | 16.1 | 16.3 | 15.6 | 14.8 | 1.39 | 9.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 12.8 | 13.0 | 13.0 | 15.1 | 15.4 | 14.6 | 14.0 | 1.18 | 8.4 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 12.5 | 12.7 | 12.7 | 14.8 | 15.0 | 14.1 | 13.6 | 1.14 | 8.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | 12.9 | 13.2 | 13.0 | 15.1 | 15.4 | 13.8 | 13.9 | 1.10 | 7.9 |
| 3-氯苯胺 | 13.3 | 13.4 | 13.2 | 15.2 | 15.6 | 13.3 | 14.0 | 1.09 | 7.8 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 13.0 | 13.2 | 13.2 | 14.8 | 15.0 | 13.6 | 13.8 | 0.876 | 6.4 |
| 4-氯苯胺 | 12.8 | 13.0 | 13.1 | 14.7 | 14.9 | 13.4 | 13.7 | 0.914 | 6.7 |
| 2-硝基苯胺 | 15.4 | 15.8 | 15.5 | 17.6 | 18.3 | 14.9 | 16.3 | 1.37 | 8.4 |
| 3-硝基苯胺 | 14.7 | 14.6 | 14.3 | 17.1 | 17.4 | 15.2 | 15.6 | 1.35 | 8.7 |
| 1-萘胺 | 13.4 | 13.5 | 13.3 | 15.3 | 15.5 | 14.1 | 14.2 | 0.985 | 6.9 |
| 2-萘胺 | 13.4 | 13.5 | 13.2 | 15.3 | 15.3 | 13.7 | 14.1 | 0.969 | 6.9 |
| 4-硝基苯胺 | 14.9 | 15.1 | 14.4 | 17.5 | 17.9 | 13.8 | 15.6 | 1.69 | 10.8 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 4-氨基联苯胺 | 14.3 | 14.3 | 13.8 | 16.0 | 16.3 | 13.9 | 14.8 | 1.09 | 7.4 |
| 联苯胺 | 14.8 | 15.2 | 14.0 | 16.9 | 18.0 | 12.8 | 15.3 | 1.90 | 12.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 16.5 | 17.1 | 15.5 | 18.0 | 19.9 | 13.4 | 16.7 | 2.21 | 13.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 17.1 | 17.8 | 15.6 | 18.3 | 21.1 | 15.6 | 17.6 | 2.05 | 11.7 |

附表 1-24 空白加标 20.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 15.9 | 15.1 | 15.2 | 15.9 | 15.1 | 15.0 | 15.4 | 0.418 | 2.7 |
| 4-甲基苯胺 | 17.3 | 16.5 | 16.7 | 17.2 | 16.5 | 16.8 | 16.8 | 0.344 | 2.0 |
| 2-甲基苯胺 | 16.3 | 15.3 | 15.5 | 16.0 | 15.0 | 15.3 | 15.6 | 0.489 | 3.1 |
| 3-甲基苯胺 | 16.2 | 15.3 | 15.5 | 15.9 | 14.8 | 15.1 | 15.5 | 0.516 | 3.3 |
| 2-氯苯胺 | 16.2 | 15.3 | 15.6 | 16.0 | 14.9 | 15.4 | 15.6 | 0.476 | 3.1 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 17.4 | 16.6 | 17.0 | 17.4 | 16.2 | 16.8 | 16.9 | 0.469 | 2.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 15.9 | 15.1 | 15.6 | 15.8 | 14.8 | 15.2 | 15.4 | 0.434 | 2.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | 17.6 | 16.8 | 17.4 | 17.7 | 16.4 | 17.2 | 17.2 | 0.500 | 2.9 |
| 3-氯苯胺 | 17.1 | 16.5 | 17.1 | 17.2 | 15.6 | 16.7 | 16.7 | 0.603 | 3.6 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 16.1 | 15.4 | 15.9 | 16.0 | 15.2 | 15.7 | 15.7 | 0.354 | 2.3 |
| 4-氯苯胺 | 15.9 | 15.3 | 15.8 | 15.9 | 15.0 | 15.6 | 15.6 | 0.366 | 2.3 |
| 2-硝基苯胺 | 18.6 | 16.8 | 17.7 | 18.6 | 16.9 | 18.0 | 17.8 | 0.792 | 4.5 |
| 3-硝基苯胺 | 18.8 | 16.9 | 17.8 | 18.8 | 17.0 | 17.9 | 17.9 | 0.829 | 4.6 |
| 1-萘胺 | 16.2 | 14.7 | 15.3 | 16.0 | 14.8 | 15.3 | 15.4 | 0.611 | 4.0 |
| 2-萘胺 | 16.2 | 14.7 | 15.2 | 15.9 | 14.8 | 15.1 | 15.3 | 0.605 | 3.9 |
| 4-硝基苯胺 | 19.5 | 17.1 | 18.2 | 18.8 | 17.8 | 18.8 | 18.4 | 0.850 | 4.6 |
| 4-氨基联苯胺 | 17.9 | 16.3 | 16.9 | 17.5 | 16.5 | 17.0 | 17.0 | 0.601 | 3.5 |
| 联苯胺 | 18.5 | 17.1 | 17.7 | 18.5 | 17.6 | 17.9 | 17.9 | 0.546 | 3.1 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 18.7 | 17.3 | 18.3 | 18.8 | 17.7 | 18.5 | 18.2 | 0.595 | 3.3 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 18.9 | 17.2 | 17.9 | 19.1 | 17.7 | 18.4 | 18.2 | 0.732 | 4.0 |

附表 1-25 空白加标 20.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | 平均值 | 标准偏差 | 相对标准 |
|-------|-------------|-----|------|------|
|-------|-------------|-----|------|------|

| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
|------------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|-------|-----|
| 苯胺 | 15.7 | 18.9 | 16.6 | 16.6 | 16.7 | 17.9 | 17.1 | 1.14 | 6.7 |
| 4-甲基苯胺 | 15.8 | 18.7 | 16.7 | 16.8 | 16.6 | 18.2 | 17.1 | 1.09 | 6.4 |
| 2-甲基苯胺 | 16.3 | 19.4 | 17.6 | 17.3 | 17.7 | 19.1 | 17.9 | 1.16 | 6.5 |
| 3-甲基苯胺 | 16.6 | 19.8 | 17.9 | 17.8 | 17.8 | 19.3 | 18.2 | 1.16 | 6.4 |
| 2-氯苯胺 | 16.3 | 19.5 | 17.8 | 17.6 | 17.5 | 19.1 | 18.0 | 1.17 | 6.5 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 16.5 | 19.6 | 17.9 | 17.6 | 17.6 | 19.2 | 18.1 | 1.14 | 6.3 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 16.7 | 19.8 | 18.2 | 18.0 | 18.0 | 19.5 | 18.4 | 1.13 | 6.2 |
| 2-甲氧基苯胺 | 16.7 | 19.7 | 18.3 | 17.9 | 17.8 | 19.4 | 18.3 | 1.11 | 6.1 |
| 3-氯苯胺 | 18.3 | 21.6 | 19.3 | 19.1 | 18.7 | 20.8 | 19.6 | 1.29 | 6.6 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 17.6 | 20.8 | 18.8 | 18.5 | 18.3 | 20.2 | 19.0 | 1.22 | 6.4 |
| 4-氯苯胺 | 17.7 | 20.8 | 18.8 | 18.5 | 18.4 | 20.1 | 19.1 | 1.16 | 6.1 |
| 2-硝基苯胺 | 18.3 | 22.5 | 20.6 | 20.9 | 19.9 | 22.0 | 20.7 | 1.51 | 7.3 |
| 3-硝基苯胺 | 18.7 | 21.9 | 20.4 | 20.5 | 19.5 | 21.2 | 20.4 | 1.15 | 5.6 |
| 1-萘胺 | 18.7 | 21.6 | 20.0 | 20.0 | 19.0 | 20.3 | 19.9 | 1.03 | 5.2 |
| 2-萘胺 | 18.6 | 21.7 | 20.0 | 20.2 | 19.1 | 20.8 | 20.1 | 1.12 | 5.6 |
| 4-硝基苯胺 | 19.6 | 22.3 | 20.9 | 21.1 | 20.7 | 22.0 | 21.1 | 0.970 | 4.6 |
| 4-氨基联苯胺 | 20.6 | 23.1 | 21.7 | 21.7 | 21.2 | 22.1 | 21.7 | 0.845 | 3.9 |
| 联苯胺 | 19.3 | 21.7 | 19.9 | 20.3 | 19.5 | 20.7 | 20.2 | 0.882 | 4.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 19.5 | 22.0 | 20.1 | 20.4 | 19.8 | 21.0 | 20.5 | 0.911 | 4.5 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 19.6 | 22.1 | 19.8 | 20.3 | 19.7 | 20.9 | 20.4 | 0.963 | 4.7 |

附表 1-26 空白加标 20.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 14.6 | 14.8 | 13.4 | 13.8 | 13.7 | 15.4 | 14.3 | 0.770 | 5.4 |
| 4-甲基苯胺 | 14.7 | 14.7 | 13.5 | 14.0 | 14.2 | 15.6 | 14.5 | 0.723 | 5.0 |
| 2-甲基苯胺 | 15.6 | 15.5 | 14.0 | 14.6 | 14.4 | 15.8 | 15.0 | 0.744 | 5.0 |
| 3-甲基苯胺 | 15.8 | 15.6 | 14.0 | 14.6 | 14.6 | 15.9 | 15.1 | 0.786 | 5.2 |
| 2-氯苯胺 | 16.2 | 15.9 | 14.2 | 14.8 | 14.7 | 15.7 | 15.3 | 0.792 | 5.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 15.2 | 15.1 | 13.7 | 14.4 | 14.5 | 15.6 | 14.8 | 0.683 | 4.6 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 16.1 | 15.8 | 14.2 | 14.9 | 14.7 | 15.8 | 15.3 | 0.756 | 5.0 |
| 2-甲氧基苯胺 | 17.0 | 16.4 | 14.7 | 15.6 | 15.5 | 16.2 | 15.9 | 0.805 | 5.1 |
| 3-氯苯胺 | 17.4 | 16.4 | 14.8 | 15.8 | 15.8 | 16.2 | 16.1 | 0.855 | 5.3 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 14.7 | 15.6 | 14.4 | 14.5 | 14.5 | 16.3 | 15.0 | 0.775 | 5.2 |
| 4-氯苯胺 | 14.7 | 15.6 | 14.3 | 14.5 | 14.4 | 16.3 | 15.0 | 0.804 | 5.4 |
| 2-硝基苯胺 | 17.3 | 16.3 | 15.4 | 16.3 | 16.2 | 16.4 | 16.3 | 0.605 | 3.7 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3-硝基苯胺 | 18.1 | 15.7 | 15.2 | 16.3 | 16.5 | 16.0 | 16.3 | 0.994 | 6.1 |
| 1-萘胺 | 16.8 | 15.3 | 14.8 | 15.4 | 15.5 | 15.8 | 15.6 | 0.672 | 4.3 |
| 2-萘胺 | 16.6 | 15.0 | 14.5 | 15.3 | 15.4 | 15.6 | 15.4 | 0.701 | 4.6 |
| 4-硝基苯胺 | 19.6 | 15.5 | 15.1 | 15.8 | 16.3 | 15.8 | 16.4 | 1.64 | 10.0 |
| 4-氨基联苯胺 | 17.0 | 14.9 | 14.7 | 15.0 | 14.9 | 15.6 | 15.4 | 0.864 | 5.6 |
| 联苯胺 | 17.4 | 13.2 | 13.8 | 13.3 | 14.0 | 16.4 | 14.7 | 1.77 | 12.1 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 16.3 | 12.9 | 13.4 | 12.8 | 13.1 | 15.7 | 14.0 | 1.55 | 11.0 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 17.9 | 15.0 | 15.3 | 14.3 | 13.8 | 17.2 | 15.6 | 1.63 | 10.4 |

附表 1-27 空白加标 20.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 17.8 | 16.4 | 17.6 | 18.2 | 18.1 | 18.6 | 17.8 | 0.760 | 4.3 |
| 4-甲基苯胺 | 19.3 | 17.4 | 19.0 | 19.3 | 19.2 | 19.9 | 19.0 | 0.847 | 4.5 |
| 2-甲基苯胺 | 17.9 | 16.3 | 17.7 | 18.1 | 17.9 | 18.3 | 17.7 | 0.716 | 4.0 |
| 3-甲基苯胺 | 18.4 | 16.7 | 18.2 | 18.5 | 18.4 | 18.7 | 18.2 | 0.729 | 4.0 |
| 2-氯苯胺 | 17.8 | 16.2 | 17.6 | 17.8 | 17.8 | 18.1 | 17.6 | 0.680 | 3.9 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 19.4 | 17.4 | 19.0 | 19.3 | 19.1 | 19.6 | 19.0 | 0.797 | 4.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 18.1 | 16.4 | 17.9 | 18.0 | 18.0 | 18.3 | 17.8 | 0.691 | 3.9 |
| 2-甲氧基苯胺 | 19.6 | 17.5 | 19.3 | 19.5 | 19.4 | 20.0 | 19.2 | 0.875 | 4.6 |
| 3-氯苯胺 | 19.4 | 17.3 | 19.1 | 19.1 | 18.8 | 19.4 | 18.9 | 0.792 | 4.2 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 18.1 | 17.7 | 19.2 | 14.7 | 15.7 | 14.7 | 16.7 | 1.91 | 11.4 |
| 4-氯苯胺 | 18.1 | 16.3 | 17.8 | 18.0 | 17.7 | 18.3 | 17.7 | 0.718 | 4.1 |
| 2-硝基苯胺 | 20.6 | 17.7 | 19.9 | 19.6 | 19.8 | 20.2 | 19.6 | 1.01 | 5.1 |
| 3-硝基苯胺 | 23.3 | 20.5 | 22.4 | 21.6 | 22.7 | 22.2 | 22.1 | 0.970 | 4.4 |
| 1-萘胺 | 19.2 | 17.2 | 18.7 | 18.0 | 18.7 | 18.3 | 18.4 | 0.695 | 3.8 |
| 2-萘胺 | 19.1 | 17.3 | 18.5 | 17.9 | 18.7 | 18.1 | 18.3 | 0.638 | 3.5 |
| 4-硝基苯胺 | 19.6 | 21.3 | 19.4 | 22.2 | 21.7 | 22.8 | 21.2 | 1.39 | 6.6 |
| 4-氨基联苯胺 | 19.5 | 17.7 | 19.0 | 18.0 | 19.2 | 17.8 | 18.5 | 0.789 | 4.3 |
| 联苯胺 | 21.4 | 17.7 | 21.9 | 18.8 | 19.9 | 19.9 | 19.9 | 1.57 | 7.9 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 21.1 | 19.0 | 22.8 | 18.4 | 21.3 | 19.2 | 20.3 | 1.70 | 8.4 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 21.6 | 17.6 | 21.9 | 18.8 | 19.7 | 20.0 | 19.9 | 1.64 | 8.2 |

附表 1-28~附表 1-33 为 6 家验证实验室对西藏自治区土壤（土壤 1）加标低浓度样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-28 土壤 1 加标 1.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.768 | 0.828 | 0.828 | 0.768 | 0.840 | 0.756 | 0.798 | 0.038 | 4.7 |
| 4-甲基苯胺 | 0.756 | 0.852 | 0.864 | 0.756 | 0.864 | 0.756 | 0.808 | 0.057 | 7.1 |
| 2-甲基苯胺 | 0.756 | 0.840 | 0.840 | 0.756 | 0.852 | 0.744 | 0.798 | 0.051 | 6.4 |
| 3-甲基苯胺 | 0.744 | 0.828 | 0.840 | 0.744 | 0.852 | 0.732 | 0.790 | 0.055 | 7.0 |
| 2-氯苯胺 | 0.804 | 0.888 | 0.900 | 0.804 | 0.900 | 0.792 | 0.848 | 0.053 | 6.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.768 | 0.852 | 0.876 | 0.756 | 0.864 | 0.744 | 0.810 | 0.060 | 7.4 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.792 | 0.876 | 0.888 | 0.804 | 0.900 | 0.768 | 0.838 | 0.056 | 6.7 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.792 | 0.864 | 0.888 | 0.780 | 0.888 | 0.756 | 0.828 | 0.059 | 7.1 |
| 3-氯苯胺 | 0.768 | 0.876 | 0.900 | 0.768 | 0.876 | 0.744 | 0.822 | 0.069 | 8.4 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 0.768 | 0.864 | 0.876 | 0.756 | 0.864 | 0.744 | 0.812 | 0.062 | 7.6 |
| 4-氯苯胺 | 0.744 | 0.852 | 0.876 | 0.744 | 0.852 | 0.720 | 0.798 | 0.069 | 8.7 |
| 2-硝基苯胺 | 0.840 | 0.996 | 1.092 | 0.840 | 1.056 | 0.804 | 0.938 | 0.125 | 13.3 |
| 3-硝基苯胺 | 0.816 | 0.840 | 0.888 | 0.864 | 0.888 | 0.864 | 0.860 | 0.028 | 3.3 |
| 1-萘胺 | 0.714 | 0.840 | 0.868 | 0.756 | 0.854 | 0.756 | 0.798 | 0.064 | 8.0 |
| 2-萘胺 | 0.636 | 0.708 | 0.612 | 0.636 | 0.612 | 0.756 | 0.660 | 0.059 | 8.9 |
| 4-硝基苯胺 | 0.780 | 0.960 | 1.008 | 0.840 | 0.996 | 0.804 | 0.898 | 0.102 | 11.3 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.714 | 0.910 | 0.924 | 0.756 | 0.938 | 0.714 | 0.826 | 0.109 | 13.2 |
| 联苯胺 | 0.768 | 0.720 | 0.864 | 0.804 | 0.888 | 0.732 | 0.796 | 0.069 | 8.7 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.891 | 0.783 | 0.918 | 0.783 | 0.797 | 0.729 | 0.817 | 0.072 | 8.9 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.810 | 1.080 | 0.959 | 0.891 | 0.986 | 0.756 | 0.914 | 0.119 | 13.0 |

附表 1-29 土壤 1 加标 1.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|--------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.650 | 0.640 | 0.650 | 0.700 | 0.700 | 0.710 | 0.675 | 0.031 | 4.7 |
| 4-甲基苯胺 | 0.680 | 0.680 | 0.690 | 0.750 | 0.750 | 0.760 | 0.718 | 0.039 | 5.4 |
| 2-甲基苯胺 | 0.690 | 0.690 | 0.700 | 0.770 | 0.770 | 0.760 | 0.730 | 0.040 | 5.5 |
| 3-甲基苯胺 | 0.710 | 0.710 | 0.720 | 0.770 | 0.790 | 0.780 | 0.747 | 0.037 | 5.0 |
| 2-氯苯胺 | 0.690 | 0.690 | 0.710 | 0.760 | 0.760 | 0.770 | 0.730 | 0.037 | 5.1 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.720 | 0.710 | 0.730 | 0.780 | 0.790 | 0.790 | 0.753 | 0.037 | 4.9 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.730 | 0.730 | 0.740 | 0.790 | 0.810 | 0.800 | 0.767 | 0.037 | 4.9 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.730 | 0.720 | 0.750 | 0.800 | 0.800 | 0.800 | 0.767 | 0.038 | 4.9 |
| 3-氯苯胺 | 0.780 | 0.770 | 0.790 | 0.830 | 0.860 | 0.840 | 0.812 | 0.037 | 4.5 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 0.760 | 0.760 | 0.780 | 0.830 | 0.850 | 0.830 | 0.802 | 0.040 | 5.0 |
| 4-氯苯胺 | 0.760 | 0.760 | 0.780 | 0.830 | 0.830 | 0.830 | 0.798 | 0.035 | 4.4 |
| 2-硝基苯胺 | 0.730 | 0.720 | 0.750 | 0.840 | 0.890 | 0.850 | 0.797 | 0.072 | 9.0 |
| 3-硝基苯胺 | 0.720 | 0.730 | 0.740 | 0.820 | 0.850 | 0.810 | 0.778 | 0.055 | 7.1 |
| 1-萘胺 | 0.720 | 0.720 | 0.710 | 0.800 | 0.830 | 0.790 | 0.762 | 0.051 | 6.7 |
| 2-萘胺 | 0.730 | 0.720 | 0.720 | 0.810 | 0.840 | 0.800 | 0.770 | 0.053 | 6.9 |
| 4-硝基苯胺 | 0.690 | 0.700 | 0.700 | 0.830 | 0.870 | 0.800 | 0.765 | 0.078 | 10.2 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.690 | 0.700 | 0.700 | 0.810 | 0.870 | 0.780 | 0.758 | 0.074 | 9.7 |
| 联苯胺 | 0.750 | 0.725 | 0.725 | 0.825 | 1.00 | 0.800 | 0.804 | 0.104 | 13.0 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.700 | 0.660 | 0.640 | 0.740 | 0.900 | 0.700 | 0.723 | 0.093 | 12.9 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.728 | 0.742 | 0.714 | 0.812 | 1.04 | 0.784 | 0.803 | 0.122 | 15.1 |

附表 1-30 土壤 1 加标 1.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.690 | 0.700 | 0.640 | 0.680 | 0.670 | 0.680 | 0.677 | 0.021 | 3.1 |
| 4-甲基苯胺 | 0.767 | 0.780 | 0.741 | 0.767 | 0.780 | 0.780 | 0.769 | 0.015 | 2.0 |
| 2-甲基苯胺 | 0.760 | 0.780 | 0.720 | 0.750 | 0.760 | 0.760 | 0.755 | 0.020 | 2.6 |
| 3-甲基苯胺 | 0.693 | 0.693 | 0.671 | 0.693 | 0.693 | 0.682 | 0.688 | 0.009 | 1.3 |
| 2-氯苯胺 | 0.780 | 0.830 | 0.760 | 0.790 | 0.800 | 0.800 | 0.793 | 0.023 | 2.9 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.670 | 0.710 | 0.650 | 0.690 | 0.700 | 0.690 | 0.685 | 0.022 | 3.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.760 | 0.830 | 0.740 | 0.790 | 0.790 | 0.790 | 0.783 | 0.031 | 3.9 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.720 | 0.760 | 0.720 | 0.730 | 0.750 | 0.740 | 0.737 | 0.016 | 2.2 |
| 3-氯苯胺 | 0.700 | 0.770 | 0.750 | 0.760 | 0.740 | 0.760 | 0.747 | 0.025 | 3.4 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 0.670 | 0.700 | 0.660 | 0.680 | 0.680 | 0.670 | 0.677 | 0.014 | 2.0 |
| 4-氯苯胺 | 0.670 | 0.680 | 0.650 | 0.680 | 0.680 | 0.660 | 0.670 | 0.013 | 1.9 |
| 2-硝基苯胺 | 1.03 | 1.09 | 1.10 | 1.05 | 1.07 | 1.10 | 1.07 | 0.029 | 2.7 |
| 3-硝基苯胺 | 0.754 | 0.793 | 0.702 | 0.754 | 0.767 | 0.767 | 0.756 | 0.030 | 4.0 |
| 1-萘胺 | 0.630 | 0.740 | 0.730 | 0.700 | 0.720 | 0.710 | 0.705 | 0.039 | 5.6 |
| 2-萘胺 | 0.730 | 0.790 | 0.740 | 0.760 | 0.760 | 0.770 | 0.758 | 0.021 | 2.8 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 4-硝基苯胺 | 1.00 | 0.990 | 1.01 | 0.990 | 1.03 | 1.02 | 1.01 | 0.016 | 1.6 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.670 | 0.720 | 0.650 | 0.690 | 0.690 | 0.700 | 0.687 | 0.024 | 3.5 |
| 联苯胺 | 0.819 | 0.715 | 0.598 | 0.715 | 0.702 | 0.689 | 0.706 | 0.071 | 10.0 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.793 | 0.689 | 0.624 | 0.702 | 0.689 | 0.689 | 0.698 | 0.054 | 7.8 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 1.11 | 1.08 | 1.05 | 1.06 | 1.08 | 1.08 | 1.08 | 0.021 | 1.9 |

附表 1-31 土壤 1 加标 1.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.820 | 0.840 | 0.850 | 0.800 | 0.860 | 0.880 | 0.842 | 0.029 | 3.4 |
| 4-甲基苯胺 | 0.780 | 0.800 | 0.810 | 0.770 | 0.810 | 0.840 | 0.802 | 0.025 | 3.1 |
| 2-甲基苯胺 | 0.840 | 0.860 | 0.880 | 0.830 | 0.870 | 0.930 | 0.868 | 0.035 | 4.1 |
| 3-甲基苯胺 | 0.800 | 0.810 | 0.840 | 0.790 | 0.820 | 0.880 | 0.823 | 0.033 | 4.0 |
| 2-氯苯胺 | 0.860 | 0.880 | 0.900 | 0.850 | 0.890 | 0.970 | 0.892 | 0.043 | 4.8 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.810 | 0.830 | 0.840 | 0.810 | 0.840 | 0.900 | 0.838 | 0.033 | 4.0 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.840 | 0.860 | 0.880 | 0.840 | 0.870 | 0.960 | 0.875 | 0.045 | 5.1 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.810 | 0.830 | 0.860 | 0.820 | 0.840 | 0.940 | 0.850 | 0.047 | 5.6 |
| 3-氯苯胺 | 0.850 | 0.850 | 0.910 | 0.900 | 0.790 | 0.910 | 0.868 | 0.048 | 5.5 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 0.870 | 0.880 | 0.920 | 0.930 | 0.810 | 0.930 | 0.890 | 0.047 | 5.3 |
| 4-氯苯胺 | 0.890 | 0.900 | 0.940 | 0.930 | 0.820 | 0.950 | 0.905 | 0.048 | 5.3 |
| 2-硝基苯胺 | 0.850 | 0.860 | 0.940 | 0.970 | 0.800 | 0.980 | 0.900 | 0.073 | 8.2 |
| 3-硝基苯胺 | 0.870 | 0.920 | 0.920 | 0.960 | 0.800 | 1.060 | 0.922 | 0.087 | 9.5 |
| 1-萘胺 | 0.830 | 0.790 | 0.830 | 0.880 | 0.720 | 0.900 | 0.825 | 0.065 | 7.8 |
| 2-萘胺 | 0.760 | 0.770 | 0.790 | 0.830 | 0.700 | 0.830 | 0.780 | 0.049 | 6.3 |
| 4-硝基苯胺 | 0.870 | 0.860 | 0.910 | 0.880 | 0.830 | 0.900 | 0.875 | 0.029 | 3.3 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.810 | 0.800 | 0.830 | 0.870 | 0.740 | 0.860 | 0.818 | 0.047 | 5.8 |
| 联苯胺 | 0.720 | 0.740 | 0.740 | 0.790 | 0.690 | 0.690 | 0.728 | 0.038 | 5.2 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.860 | 0.870 | 0.870 | 0.920 | 0.810 | 0.850 | 0.863 | 0.036 | 4.1 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.860 | 0.880 | 0.860 | 0.960 | 0.810 | 0.910 | 0.880 | 0.051 | 5.8 |

附表 1-32 土壤 1 加标 1.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.620 | 0.820 | 0.740 | 0.690 | 0.790 | 0.700 | 0.727 | 0.073 | 10.0 |
| 4-甲基苯胺 | 0.620 | 0.800 | 0.740 | 0.700 | 0.800 | 0.700 | 0.727 | 0.069 | 9.5 |
| 2-甲基苯胺 | 0.650 | 0.850 | 0.780 | 0.730 | 0.850 | 0.750 | 0.768 | 0.077 | 10.0 |
| 3-甲基苯胺 | 0.660 | 0.860 | 0.790 | 0.750 | 0.870 | 0.750 | 0.780 | 0.078 | 10.1 |
| 2-氯苯胺 | 0.640 | 0.840 | 0.780 | 0.740 | 0.850 | 0.750 | 0.767 | 0.077 | 10.0 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.650 | 0.850 | 0.790 | 0.750 | 0.860 | 0.740 | 0.773 | 0.078 | 10.1 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.680 | 0.880 | 0.830 | 0.760 | 0.890 | 0.790 | 0.805 | 0.079 | 9.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.690 | 0.890 | 0.830 | 0.790 | 0.910 | 0.800 | 0.818 | 0.079 | 9.7 |
| 3-氯苯胺 | 0.690 | 0.910 | 0.860 | 0.810 | 0.960 | 0.840 | 0.845 | 0.093 | 11.0 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 0.650 | 0.850 | 0.760 | 0.690 | 0.820 | 0.720 | 0.748 | 0.077 | 10.3 |
| 4-氯苯胺 | 0.650 | 0.840 | 0.750 | 0.690 | 0.820 | 0.730 | 0.747 | 0.073 | 9.8 |
| 2-硝基苯胺 | 0.570 | 0.750 | 0.710 | 0.670 | 0.760 | 0.670 | 0.688 | 0.069 | 10.1 |
| 3-硝基苯胺 | 0.560 | 0.730 | 0.730 | 0.690 | 0.790 | 0.710 | 0.702 | 0.077 | 11.0 |
| 1-萘胺 | 0.680 | 0.870 | 0.860 | 0.800 | 0.920 | 0.820 | 0.825 | 0.082 | 10.0 |
| 2-萘胺 | 0.690 | 0.860 | 0.890 | 0.820 | 0.940 | 0.840 | 0.840 | 0.085 | 10.1 |
| 4-硝基萘胺 | 0.580 | 0.710 | 0.800 | 0.740 | 0.810 | 0.770 | 0.735 | 0.085 | 11.5 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.690 | 0.860 | 0.950 | 0.870 | 0.990 | 0.900 | 0.877 | 0.104 | 11.8 |
| 联苯胺 | 0.644 | 0.748 | 0.840 | 0.782 | 0.805 | 0.782 | 0.767 | 0.067 | 8.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.690 | 0.782 | 0.817 | 0.759 | 0.794 | 0.771 | 0.769 | 0.043 | 5.7 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.702 | 0.805 | 0.771 | 0.725 | 0.759 | 0.725 | 0.748 | 0.038 | 5.0 |

附表 1-33 土壤 1 加标 1.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.698 | 0.570 | 0.738 | 0.736 | 0.790 | 0.786 | 0.720 | 0.081 | 11.3 |
| 4-甲基苯胺 | 0.627 | 0.582 | 0.741 | 0.755 | 0.779 | 0.779 | 0.711 | 0.085 | 11.9 |
| 2-甲基苯胺 | 0.707 | 0.606 | 0.758 | 0.749 | 0.786 | 0.795 | 0.734 | 0.070 | 9.5 |
| 3-甲基苯胺 | 0.626 | 0.584 | 0.720 | 0.725 | 0.733 | 0.734 | 0.687 | 0.065 | 9.5 |
| 2-氯苯胺 | 0.766 | 0.693 | 0.827 | 0.818 | 0.837 | 0.853 | 0.799 | 0.060 | 7.5 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.685 | 0.685 | 0.824 | 0.813 | 0.827 | 0.832 | 0.778 | 0.072 | 9.3 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.698 | 0.658 | 0.765 | 0.762 | 0.779 | 0.784 | 0.741 | 0.051 | 6.9 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.602 | 0.653 | 0.758 | 0.786 | 0.766 | 0.782 | 0.725 | 0.078 | 10.7 |
| 3-氯苯胺 | 0.794 | 0.805 | 0.898 | 0.906 | 0.867 | 0.858 | 0.855 | 0.047 | 5.4 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 0.750 | 0.766 | 0.845 | 0.848 | 0.803 | 0.818 | 0.805 | 0.040 | 5.0 |
| 4-氯苯胺 | 0.754 | 0.770 | 0.858 | 0.843 | 0.808 | 0.808 | 0.807 | 0.040 | 5.0 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2-硝基苯胺 | 0.751 | 0.797 | 0.821 | 0.824 | 0.757 | 0.783 | 0.789 | 0.031 | 3.9 |
| 3-硝基苯胺 | 0.687 | 0.706 | 0.754 | 0.738 | 0.677 | 0.715 | 0.713 | 0.029 | 4.1 |
| 1-萘胺 | 0.686 | 0.655 | 0.724 | 0.718 | 0.688 | 0.630 | 0.684 | 0.036 | 5.3 |
| 2-萘胺 | 0.856 | 0.866 | 0.946 | 0.922 | 0.858 | 0.893 | 0.890 | 0.037 | 4.2 |
| 4-硝基苯胺 | 0.732 | 0.754 | 0.813 | 0.808 | 0.771 | 0.775 | 0.776 | 0.031 | 4.0 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.682 | 0.705 | 0.785 | 0.773 | 0.716 | 0.729 | 0.732 | 0.040 | 5.5 |
| 联苯胺 | 0.612 | 0.603 | 0.810 | 0.833 | 0.745 | 0.736 | 0.723 | 0.097 | 13.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.556 | 0.560 | 0.782 | 0.805 | 0.781 | 0.787 | 0.712 | 0.119 | 16.8 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.821 | 0.922 | 0.856 | 0.798 | 0.932 | 0.911 | 0.873 | 0.056 | 6.5 |

附表 1-34~附表 1-39 为 6 家验证实验室对山西省土壤（土壤 2）加标中浓度样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-34 土壤 2 加标 10.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 7.22 | 7.76 | 7.01 | 6.95 | 7.78 | 7.15 | 7.31 | 0.368 | 5.0 |
| 4-甲基苯胺 | 7.22 | 7.87 | 7.03 | 7.10 | 7.83 | 7.17 | 7.37 | 0.378 | 5.1 |
| 2-甲基苯胺 | 7.30 | 7.78 | 7.02 | 7.01 | 7.79 | 7.26 | 7.36 | 0.350 | 4.8 |
| 3-甲基苯胺 | 7.34 | 7.81 | 6.99 | 7.00 | 7.78 | 7.19 | 7.35 | 0.367 | 5.0 |
| 2-氯苯胺 | 7.24 | 7.79 | 6.95 | 7.00 | 7.76 | 7.22 | 7.33 | 0.366 | 5.0 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 7.27 | 7.88 | 6.99 | 7.13 | 7.74 | 7.32 | 7.39 | 0.349 | 4.7 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 7.29 | 7.72 | 6.88 | 7.01 | 7.70 | 7.33 | 7.32 | 0.345 | 4.7 |
| 2-甲氧基苯胺 | 7.39 | 7.83 | 7.00 | 7.17 | 7.78 | 7.40 | 7.43 | 0.328 | 4.4 |
| 3-氯苯胺 | 7.37 | 7.91 | 6.96 | 7.21 | 7.87 | 7.50 | 7.47 | 0.372 | 5.0 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 7.41 | 7.89 | 6.99 | 7.24 | 7.90 | 7.52 | 7.49 | 0.360 | 4.8 |
| 4-氯苯胺 | 7.40 | 7.84 | 6.86 | 7.16 | 7.79 | 7.45 | 7.42 | 0.373 | 5.0 |
| 2-硝基苯胺 | 7.60 | 8.55 | 7.23 | 8.17 | 8.48 | 8.31 | 8.06 | 0.528 | 6.5 |
| 3-硝基苯胺 | 7.45 | 8.38 | 7.04 | 7.62 | 8.44 | 7.25 | 7.70 | 0.586 | 7.6 |
| 1-萘胺 | 6.37 | 7.60 | 6.00 | 6.37 | 7.69 | 6.20 | 6.71 | 0.741 | 11.1 |
| 2-萘胺 | 7.07 | 7.94 | 6.60 | 7.03 | 8.14 | 6.90 | 7.28 | 0.615 | 8.4 |
| 4-硝基苯胺 | 8.55 | 8.67 | 7.93 | 8.55 | 8.90 | 8.24 | 8.47 | 0.341 | 4.0 |
| 4-氨基联苯胺 | 8.51 | 8.43 | 7.68 | 8.27 | 8.65 | 8.21 | 8.29 | 0.340 | 4.1 |
| 联苯胺 | 7.77 | 8.73 | 7.45 | 7.73 | 8.94 | 7.71 | 8.06 | 0.618 | 7.7 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 6.77 | 6.94 | 7.13 | 6.00 | 7.10 | 6.98 | 6.82 | 0.422 | 6.2 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 胺 | | | | | | | | | |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 8.46 | 9.00 | 7.85 | 8.56 | 9.22 | 8.20 | 8.55 | 0.504 | 5.9 |

附表 1-35 土壤 2 加标 10.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 10.1 | 10.5 | 9.83 | 10.6 | 10.0 | 10.6 | 10.3 | 0.336 | 3.3 |
| 4-甲基苯胺 | 9.77 | 10.4 | 9.84 | 10.5 | 10.0 | 10.6 | 10.2 | 0.359 | 3.5 |
| 2-甲基苯胺 | 10.0 | 10.4 | 9.86 | 10.4 | 10.1 | 10.5 | 10.2 | 0.259 | 2.5 |
| 3-甲基苯胺 | 9.73 | 10.2 | 9.81 | 10.4 | 10.1 | 10.6 | 10.1 | 0.335 | 3.3 |
| 2-氯苯胺 | 10.0 | 10.4 | 10.0 | 10.7 | 10.1 | 10.7 | 10.3 | 0.331 | 3.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 10.1 | 10.6 | 10.3 | 10.8 | 10.4 | 10.8 | 10.5 | 0.283 | 2.7 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 10.3 | 10.6 | 10.3 | 10.9 | 10.5 | 10.9 | 10.6 | 0.271 | 2.6 |
| 2-甲氧基苯胺 | 10.0 | 10.4 | 10.1 | 10.8 | 10.3 | 10.8 | 10.4 | 0.341 | 3.3 |
| 3-氯苯胺 | 9.60 | 10.0 | 9.72 | 10.3 | 9.72 | 10.4 | 10.0 | 0.333 | 3.3 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 10.2 | 10.5 | 10.3 | 10.9 | 10.5 | 10.9 | 10.5 | 0.295 | 2.8 |
| 4-氯苯胺 | 10.1 | 10.3 | 10.2 | 10.7 | 10.3 | 10.8 | 10.4 | 0.283 | 2.7 |
| 2-硝基苯胺 | 11.2 | 11.5 | 11.4 | 11.9 | 11.3 | 12.0 | 11.6 | 0.327 | 2.8 |
| 3-硝基苯胺 | 10.6 | 10.8 | 10.4 | 11.3 | 10.3 | 11.1 | 10.8 | 0.394 | 3.7 |
| 1-萘胺 | 10.3 | 10.6 | 10.3 | 11.1 | 10.3 | 10.9 | 10.6 | 0.349 | 3.3 |
| 2-萘胺 | 10.4 | 10.7 | 10.3 | 11.1 | 10.4 | 10.9 | 10.6 | 0.320 | 3.0 |
| 4-硝基苯胺 | 11.3 | 11.2 | 11.3 | 11.8 | 10.9 | 11.4 | 11.3 | 0.293 | 2.6 |
| 4-氨基联苯胺 | 11.2 | 11.2 | 11.4 | 11.9 | 11.3 | 11.6 | 11.5 | 0.273 | 2.4 |
| 联苯胺 | 6.84 | 8.08 | 7.23 | 9.25 | 6.52 | 8.82 | 7.79 | 1.11 | 14.2 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 8.04 | 7.87 | 8.65 | 8.81 | 7.65 | 8.23 | 8.21 | 0.450 | 5.5 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 9.22 | 8.47 | 10.2 | 9.03 | 8.53 | 8.54 | 8.99 | 0.664 | 7.4 |

附表 1-36 土壤 2 加标 10.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------|-------------|---|---|---|---|---|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 8.69 | 7.70 | 7.67 | 7.72 | 8.16 | 7.53 | 7.91 | 0.437 | 5.5 |
| 4-甲基苯胺 | 9.17 | 8.43 | 8.42 | 8.53 | 8.81 | 8.14 | 8.58 | 0.359 | 4.2 |
| 2-甲基苯胺 | 8.99 | 8.11 | 8.03 | 8.09 | 8.59 | 7.88 | 8.28 | 0.421 | 5.1 |
| 3-甲基苯胺 | 8.64 | 7.99 | 7.94 | 7.92 | 8.30 | 7.64 | 8.07 | 0.349 | 4.3 |
| 2-氯苯胺 | 8.94 | 8.18 | 8.15 | 8.20 | 8.54 | 8.02 | 8.34 | 0.342 | 4.1 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 9.36 | 8.64 | 8.61 | 8.62 | 8.98 | 8.43 | 8.77 | 0.338 | 3.9 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 8.83 | 8.07 | 8.04 | 8.05 | 8.43 | 7.93 | 8.23 | 0.342 | 4.2 |
| 2-甲氧基苯胺 | 9.37 | 8.74 | 8.68 | 8.76 | 8.99 | 8.59 | 8.86 | 0.285 | 3.2 |
| 3-氯苯胺 | 9.39 | 8.78 | 8.83 | 8.83 | 9.01 | 8.65 | 8.92 | 0.260 | 2.9 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 8.83 | 8.29 | 8.25 | 8.31 | 8.41 | 8.04 | 8.36 | 0.263 | 3.1 |
| 4-氯苯胺 | 8.78 | 8.22 | 8.14 | 8.25 | 8.36 | 7.98 | 8.29 | 0.272 | 3.3 |
| 2-硝基苯胺 | 8.63 | 8.62 | 8.70 | 8.79 | 8.80 | 8.75 | 8.72 | 0.078 | 0.9 |
| 3-硝基苯胺 | 7.12 | 6.88 | 6.94 | 6.99 | 7.01 | 6.61 | 4.33 | 0.174 | 4.0 |
| 1-萘胺 | 8.69 | 8.46 | 8.45 | 8.50 | 8.26 | 7.86 | 5.23 | 0.285 | 5.4 |
| 2-萘胺 | 9.41 | 9.31 | 9.36 | 9.41 | 9.01 | 8.69 | 5.75 | 0.291 | 5.1 |
| 4-硝基苯胺 | 8.82 | 9.36 | 9.45 | 9.52 | 9.16 | 9.32 | 9.27 | 0.253 | 2.7 |
| 4-氨基联苯胺 | 8.97 | 8.38 | 8.41 | 9.52 | 9.06 | 9.11 | 8.91 | 0.440 | 4.9 |
| 联苯胺 | 6.21 | 6.92 | 7.04 | 7.27 | 6.49 | 6.86 | 6.8 | 0.385 | 5.7 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 7.00 | 8.65 | 8.79 | 8.88 | 6.92 | 7.70 | 5.71 | 0.903 | 15.8 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 7.90 | 8.07 | 8.12 | 8.31 | 8.04 | 8.16 | 8.10 | 0.136 | 1.7 |

附表 1-37 土壤 2 加标 10.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-----------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 7.53 | 8.66 | 7.70 | 8.25 | 8.60 | 8.38 | 8.19 | 0.470 | 5.7 |
| 4-甲基苯胺 | 7.62 | 8.66 | 7.83 | 8.54 | 8.90 | 8.37 | 8.32 | 0.497 | 6.0 |
| 2-甲基苯胺 | 7.78 | 8.79 | 7.96 | 8.70 | 9.03 | 8.64 | 8.48 | 0.497 | 5.9 |
| 3-甲基苯胺 | 7.76 | 8.77 | 7.94 | 8.76 | 8.99 | 8.58 | 8.47 | 0.498 | 5.9 |
| 2-氯苯胺 | 7.73 | 8.83 | 7.94 | 8.72 | 9.06 | 8.57 | 8.47 | 0.525 | 6.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 7.74 | 8.72 | 7.87 | 8.76 | 9.10 | 8.51 | 8.45 | 0.536 | 6.3 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 7.72 | 8.73 | 7.79 | 8.71 | 9.00 | 8.44 | 8.40 | 0.529 | 6.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | 7.65 | 8.58 | 7.88 | 8.90 | 9.09 | 8.43 | 8.42 | 0.564 | 6.7 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3-氯苯胺 | 7.97 | 9.10 | 8.17 | 8.75 | 8.76 | 8.33 | 8.51 | 0.426 | 5.0 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 7.70 | 8.90 | 8.07 | 8.54 | 8.55 | 8.09 | 8.31 | 0.433 | 5.2 |
| 4-氯苯胺 | 7.71 | 8.75 | 8.00 | 8.54 | 8.52 | 8.10 | 8.27 | 0.395 | 4.8 |
| 2-硝基苯胺 | 7.80 | 9.16 | 8.49 | 9.30 | 9.54 | 9.13 | 8.90 | 0.643 | 7.2 |
| 3-硝基苯胺 | 6.54 | 8.25 | 8.13 | 8.96 | 9.08 | 8.52 | 8.25 | 0.917 | 11.1 |
| 1-萘胺 | 5.55 | 6.53 | 6.64 | 8.01 | 8.15 | 5.93 | 6.85 | 1.07 | 15.6 |
| 2-萘胺 | 5.69 | 6.50 | 6.70 | 7.68 | 7.73 | 6.83 | 6.86 | 0.769 | 11.2 |
| 4-硝基苯胺 | 8.53 | 9.52 | 9.43 | 9.67 | 9.79 | 9.73 | 9.45 | 0.468 | 4.9 |
| 4-氨基联苯胺 | 8.66 | 9.34 | 9.47 | 9.63 | 9.46 | 9.53 | 9.35 | 0.350 | 3.7 |
| 联苯胺 | 6.74 | 6.99 | 7.26 | 8.14 | 8.25 | 7.56 | 6.57 | 0.612 | 9.3 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 5.87 | 6.38 | 7.40 | 8.62 | 8.33 | 7.77 | 6.49 | 1.084 | 16.7 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 7.99 | 8.62 | 9.04 | 8.94 | 8.89 | 8.85 | 8.72 | 0.385 | 4.4 |

附表 1-38 土壤 2 加标 10.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 8.40 | 8.12 | 8.41 | 8.92 | 7.29 | 7.94 | 8.18 | 0.548 | 6.7 |
| 4-甲基苯胺 | 8.13 | 7.87 | 8.04 | 8.61 | 7.17 | 7.81 | 7.94 | 0.471 | 5.9 |
| 2-甲基苯胺 | 8.64 | 8.60 | 8.67 | 9.36 | 7.78 | 8.24 | 8.55 | 0.523 | 6.1 |
| 3-甲基苯胺 | 8.68 | 8.53 | 8.71 | 9.34 | 7.71 | 8.36 | 8.56 | 0.531 | 6.2 |
| 2-氯苯胺 | 8.51 | 8.54 | 8.56 | 9.32 | 7.71 | 8.09 | 8.45 | 0.540 | 6.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 8.11 | 7.97 | 8.13 | 8.65 | 7.52 | 7.87 | 8.04 | 0.371 | 4.6 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 8.69 | 8.62 | 8.71 | 9.44 | 7.94 | 8.34 | 8.62 | 0.495 | 5.7 |
| 2-甲氧基苯胺 | 9.31 | 9.25 | 9.39 | 9.95 | 8.49 | 9.03 | 9.24 | 0.477 | 5.2 |
| 3-氯苯胺 | 9.39 | 9.34 | 9.31 | 9.93 | 8.67 | 9.03 | 9.28 | 0.418 | 4.5 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 9.01 | 8.92 | 9.41 | 9.87 | 8.21 | 9.03 | 9.07 | 0.552 | 6.1 |
| 4-氯苯胺 | 9.08 | 8.84 | 9.44 | 9.91 | 8.26 | 9.12 | 9.11 | 0.556 | 6.1 |
| 2-硝基苯胺 | 9.25 | 9.04 | 9.65 | 9.93 | 8.62 | 9.35 | 9.31 | 0.459 | 4.9 |
| 3-硝基苯胺 | 9.05 | 8.66 | 9.46 | 9.84 | 8.38 | 9.20 | 9.10 | 0.529 | 5.8 |
| 1-萘胺 | 9.12 | 8.49 | 9.37 | 9.61 | 8.24 | 9.27 | 9.02 | 0.535 | 5.9 |
| 2-萘胺 | 8.97 | 8.18 | 9.11 | 9.38 | 8.02 | 9.13 | 8.80 | 0.559 | 6.4 |
| 4-硝基苯胺 | 9.00 | 8.10 | 9.37 | 9.83 | 7.93 | 9.17 | 8.90 | 0.742 | 8.3 |
| 4-氨基联苯胺 | 9.03 | 8.08 | 9.35 | 9.64 | 8.01 | 9.30 | 8.90 | 0.692 | 7.8 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|------|------|-------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 联苯胺 | 6.70 | 5.31 | 7.00 | 7.15 | 5.97 | 7.92 | 6.67 | 0.921 | 13.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 7.14 | 6.11 | 7.49 | 7.34 | 6.57 | 8.43 | 7.05 | 0.80 | 11.4 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 8.57 | 7.37 | 9.29 | 10.00 | 7.75 | 9.69 | 8.78 | 1.06 | 12.1 |

附表 1-39 土壤 2 加标 10.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 9.47 | 10.1 | 8.63 | 8.15 | 8.22 | 8.88 | 8.91 | 0.757 | 8.5 |
| 4-甲基苯胺 | 9.64 | 10.2 | 8.86 | 8.26 | 8.29 | 9.09 | 9.05 | 0.763 | 8.4 |
| 2-甲基苯胺 | 9.62 | 10.2 | 8.83 | 8.26 | 8.35 | 9.06 | 9.05 | 0.750 | 8.3 |
| 3-甲基苯胺 | 9.69 | 10.1 | 8.85 | 8.21 | 8.23 | 9.00 | 9.02 | 0.765 | 8.5 |
| 2-氯苯胺 | 9.77 | 10.3 | 8.99 | 8.45 | 8.46 | 9.17 | 9.19 | 0.733 | 8.0 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 9.86 | 10.3 | 9.11 | 8.39 | 8.42 | 9.22 | 9.22 | 0.764 | 8.3 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 9.78 | 10.3 | 9.00 | 8.35 | 8.38 | 9.13 | 9.15 | 0.771 | 8.4 |
| 2-甲氧基苯胺 | 9.85 | 10.3 | 9.10 | 8.29 | 8.32 | 9.18 | 9.17 | 0.805 | 8.8 |
| 3-氯苯胺 | 10.3 | 10.6 | 9.46 | 8.84 | 8.79 | 9.61 | 9.60 | 0.741 | 7.7 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 7.43 | 8.29 | 7.14 | 6.38 | 6.13 | 8.18 | 6.96 | 0.89 | 12.9 |
| 4-氯苯胺 | 10.2 | 10.6 | 9.45 | 8.77 | 8.72 | 9.56 | 9.54 | 0.753 | 7.9 |
| 2-硝基苯胺 | 10.9 | 11.6 | 10.2 | 9.52 | 9.26 | 10.3 | 10.3 | 0.866 | 8.4 |
| 3-硝基苯胺 | 9.51 | 10.6 | 8.87 | 8.02 | 8.02 | 8.96 | 8.99 | 0.976 | 10.9 |
| 1-萘胺 | 6.67 | 8.13 | 7.26 | 6.49 | 6.78 | 6.41 | 5.97 | 0.65 | 10.9 |
| 2-萘胺 | 7.6 | 8.75 | 7.33 | 6.32 | 6.29 | 7.15 | 7.24 | 0.914 | 12.6 |
| 4-硝基苯胺 | 11.3 | 11.4 | 9.93 | 9.3 | 9.62 | 10.4 | 10.3 | 0.874 | 8.5 |
| 4-氨基联苯胺 | 11.2 | 11.4 | 10.1 | 9.26 | 9.51 | 10.4 | 10.3 | 0.869 | 8.4 |
| 联苯胺 | 7.60 | 8.54 | 6.83 | 6.24 | 6.66 | 7.18 | 5.13 | 0.813 | 15.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 6.94 | 8.68 | 6.2 | 6.26 | 6.58 | 7.14 | 6.11 | 0.917 | 15.0 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 10.5 | 10.3 | 9.05 | 8.61 | 9.09 | 10.1 | 9.60 | 0.786 | 8.2 |

附表 1-40~附表 1-45 为 6 家验证实验室对江苏省土壤（土壤 3）加标高浓度样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-40 土壤 3 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022年12月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 41.2 | 37.3 | 42.2 | 41.2 | 37.4 | 42.4 | 40.3 | 2.33 | 5.8 |
| 4-甲基苯胺 | 39.1 | 37.6 | 43.4 | 39.2 | 39.4 | 44.2 | 40.5 | 2.66 | 6.6 |
| 2-甲基苯胺 | 38.9 | 36.8 | 42.7 | 38.9 | 39.0 | 43.6 | 40.0 | 2.60 | 6.5 |
| 3-甲基苯胺 | 40.2 | 37.0 | 42.8 | 40.3 | 39.4 | 43.9 | 40.6 | 2.46 | 6.1 |
| 2-氯苯胺 | 39.7 | 36.5 | 42.7 | 39.8 | 39.2 | 44.0 | 40.3 | 2.67 | 6.6 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 38.5 | 36.7 | 43.8 | 38.5 | 40.1 | 44.6 | 40.4 | 3.17 | 7.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 37.4 | 36.0 | 42.6 | 37.4 | 39.4 | 43.9 | 39.5 | 3.16 | 8.0 |
| 2-甲氧基苯胺 | 43.3 | 36.7 | 44.2 | 43.6 | 40.7 | 45.8 | 42.4 | 3.24 | 7.6 |
| 3-氯苯胺 | 43.6 | 37.3 | 44.8 | 43.7 | 41.6 | 46.7 | 43.0 | 3.23 | 7.5 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 44.6 | 37.3 | 45.1 | 38.8 | 42.0 | 47.2 | 42.5 | 3.85 | 9.1 |
| 4-氯苯胺 | 44.3 | 37.1 | 44.8 | 38.4 | 41.4 | 46.7 | 42.1 | 3.81 | 9.0 |
| 2-硝基苯胺 | 35.5 | 39.6 | 38.3 | 35.8 | 46.3 | 39.8 | 39.2 | 3.92 | 10.0 |
| 3-硝基苯胺 | 39.5 | 40.9 | 43.6 | 39.6 | 42.0 | 43.6 | 41.5 | 1.85 | 4.4 |
| 1-萘胺 | 34.3 | 37.2 | 36.1 | 34.2 | 38.0 | 36.5 | 36.1 | 1.54 | 4.3 |
| 2-萘胺 | 36.4 | 39.6 | 43.6 | 36.0 | 40.6 | 44.4 | 40.1 | 3.51 | 8.8 |
| 4-硝基苯胺 | 51.1 | 41.6 | 49.0 | 50.6 | 42.8 | 49.3 | 47.4 | 4.12 | 8.7 |
| 4-氨基联苯胺 | 47.6 | 41.0 | 47.6 | 46.2 | 42.8 | 48.2 | 45.6 | 2.97 | 6.5 |
| 联苯胺 | 48.5 | 39.7 | 46.7 | 47.5 | 41.6 | 47.9 | 45.3 | 3.71 | 8.2 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 45.0 | 34.6 | 36.6 | 43.6 | 37.8 | 37.3 | 39.2 | 4.16 | 10.6 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 48.2 | 37.4 | 46.6 | 46.6 | 41.5 | 48.0 | 44.7 | 4.33 | 9.7 |

附表 1-41 土壤 3 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022年12月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-----------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 43.8 | 37.4 | 47.5 | 50.5 | 45.7 | 41.0 | 44.3 | 4.68 | 10.6 |
| 4-甲基苯胺 | 43.7 | 38.1 | 47.5 | 50.4 | 45.4 | 41.3 | 44.4 | 4.39 | 9.9 |
| 2-甲基苯胺 | 42.7 | 37.4 | 46.6 | 49.5 | 44.7 | 40.7 | 43.6 | 4.31 | 9.9 |
| 3-甲基苯胺 | 42.4 | 37.2 | 46.4 | 48.9 | 44.6 | 40.6 | 43.4 | 4.19 | 9.7 |
| 2-氯苯胺 | 44.5 | 38.6 | 48.2 | 51.3 | 46.1 | 42.0 | 45.1 | 4.50 | 10.0 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 45.4 | 39.8 | 48.8 | 51.8 | 46.9 | 42.7 | 45.9 | 4.29 | 9.3 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 44.5 | 39.3 | 48.0 | 50.9 | 46.3 | 42.5 | 45.3 | 4.10 | 9.1 |
| 2-甲氧基苯胺 | 44.4 | 39.1 | 46.9 | 50.1 | 45.4 | 42.2 | 44.7 | 3.80 | 8.5 |
| 3-氯苯胺 | 40.4 | 35.5 | 42.7 | 45.5 | 41.2 | 38.4 | 40.6 | 3.45 | 8.5 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 44.3 | 38.7 | 46.6 | 49.3 | 44.9 | 41.9 | 44.3 | 3.68 | 8.3 |
| 4-氯苯胺 | 43.7 | 38.6 | 46.1 | 48.8 | 44.5 | 41.5 | 43.9 | 3.55 | 8.1 |
| 2-硝基苯胺 | 54.1 | 47.3 | 51.2 | 56.9 | 49.4 | 47.0 | 51.0 | 3.92 | 7.7 |
| 3-硝基苯胺 | 51.1 | 44.3 | 50.3 | 53.5 | 48.2 | 44.5 | 48.7 | 3.70 | 7.6 |
| 1-萘胺 | 48.6 | 42.9 | 49.7 | 52.4 | 47.9 | 44.5 | 47.7 | 3.47 | 7.3 |
| 2-萘胺 | 47.1 | 41.5 | 48.0 | 50.8 | 46.8 | 43.6 | 46.3 | 3.30 | 7.1 |
| 4-硝基苯胺 | 47.4 | 41.0 | 44.9 | 48.4 | 43.8 | 40.4 | 44.3 | 3.26 | 7.4 |
| 4-氨基联苯胺 | 48.0 | 42.4 | 46.8 | 49.8 | 45.6 | 42.1 | 45.8 | 3.07 | 6.7 |
| 联苯胺 | 44.0 | 35.0 | 38.8 | 42.7 | 39.0 | 34.7 | 39.0 | 3.83 | 9.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 44.2 | 36.6 | 38.0 | 41.2 | 38.2 | 34.2 | 38.7 | 3.52 | 9.1 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 44.1 | 35.3 | 38.4 | 40.3 | 38.5 | 34.1 | 38.5 | 3.58 | 9.3 |

附表 1-42 土壤 3 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 43.0 | 44.6 | 41.6 | 42.8 | 40.5 | 41.4 | 42.3 | 1.45 | 3.4 |
| 4-甲基苯胺 | 46.2 | 48.7 | 45.0 | 45.8 | 43.5 | 45.0 | 45.7 | 1.74 | 3.8 |
| 2-甲基苯胺 | 44.0 | 42.6 | 42.8 | 43.4 | 41.3 | 42.8 | 42.8 | 0.90 | 2.1 |
| 3-甲基苯胺 | 44.0 | 45.7 | 42.6 | 43.1 | 41.1 | 42.4 | 43.2 | 1.57 | 3.6 |
| 2-氯苯胺 | 43.6 | 46.1 | 42.3 | 43.4 | 41.2 | 42.2 | 43.1 | 1.70 | 3.9 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 46.5 | 44.2 | 45.6 | 46.5 | 44.2 | 45.4 | 45.4 | 1.03 | 2.3 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 42.9 | 46.9 | 41.9 | 43.0 | 41.0 | 42.1 | 43.0 | 2.06 | 4.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | 47.5 | 45.3 | 46.5 | 47.1 | 45.1 | 46.3 | 46.3 | 0.955 | 2.1 |
| 3-氯苯胺 | 46.9 | 44.5 | 46.0 | 46.4 | 44.6 | 45.8 | 45.7 | 0.967 | 2.1 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 43.7 | 44.0 | 42.5 | 43.4 | 41.4 | 42.6 | 42.9 | 0.96 | 2.2 |
| 4-氯苯胺 | 43.6 | 47.5 | 38.7 | 43.3 | 45.6 | 44.6 | 43.9 | 2.96 | 6.7 |
| 2-硝基苯胺 | 39.9 | 42.1 | 37.3 | 39.5 | 38.2 | 38.7 | 39.3 | 1.66 | 4.2 |
| 3-硝基苯胺 | 35.9 | 41.0 | 35.5 | 35.9 | 34.9 | 35.7 | 36.5 | 2.24 | 6.1 |
| 1-萘胺 | 41.4 | 38.1 | 35.0 | 36.7 | 37.5 | 35.7 | 37.4 | 2.26 | 6.1 |
| 2-萘胺 | 37.2 | 39.8 | 36.4 | 38.0 | 37.0 | 39.7 | 38.0 | 1.44 | 3.8 |
| 4-硝基苯胺 | 41.5 | 43.0 | 40.4 | 41.1 | 40.1 | 40.4 | 41.1 | 1.07 | 2.6 |
| 4-氨基联苯胺 | 41.7 | 45.9 | 41.0 | 42.1 | 40.9 | 41.6 | 42.2 | 1.87 | 4.4 |
| 联苯胺 | 38.0 | 43.9 | 39.2 | 38.3 | 38.0 | 39.2 | 39.4 | 2.26 | 5.7 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 39.2 | 42.8 | 38.4 | 37.2 | 39.0 | 38.4 | 39.2 | 1.91 | 4.9 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 胺 | | | | | | | | | |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 40.8 | 43.8 | 40.0 | 40.8 | 39.9 | 40.5 | 41.0 | 1.44 | 3.5 |

附表 1-43 土壤 3 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 42.6 | 42.9 | 39.8 | 40.0 | 40.8 | 45.3 | 41.9 | 2.11 | 5.0 |
| 4-甲基苯胺 | 42.9 | 43.3 | 39.9 | 39.9 | 40.7 | 45.3 | 42.0 | 2.19 | 5.2 |
| 2-甲基苯胺 | 43.3 | 43.5 | 40.2 | 40.4 | 41.0 | 45.6 | 42.3 | 2.15 | 5.1 |
| 3-甲基苯胺 | 43.8 | 44.1 | 41.0 | 40.5 | 41.1 | 46.0 | 42.8 | 2.21 | 5.2 |
| 2-氯苯胺 | 40.5 | 42.1 | 40.0 | 40.9 | 39.7 | 46.2 | 41.6 | 2.42 | 5.8 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 42.2 | 43.1 | 39.5 | 39.7 | 40.3 | 45.0 | 41.6 | 2.19 | 5.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 41.9 | 42.4 | 39.0 | 39.2 | 40.0 | 44.3 | 41.1 | 2.09 | 5.1 |
| 2-甲氧基苯胺 | 43.1 | 44.5 | 40.7 | 40.6 | 40.8 | 45.8 | 42.6 | 2.23 | 5.2 |
| 3-氯苯胺 | 43.5 | 43.8 | 37.5 | 37.7 | 39.5 | 42.6 | 40.8 | 2.89 | 7.1 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 40.3 | 41.8 | 36.7 | 37.3 | 38.1 | 42.0 | 39.4 | 2.31 | 5.9 |
| 4-氯苯胺 | 41.5 | 41.7 | 35.9 | 36.4 | 38.2 | 41.2 | 39.2 | 2.66 | 6.8 |
| 2-硝基苯胺 | 38.2 | 46.7 | 46.0 | 44.8 | 44.9 | 50.3 | 45.2 | 3.95 | 8.8 |
| 3-硝基苯胺 | 43.5 | 48.1 | 45.7 | 45.4 | 45.4 | 48.8 | 46.2 | 1.96 | 4.2 |
| 1-萘胺 | 45.7 | 46.0 | 45.0 | 44.2 | 42.2 | 46.4 | 44.9 | 1.54 | 3.4 |
| 2-萘胺 | 44.2 | 46.6 | 44.6 | 42.2 | 41.8 | 45.7 | 44.2 | 1.89 | 4.3 |
| 4-硝基苯胺 | 43.5 | 47.8 | 45.8 | 45.4 | 44.1 | 47.5 | 45.7 | 1.74 | 3.8 |
| 4-氨基联苯胺 | 46.5 | 48.6 | 46.9 | 46.3 | 44.2 | 47.0 | 46.6 | 1.42 | 3.1 |
| 联苯胺 | 43.1 | 47.2 | 45.4 | 44.4 | 41.5 | 45.0 | 44.4 | 1.96 | 4.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 44.0 | 49.7 | 47.3 | 45.8 | 44.0 | 47.1 | 46.3 | 2.19 | 4.7 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 43.0 | 46.4 | 43.6 | 43.1 | 42.3 | 44.6 | 43.8 | 1.47 | 3.4 |

附表 1-44 土壤 3 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|--------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 40.1 | 42.0 | 48.1 | 38.3 | 32.4 | 36.7 | 39.6 | 5.30 | 13.4 |
| 4-甲基苯胺 | 42.0 | 42.6 | 49.5 | 40.4 | 34.6 | 39.3 | 41.4 | 4.88 | 11.8 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2-甲基苯胺 | 42.8 | 43.5 | 50.9 | 41.3 | 35.5 | 39.9 | 42.3 | 5.07 | 12.0 |
| 3-甲基苯胺 | 43.5 | 44.1 | 51.2 | 42.0 | 36.4 | 40.9 | 43.0 | 4.85 | 11.3 |
| 2-氯苯胺 | 43.0 | 42.2 | 50.3 | 41.0 | 35.1 | 39.0 | 41.8 | 5.04 | 12.1 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 43.4 | 41.9 | 51.1 | 42.0 | 35.6 | 39.4 | 42.2 | 5.14 | 12.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 43.8 | 42.2 | 51.0 | 42.1 | 35.6 | 39.2 | 42.3 | 5.15 | 12.2 |
| 2-甲氧基苯胺 | 46.5 | 46.1 | 52.6 | 44.6 | 39.8 | 44.1 | 45.6 | 4.17 | 9.1 |
| 3-氯苯胺 | 46.9 | 46.1 | 53.7 | 45.4 | 40.7 | 44.6 | 46.2 | 4.25 | 9.2 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 45.5 | 45.5 | 50.6 | 42.7 | 38.5 | 41.9 | 44.1 | 4.11 | 9.3 |
| 4-氯苯胺 | 45.5 | 45.5 | 50.4 | 42.3 | 38.5 | 41.7 | 44.0 | 4.10 | 9.3 |
| 2-硝基苯胺 | 48.8 | 45.8 | 50.8 | 45.3 | 44.0 | 45.5 | 46.7 | 2.56 | 5.5 |
| 3-硝基苯胺 | 49.9 | 47.2 | 50.9 | 45.6 | 45.9 | 47.5 | 47.8 | 2.14 | 4.5 |
| 1-萘胺 | 50.1 | 44.7 | 51.5 | 45.4 | 42.7 | 43.8 | 46.4 | 3.58 | 7.7 |
| 2-萘胺 | 50.1 | 44.5 | 51.9 | 45.9 | 43.0 | 44.1 | 46.6 | 3.59 | 7.7 |
| 4-硝基苯胺 | 51.3 | 47.5 | 51.3 | 45.9 | 47.2 | 48.5 | 48.6 | 2.24 | 4.6 |
| 4-氨基联苯胺 | 48.5 | 43.7 | 51.3 | 43.4 | 38.7 | 42.8 | 44.7 | 4.48 | 10.0 |
| 联苯胺 | 49.8 | 42.8 | 49.9 | 43.7 | 44.8 | 43.1 | 45.7 | 3.30 | 7.2 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 45.9 | 39.3 | 47.0 | 39.4 | 37.5 | 38.3 | 41.2 | 4.12 | 10.0 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 43.6 | 38.9 | 43.0 | 34.4 | 32.0 | 37.1 | 38.2 | 4.62 | 12.1 |

附表 1-45 土壤 3 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 38.6 | 38.6 | 39.2 | 36.0 | 40.8 | 33.4 | 37.8 | 2.64 | 7.0 |
| 4-甲基苯胺 | 40.6 | 40.1 | 36.1 | 36.9 | 36.3 | 33.9 | 37.3 | 2.56 | 6.9 |
| 2-甲基苯胺 | 39.7 | 39.7 | 35.5 | 36.6 | 36.0 | 44.1 | 38.6 | 3.26 | 8.4 |
| 3-甲基苯胺 | 40.7 | 40.4 | 36.7 | 37.1 | 36.7 | 34.2 | 37.6 | 2.48 | 6.6 |
| 2-氯苯胺 | 36.6 | 36.6 | 41.9 | 35.8 | 36.9 | 38.3 | 37.7 | 2.22 | 5.9 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 43.1 | 42.3 | 38.2 | 38.6 | 38.8 | 36.1 | 39.5 | 2.66 | 6.7 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 43.4 | 43.1 | 38.6 | 38.9 | 39.2 | 36.6 | 40.0 | 2.70 | 6.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | 44.3 | 44.3 | 39.4 | 39.1 | 40.1 | 37.1 | 40.7 | 2.95 | 7.2 |
| 3-氯苯胺 | 45.6 | 45.4 | 40.3 | 40.4 | 41.1 | 38.2 | 41.8 | 3.00 | 7.2 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 40.4 | 40.4 | 37.9 | 38.8 | 41.6 | 41.9 | 40.2 | 1.56 | 3.9 |
| 4-氯苯胺 | 45.4 | 45.3 | 40.1 | 40.1 | 41.3 | 38.6 | 41.8 | 2.88 | 6.9 |
| 2-硝基苯胺 | 42.6 | 41.7 | 39.4 | 42.5 | 43.2 | 44.8 | 42.4 | 1.79 | 4.2 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3-硝基苯胺 | 47.8 | 48.0 | 42.9 | 43.7 | 41.1 | 39.2 | 43.8 | 3.55 | 8.1 |
| 1-萘胺 | 46.6 | 46.9 | 42.2 | 43.2 | 40.3 | 38.9 | 43.0 | 3.25 | 7.6 |
| 2-萘胺 | 40.8 | 41.1 | 36.4 | 38.0 | 38.3 | 34.3 | 38.2 | 2.59 | 6.8 |
| 4-硝基苯胺 | 49.9 | 50.2 | 43.4 | 43.5 | 42.8 | 42.0 | 45.3 | 3.72 | 8.2 |
| 4-氨基联苯胺 | 43.2 | 43.2 | 38.9 | 41.7 | 42.5 | 45.9 | 42.6 | 2.29 | 5.4 |
| 联苯胺 | 39.5 | 40.0 | 33.9 | 36.4 | 37.0 | 39.7 | 37.8 | 2.41 | 6.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 42.8 | 33.7 | 42.5 | 30.8 | 36.4 | 42.3 | 38.1 | 5.19 | 13.6 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 46.8 | 46.6 | 38.2 | 38.6 | 37.9 | 36.6 | 40.8 | 4.63 | 11.4 |

附表 1-46~附表 1-51 为 6 家验证实验室对黑龙江省土壤（土壤 4）加标高浓度样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-46 土壤 4 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 38.6 | 35.2 | 38.6 | 34.6 | 38.5 | 35.1 | 36.8 | 1.98 | 5.4 |
| 4-甲基苯胺 | 41.6 | 37.3 | 41.3 | 36.0 | 40.1 | 36.4 | 38.8 | 2.52 | 6.5 |
| 2-甲基苯胺 | 42.0 | 38.3 | 41.9 | 35.8 | 40.4 | 36.3 | 39.1 | 2.73 | 7.0 |
| 3-甲基苯胺 | 42.0 | 37.7 | 42.0 | 35.7 | 40.1 | 36.1 | 38.9 | 2.83 | 7.3 |
| 2-氯苯胺 | 44.3 | 39.4 | 43.8 | 36.9 | 41.6 | 37.3 | 40.6 | 3.19 | 7.9 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 44.3 | 38.6 | 43.5 | 36.4 | 41.3 | 37.0 | 40.2 | 3.35 | 8.3 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 44.8 | 39.7 | 44.0 | 36.4 | 41.3 | 36.7 | 40.5 | 3.56 | 8.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | 46.0 | 39.8 | 45.1 | 37.0 | 42.5 | 37.4 | 41.3 | 3.84 | 9.3 |
| 3-氯苯胺 | 47.1 | 40.7 | 46.3 | 37.4 | 43.2 | 38.2 | 42.2 | 4.08 | 9.7 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 47.5 | 41.3 | 46.3 | 37.1 | 43.2 | 38.2 | 42.3 | 4.21 | 10.0 |
| 4-氯苯胺 | 47.2 | 40.8 | 45.9 | 37.1 | 43.1 | 37.6 | 42.0 | 4.20 | 10.0 |
| 2-硝基苯胺 | 52.5 | 44.8 | 53.4 | 40.1 | 47.5 | 42.5 | 46.8 | 5.37 | 11.5 |
| 3-硝基苯胺 | 41.3 | 41.7 | 42.2 | 40.1 | 41.1 | 40.6 | 41.2 | 0.753 | 1.8 |
| 1-萘胺 | 40.4 | 40.4 | 41.1 | 38.8 | 39.7 | 38.9 | 39.9 | 0.915 | 2.3 |
| 2-萘胺 | 40.0 | 40.6 | 40.6 | 38.0 | 39.1 | 38.2 | 39.4 | 1.160 | 2.9 |
| 4-硝基苯胺 | 42.9 | 45.6 | 44.4 | 40.7 | 42.5 | 41.4 | 42.9 | 1.83 | 4.3 |
| 4-氨基联苯胺 | 39.8 | 43.4 | 40.7 | 38.2 | 38.0 | 38.6 | 39.8 | 2.05 | 5.2 |
| 联苯胺 | 36.4 | 41.0 | 37.9 | 33.7 | 36.1 | 34.5 | 36.6 | 2.61 | 7.1 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 34.3 | 39.8 | 35.2 | 31.7 | 32.7 | 33.3 | 34.5 | 2.87 | 8.3 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 40.4 | 45.3 | 41.1 | 35.2 | 39.2 | 37.9 | 39.9 | 3.39 | 8.5 |

附表 1-47 土壤 4 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 55.8 | 54.2 | 46.4 | 43.6 | 54.7 | 54.0 | 51.5 | 5.11 | 9.9 |
| 4-甲基苯胺 | 57.0 | 55.9 | 47.1 | 44.4 | 54.9 | 54.3 | 52.3 | 5.20 | 10.0 |
| 2-甲基苯胺 | 56.0 | 55.0 | 46.3 | 42.8 | 53.8 | 53.5 | 51.2 | 5.37 | 10.5 |
| 3-甲基苯胺 | 56.4 | 55.6 | 45.8 | 42.6 | 53.6 | 53.0 | 51.2 | 5.63 | 11.0 |
| 2-氯苯胺 | 56.3 | 54.8 | 48.4 | 45.2 | 56.2 | 55.4 | 52.7 | 4.73 | 9.0 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 56.8 | 55.8 | 49.4 | 46.3 | 56.8 | 56.4 | 53.6 | 4.56 | 8.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 56.1 | 55.2 | 48.2 | 45.1 | 56.4 | 55.3 | 52.7 | 4.82 | 9.1 |
| 2-甲氧基苯胺 | 55.8 | 54.4 | 47.7 | 44.8 | 55.4 | 55.0 | 52.2 | 4.71 | 9.0 |
| 3-氯苯胺 | 56.3 | 55.1 | 44.4 | 41.6 | 51.1 | 50.6 | 49.9 | 5.81 | 11.7 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 54.9 | 53.8 | 46.6 | 43.8 | 54.8 | 53.8 | 51.3 | 4.82 | 9.4 |
| 4-氯苯胺 | 54.3 | 53.4 | 46.2 | 43.5 | 54.0 | 52.8 | 50.7 | 4.64 | 9.2 |
| 2-硝基苯胺 | 54.0 | 52.8 | 56.2 | 53.9 | 61.3 | 61.9 | 56.7 | 3.97 | 7.0 |
| 3-硝基苯胺 | 54.3 | 54.2 | 52.6 | 50.4 | 58.1 | 57.9 | 54.6 | 3.00 | 5.5 |
| 1-萘胺 | 52.8 | 52.2 | 48.6 | 45.3 | 54.8 | 55.0 | 51.5 | 3.80 | 7.4 |
| 2-萘胺 | 52.0 | 51.8 | 47.2 | 44.2 | 53.3 | 53.2 | 50.3 | 3.72 | 7.4 |
| 4-硝基苯胺 | 50.1 | 50.2 | 47.9 | 46.3 | 51.8 | 51.9 | 49.7 | 2.21 | 4.5 |
| 4-氨基联苯胺 | 50.1 | 50.3 | 46.3 | 43.5 | 50.9 | 51.0 | 48.7 | 3.08 | 6.3 |
| 联苯胺 | 42.7 | 44.7 | 42.0 | 42.3 | 40.0 | 42.2 | 42.3 | 1.50 | 3.6 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 42.4 | 45.1 | 41.4 | 45.1 | 40.9 | 40.9 | 42.6 | 1.99 | 4.7 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 43.4 | 46.5 | 42.6 | 47.4 | 41.4 | 41.0 | 43.7 | 2.66 | 6.1 |

附表 1-48 土壤 4 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-----------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 40.0 | 37.0 | 40.8 | 40.3 | 38.7 | 41.5 | 39.7 | 1.624 | 4.1 |
| 4-甲基苯胺 | 42.2 | 38.6 | 40.3 | 39.4 | 38.2 | 43.3 | 40.3 | 2.035 | 5.0 |
| 2-甲基苯胺 | 43.6 | 41.6 | 44.2 | 44.0 | 41.4 | 43.1 | 43.0 | 1.21 | 2.8 |
| 3-甲基苯胺 | 39.1 | 37.7 | 39.5 | 39.0 | 37.4 | 38.8 | 38.6 | 0.838 | 2.2 |
| 2-氯苯胺 | 43.7 | 41.1 | 44.2 | 43.7 | 40.9 | 43.3 | 42.8 | 1.44 | 3.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 43.3 | 41.6 | 44.5 | 43.6 | 41.8 | 43.5 | 43.1 | 1.13 | 2.6 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2,6-二甲基苯胺 | 43.8 | 41.3 | 44.7 | 44.0 | 41.2 | 43.6 | 43.1 | 1.48 | 3.4 |
| 2-甲氧基苯胺 | 44.9 | 42.6 | 46.1 | 45.3 | 42.7 | 44.8 | 44.4 | 1.43 | 3.2 |
| 3-氯苯胺 | 43.8 | 42.1 | 45.9 | 44.3 | 41.9 | 44.3 | 43.7 | 1.51 | 3.4 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 39.9 | 38.1 | 41.3 | 40.0 | 37.8 | 39.7 | 39.5 | 1.31 | 3.3 |
| 4-氯苯胺 | 40.1 | 38.2 | 41.3 | 40.1 | 37.9 | 39.8 | 39.6 | 1.29 | 3.3 |
| 2-硝基苯胺 | 46.0 | 43.3 | 44.3 | 46.1 | 43.5 | 46.5 | 45.0 | 1.42 | 3.2 |
| 3-硝基苯胺 | 39.2 | 42.3 | 36.8 | 36.4 | 38.0 | 39.4 | 38.7 | 2.149 | 5.6 |
| 1-萘胺 | 41.1 | 43.7 | 40.0 | 41.6 | 42.5 | 41.0 | 41.7 | 1.294 | 3.1 |
| 2-萘胺 | 39.4 | 40.3 | 37.7 | 40.0 | 39.1 | 39.2 | 39.3 | 0.906 | 2.3 |
| 4-硝基苯胺 | 48.1 | 46.3 | 46.8 | 48.7 | 45.4 | 47.8 | 47.2 | 1.24 | 2.6 |
| 4-氨基联苯胺 | 39.9 | 38.4 | 38.3 | 40.4 | 37.0 | 39.6 | 38.9 | 1.26 | 3.2 |
| 联苯胺 | 42.9 | 46.0 | 42.3 | 44.3 | 44.4 | 44.3 | 44.0 | 1.299 | 2.9 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 45.1 | 49.9 | 44.7 | 46.8 | 49.1 | 46.6 | 47.0 | 2.09 | 4.5 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 45.2 | 43.3 | 41.7 | 44.1 | 43.1 | 48.2 | 44.3 | 2.25 | 5.1 |

附表 1-49 土壤 4 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 33.5 | 34.4 | 37.6 | 36.7 | 34.4 | 40.9 | 36.3 | 2.76 | 7.6 |
| 4-甲基苯胺 | 32.3 | 33.1 | 36.0 | 34.9 | 32.5 | 38.6 | 34.6 | 2.45 | 7.1 |
| 2-甲基苯胺 | 36.5 | 36.6 | 40.3 | 39.4 | 36.4 | 42.7 | 38.7 | 2.59 | 6.7 |
| 3-甲基苯胺 | 34.9 | 35.2 | 38.1 | 37.4 | 34.7 | 40.4 | 36.8 | 2.26 | 6.2 |
| 2-氯苯胺 | 34.2 | 33.8 | 39.0 | 39.6 | 36.8 | 42.4 | 37.6 | 3.34 | 8.9 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 36.8 | 35.8 | 39.0 | 37.9 | 35.5 | 41.4 | 37.7 | 2.22 | 5.9 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 38.0 | 37.3 | 40.8 | 40.1 | 37.2 | 43.1 | 39.4 | 2.34 | 5.9 |
| 2-甲氧基苯胺 | 38.0 | 35.7 | 39.5 | 38.3 | 36.1 | 41.3 | 38.2 | 2.10 | 5.5 |
| 3-氯苯胺 | 39.5 | 36.9 | 40.5 | 38.6 | 37.5 | 45.6 | 39.8 | 3.14 | 7.9 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 35.4 | 32.0 | 35.8 | 34.4 | 33.6 | 40.9 | 35.4 | 3.04 | 8.6 |
| 4-氯苯胺 | 37.7 | 35.2 | 37.9 | 35.9 | 35.3 | 42.5 | 37.4 | 2.75 | 7.4 |
| 2-硝基苯胺 | 38.4 | 32.0 | 40.3 | 38.4 | 39.6 | 45.2 | 39.0 | 4.25 | 10.9 |
| 3-硝基苯胺 | 45.0 | 36.0 | 41.7 | 38.4 | 40.6 | 46.6 | 41.4 | 3.97 | 9.6 |
| 1-萘胺 | 35.2 | 31.4 | 33.0 | 37.5 | 35.1 | 45.6 | 36.3 | 5.01 | 13.8 |
| 2-萘胺 | 38.1 | 31.2 | 33.8 | 32.0 | 36.3 | 43.1 | 35.8 | 4.44 | 12.4 |
| 4-硝基苯胺 | 45.3 | 35.9 | 43.3 | 41.0 | 41.4 | 45.1 | 42.0 | 3.49 | 8.3 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 4-氨基联苯胺 | 40.0 | 32.9 | 37.3 | 37.1 | 38.6 | 41.1 | 37.8 | 2.87 | 7.6 |
| 联苯胺 | 37.0 | 33.0 | 34.6 | 34.0 | 36.2 | 39.6 | 35.7 | 2.39 | 6.7 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 35.6 | 29.5 | 32.0 | 29.2 | 32.8 | 38.8 | 33.0 | 3.69 | 11.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 45.5 | 39.5 | 44.3 | 42.5 | 42.4 | 46.8 | 43.5 | 2.60 | 6.0 |

附表 1-50 土壤 4 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 36.4 | 42.9 | 42.8 | 44.8 | 46.0 | 32.6 | 40.9 | 5.25 | 12.8 |
| 4-甲基苯胺 | 39.4 | 45.4 | 44.2 | 47.0 | 47.3 | 34.2 | 42.9 | 5.14 | 12.0 |
| 2-甲基苯胺 | 40.1 | 46.0 | 45.3 | 47.8 | 48.5 | 40.1 | 44.6 | 3.70 | 8.3 |
| 3-甲基苯胺 | 41.0 | 46.6 | 45.6 | 48.6 | 48.6 | 41.4 | 45.3 | 3.38 | 7.5 |
| 2-氯苯胺 | 40.8 | 46.7 | 45.5 | 48.0 | 48.5 | 39.8 | 44.9 | 3.71 | 8.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 42.3 | 47.7 | 45.7 | 49.2 | 48.5 | 34.1 | 44.6 | 5.70 | 12.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 42.7 | 47.9 | 46.2 | 49.2 | 49.1 | 36.5 | 45.3 | 4.93 | 10.9 |
| 2-甲氧基苯胺 | 45.0 | 49.7 | 47.2 | 50.8 | 50.3 | 36.1 | 46.5 | 5.55 | 11.9 |
| 3-氯苯胺 | 46.6 | 51.0 | 48.4 | 52.0 | 50.9 | 37.4 | 47.7 | 5.43 | 11.4 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 40.7 | 44.7 | 43.6 | 45.8 | 46.9 | 38.6 | 43.4 | 3.16 | 7.3 |
| 4-氯苯胺 | 40.3 | 44.5 | 43.4 | 45.4 | 46.8 | 35.5 | 42.7 | 4.13 | 9.7 |
| 2-硝基苯胺 | 47.9 | 48.3 | 44.8 | 48.7 | 46.7 | 38.6 | 45.8 | 3.81 | 8.3 |
| 3-硝基苯胺 | 50.6 | 49.6 | 44.2 | 49.7 | 44.7 | 37.6 | 46.1 | 4.97 | 10.8 |
| 1-萘胺 | 51.2 | 50.5 | 45.7 | 50.4 | 47.1 | 39.7 | 47.4 | 4.37 | 9.2 |
| 2-萘胺 | 52.3 | 50.9 | 45.6 | 51.0 | 46.9 | 39.0 | 47.6 | 4.96 | 10.4 |
| 4-硝基苯胺 | 54.2 | 51.4 | 41.9 | 51.2 | 41.7 | 37.2 | 46.3 | 6.9 | 14.8 |
| 4-氨基联苯胺 | 56.4 | 53.9 | 45.7 | 53.6 | 45.4 | 39.8 | 49.1 | 6.45 | 13.1 |
| 联苯胺 | 51.2 | 44.9 | 32.5 | 45.2 | 34.9 | 35.7 | 40.7 | 7.40 | 18.2 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 49.8 | 44.4 | 32.2 | 43.9 | 35.3 | 36.1 | 40.3 | 6.76 | 16.8 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 46.4 | 41.7 | 32.2 | 40.5 | 35.4 | 36.4 | 38.8 | 5.10 | 13.1 |

附表 1-51 土壤 4 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | 平均值 | 标准偏差 | 相对标准 |
|-------|-------------|-----|------|------|
|-------|-------------|-----|------|------|

| | | | | | | | | | |
|------------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|-------|------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 39.1 | 38.0 | 36.1 | 35.7 | 35.0 | 34.8 | 36.5 | 1.73 | 4.7 |
| 4-甲基苯胺 | 38.4 | 37.2 | 33.1 | 35.4 | 38.5 | 34.4 | 36.2 | 2.22 | 6.1 |
| 2-甲基苯胺 | 42.9 | 37.9 | 41.7 | 38.1 | 36.7 | 34.8 | 38.7 | 3.06 | 7.9 |
| 3-甲基苯胺 | 36.8 | 36.8 | 37.0 | 37.1 | 35.9 | 35.9 | 36.6 | 0.542 | 1.5 |
| 2-氯苯胺 | 43.4 | 39.1 | 38.4 | 39.9 | 36.9 | 38.2 | 39.3 | 2.24 | 5.7 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 39.7 | 39.4 | 38.8 | 39.2 | 38.2 | 38.3 | 38.9 | 0.606 | 1.6 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 44.6 | 41.6 | 40.9 | 38.6 | 42.2 | 40.3 | 41.4 | 2.01 | 4.9 |
| 2-甲氧基苯胺 | 43.1 | 41.1 | 40.5 | 37.5 | 39.8 | 39.8 | 40.3 | 1.84 | 4.6 |
| 3-氯苯胺 | 45.4 | 42.2 | 41.1 | 39.4 | 40.4 | 39.8 | 41.4 | 2.20 | 5.3 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 39.8 | 42.7 | 37.3 | 39.4 | 36.1 | 38.3 | 38.9 | 2.29 | 5.9 |
| 4-氯苯胺 | 41.9 | 43.9 | 41.1 | 41.1 | 38.4 | 40.8 | 41.2 | 1.78 | 4.3 |
| 2-硝基苯胺 | 49.9 | 49.5 | 45.1 | 44.5 | 44.9 | 44.3 | 46.4 | 2.60 | 5.6 |
| 3-硝基苯胺 | 44.5 | 44.7 | 41.6 | 42.4 | 43.3 | 41.2 | 43.0 | 1.47 | 3.4 |
| 1-萘胺 | 35.5 | 41.5 | 40.0 | 39.4 | 38.1 | 36.9 | 38.6 | 2.18 | 5.7 |
| 2-萘胺 | 34.0 | 33.9 | 38.4 | 33.6 | 33.6 | 36.7 | 35.0 | 2.03 | 5.8 |
| 4-硝基苯胺 | 48.6 | 49.0 | 44.7 | 45.3 | 44.7 | 45.2 | 46.3 | 1.99 | 4.3 |
| 4-氨基联苯胺 | 41.0 | 41.3 | 38.3 | 38.6 | 38.4 | 38.6 | 39.4 | 1.39 | 3.5 |
| 联苯胺 | 30.6 | 30.6 | 34.1 | 31.3 | 38.7 | 39.7 | 34.2 | 4.12 | 12.1 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 37.2 | 36.7 | 39.7 | 38.1 | 34.5 | 39.2 | 37.6 | 1.89 | 5.0 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 41.5 | 41.8 | 37.6 | 38.8 | 35.0 | 36.5 | 38.5 | 2.72 | 7.1 |

附表 1-52~附表 1-57 为 6 家验证实验室对海洋沉积物（沉积物 1）加标低浓度样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-52 沉积物 1 加标 1.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.690 | 0.660 | 0.690 | 0.710 | 0.660 | 0.720 | 0.688 | 0.025 | 3.6 |
| 4-甲基苯胺 | 0.750 | 0.730 | 0.760 | 0.800 | 0.710 | 0.770 | 0.753 | 0.031 | 4.2 |
| 2-甲基苯胺 | 0.690 | 0.670 | 0.670 | 0.710 | 0.660 | 0.720 | 0.687 | 0.024 | 3.5 |
| 3-甲基苯胺 | 0.710 | 0.710 | 0.700 | 0.750 | 0.690 | 0.740 | 0.717 | 0.023 | 3.3 |
| 2-氯苯胺 | 0.720 | 0.720 | 0.730 | 0.770 | 0.700 | 0.750 | 0.732 | 0.025 | 3.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.720 | 0.720 | 0.720 | 0.780 | 0.690 | 0.760 | 0.732 | 0.033 | 4.4 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.700 | 0.710 | 0.700 | 0.750 | 0.690 | 0.730 | 0.713 | 0.023 | 3.2 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.720 | 0.720 | 0.730 | 0.790 | 0.690 | 0.760 | 0.735 | 0.035 | 4.8 |
| 3-氯苯胺 | 0.710 | 0.730 | 0.730 | 0.790 | 0.700 | 0.760 | 0.737 | 0.033 | 4.5 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 0.720 | 0.710 | 0.720 | 0.780 | 0.700 | 0.750 | 0.730 | 0.030 | 4.1 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 代物) | | | | | | | | | |
| 4-氯苯胺 | 0.700 | 0.700 | 0.700 | 0.780 | 0.680 | 0.740 | 0.717 | 0.037 | 5.1 |
| 2-硝基苯胺 | 0.812 | 0.756 | 0.823 | 0.666 | 0.744 | 0.609 | 0.735 | 0.083 | 11.4 |
| 3-硝基苯胺 | 0.869 | 0.704 | 0.883 | 0.731 | 0.731 | 0.828 | 0.791 | 0.078 | 9.9 |
| 1-萘胺 | 0.744 | 0.677 | 0.744 | 0.812 | 0.699 | 0.790 | 0.744 | 0.051 | 6.9 |
| 2-萘胺 | 0.677 | 0.609 | 0.688 | 0.767 | 0.643 | 0.767 | 0.692 | 0.064 | 9.3 |
| 4-硝基苯胺 | 0.767 | 0.677 | 0.790 | 0.654 | 0.744 | 0.643 | 0.713 | 0.062 | 8.8 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.790 | 0.744 | 0.801 | 0.846 | 0.801 | 0.869 | 0.809 | 0.044 | 5.4 |
| 联苯胺 | 0.711 | 0.756 | 0.688 | 0.835 | 0.666 | 0.914 | 0.762 | 0.096 | 12.6 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.626 | 0.725 | 0.675 | 0.675 | 0.663 | 0.786 | 0.692 | 0.056 | 8.1 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.770 | 0.730 | 0.770 | 0.800 | 0.860 | 0.930 | 0.810 | 0.073 | 9.0 |

附表 1-53 沉积物 1 加标 1.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.660 | 0.660 | 0.869 | 0.648 | 0.660 | 0.648 | 0.691 | 0.087 | 12.7 |
| 4-甲基苯胺 | 0.856 | 0.856 | 1.13 | 0.856 | 0.842 | 0.842 | 0.897 | 0.114 | 12.7 |
| 2-甲基苯胺 | 0.675 | 0.663 | 0.872 | 0.663 | 0.651 | 0.651 | 0.696 | 0.087 | 12.5 |
| 3-甲基苯胺 | 0.699 | 0.688 | 0.914 | 0.677 | 0.677 | 0.677 | 0.722 | 0.094 | 13.1 |
| 2-氯苯胺 | 0.656 | 0.672 | 0.864 | 0.672 | 0.640 | 0.656 | 0.693 | 0.084 | 12.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.677 | 0.677 | 0.902 | 0.677 | 0.643 | 0.654 | 0.705 | 0.098 | 13.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.663 | 0.650 | 0.871 | 0.663 | 0.650 | 0.650 | 0.691 | 0.088 | 12.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.700 | 0.737 | 0.946 | 0.700 | 0.663 | 0.675 | 0.737 | 0.106 | 14.3 |
| 3-氯苯胺 | 0.711 | 0.847 | 1.07 | 0.798 | 0.749 | 0.737 | 0.819 | 0.132 | 16.2 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 0.780 | 0.780 | 1.05 | 0.790 | 0.750 | 0.750 | 0.817 | 0.116 | 14.1 |
| 4-氯苯胺 | 0.770 | 0.780 | 1.03 | 0.770 | 0.750 | 0.740 | 0.807 | 0.110 | 13.7 |
| 2-硝基苯胺 | 0.700 | 0.760 | 0.880 | 0.690 | 0.630 | 0.640 | 0.717 | 0.093 | 12.9 |
| 3-硝基苯胺 | 0.770 | 0.810 | 1.04 | 0.770 | 0.720 | 0.720 | 0.805 | 0.120 | 14.9 |
| 1-萘胺 | 0.637 | 0.660 | 0.803 | 0.648 | 0.662 | 0.602 | 0.669 | 0.069 | 10.4 |
| 2-萘胺 | 0.760 | 0.790 | 1.04 | 0.780 | 0.730 | 0.730 | 0.805 | 0.118 | 14.6 |
| 4-硝基苯胺 | 0.790 | 0.920 | 1.03 | 0.860 | 0.720 | 0.720 | 0.840 | 0.122 | 14.5 |
| 4-氨基联苯胺 | 1.01 | 1.08 | 1.26 | 1.08 | 0.940 | 0.940 | 1.052 | 0.120 | 11.4 |
| 联苯胺 | 0.720 | 0.896 | 0.912 | 0.864 | 0.656 | 0.656 | 0.784 | 0.120 | 15.3 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.640 | 0.800 | 0.820 | 0.800 | 0.600 | 0.610 | 0.712 | 0.105 | 14.8 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.790 | 1.020 | 0.930 | 1.010 | 0.780 | 0.770 | 0.883 | 0.118 | 13.3 |

附表 1-54 沉积物 1 加标 1.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.790 | 0.790 | 0.810 | 0.780 | 0.790 | 0.680 | 0.773 | 0.047 | 6.0 |
| 4-甲基苯胺 | 0.800 | 0.790 | 0.820 | 0.810 | 0.840 | 0.690 | 0.792 | 0.053 | 6.7 |
| 2-甲基苯胺 | 0.830 | 0.800 | 0.830 | 0.810 | 0.840 | 0.700 | 0.802 | 0.052 | 6.5 |
| 3-甲基苯胺 | 0.810 | 0.790 | 0.810 | 0.790 | 0.820 | 0.680 | 0.783 | 0.052 | 6.6 |
| 2-氯苯胺 | 0.820 | 0.800 | 0.810 | 0.790 | 0.820 | 0.690 | 0.788 | 0.050 | 6.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.810 | 0.820 | 0.810 | 0.810 | 0.840 | 0.690 | 0.797 | 0.054 | 6.7 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.810 | 0.790 | 0.790 | 0.780 | 0.810 | 0.670 | 0.775 | 0.053 | 6.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.830 | 0.850 | 0.850 | 0.820 | 0.870 | 0.720 | 0.823 | 0.054 | 6.5 |
| 3-氯苯胺 | 0.870 | 0.870 | 0.830 | 0.820 | 0.890 | 0.740 | 0.837 | 0.054 | 6.5 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 0.820 | 0.810 | 0.810 | 0.790 | 0.830 | 0.690 | 0.792 | 0.052 | 6.5 |
| 4-氯苯胺 | 0.810 | 0.810 | 0.810 | 0.780 | 0.840 | 0.700 | 0.792 | 0.049 | 6.2 |
| 2-硝基苯胺 | 0.760 | 0.840 | 0.910 | 0.940 | 0.930 | 0.760 | 0.857 | 0.083 | 9.6 |
| 3-硝基苯胺 | 0.787 | 0.828 | 0.842 | 0.856 | 0.856 | 0.759 | 0.821 | 0.040 | 4.9 |
| 1-萘胺 | 0.688 | 0.725 | 0.725 | 0.737 | 0.737 | 0.651 | 0.711 | 0.034 | 4.8 |
| 2-萘胺 | 0.660 | 0.690 | 0.690 | 0.710 | 0.700 | 0.620 | 0.678 | 0.033 | 4.9 |
| 4-硝基苯胺 | 0.920 | 1.01 | 1.04 | 1.07 | 1.09 | 0.950 | 1.01 | 0.067 | 6.6 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.970 | 1.03 | 1.05 | 1.06 | 1.05 | 0.920 | 1.01 | 0.056 | 5.5 |
| 联苯胺 | 0.640 | 0.820 | 0.850 | 0.870 | 0.870 | 0.630 | 0.780 | 0.114 | 14.6 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.540 | 0.710 | 0.710 | 0.720 | 0.720 | 0.600 | 0.667 | 0.077 | 11.6 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 1.08 | 1.18 | 1.19 | 1.20 | 1.21 | 1.11 | 1.16 | 0.053 | 4.6 |

附表 1-55 沉积物 1 加标 1.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|--------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.830 | 0.830 | 0.820 | 0.810 | 0.750 | 0.800 | 0.807 | 0.030 | 3.7 |
| 4-甲基苯胺 | 0.800 | 0.780 | 0.810 | 0.800 | 0.730 | 0.770 | 0.782 | 0.029 | 3.7 |
| 2-甲基苯胺 | 0.830 | 0.850 | 0.840 | 0.840 | 0.780 | 0.830 | 0.828 | 0.025 | 3.0 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3-甲基苯胺 | 0.830 | 0.820 | 0.820 | 0.820 | 0.760 | 0.810 | 0.810 | 0.025 | 3.1 |
| 2-氯苯胺 | 0.830 | 0.850 | 0.830 | 0.840 | 0.760 | 0.820 | 0.822 | 0.032 | 3.9 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.800 | 0.800 | 0.810 | 0.820 | 0.740 | 0.780 | 0.792 | 0.029 | 3.6 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.830 | 0.840 | 0.850 | 0.850 | 0.770 | 0.840 | 0.830 | 0.030 | 3.7 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.840 | 0.840 | 0.850 | 0.850 | 0.780 | 0.830 | 0.832 | 0.026 | 3.2 |
| 3-氯苯胺 | 0.860 | 0.850 | 0.960 | 0.830 | 0.790 | 0.790 | 0.847 | 0.063 | 7.4 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 0.900 | 0.860 | 0.980 | 0.850 | 0.820 | 0.820 | 0.872 | 0.061 | 7.0 |
| 4-氯苯胺 | 0.860 | 0.820 | 0.940 | 0.800 | 0.780 | 0.770 | 0.828 | 0.063 | 7.7 |
| 2-硝基苯胺 | 0.840 | 0.890 | 1.03 | 0.920 | 0.910 | 0.920 | 0.918 | 0.062 | 6.8 |
| 3-硝基苯胺 | 0.790 | 0.820 | 0.960 | 0.850 | 0.810 | 0.870 | 0.850 | 0.061 | 7.2 |
| 1-萘胺 | 0.740 | 0.740 | 0.880 | 0.770 | 0.710 | 0.740 | 0.763 | 0.060 | 7.9 |
| 2-萘胺 | 0.820 | 0.780 | 0.950 | 0.850 | 0.770 | 0.790 | 0.827 | 0.067 | 8.1 |
| 4-硝基苯胺 | 0.860 | 0.870 | 1.02 | 0.910 | 0.870 | 0.920 | 0.908 | 0.060 | 6.6 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.820 | 0.830 | 0.990 | 0.860 | 0.770 | 0.830 | 0.850 | 0.075 | 8.8 |
| 联苯胺 | 0.672 | 0.741 | 0.857 | 0.834 | 0.706 | 0.741 | 0.759 | 0.072 | 9.6 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.614 | 0.695 | 0.880 | 0.776 | 0.660 | 0.672 | 0.716 | 0.096 | 13.5 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.820 | 0.820 | 0.960 | 0.810 | 0.770 | 0.790 | 0.828 | 0.067 | 8.1 |

附表 1-56 沉积物 1 加标 1.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.780 | 0.770 | 0.750 | 0.790 | 0.720 | 0.680 | 0.748 | 0.042 | 5.6 |
| 4-甲基苯胺 | 0.750 | 0.770 | 0.740 | 0.800 | 0.730 | 0.680 | 0.745 | 0.040 | 5.4 |
| 2-甲基苯胺 | 0.810 | 0.800 | 0.770 | 0.860 | 0.760 | 0.720 | 0.787 | 0.048 | 6.1 |
| 3-甲基苯胺 | 0.820 | 0.810 | 0.780 | 0.850 | 0.780 | 0.730 | 0.795 | 0.041 | 5.2 |
| 2-氯苯胺 | 0.780 | 0.780 | 0.760 | 0.820 | 0.770 | 0.730 | 0.773 | 0.029 | 3.8 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.790 | 0.780 | 0.740 | 0.820 | 0.750 | 0.720 | 0.767 | 0.037 | 4.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.810 | 0.820 | 0.780 | 0.870 | 0.790 | 0.750 | 0.803 | 0.041 | 5.1 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.850 | 0.810 | 0.770 | 0.870 | 0.810 | 0.740 | 0.808 | 0.048 | 6.0 |
| 3-氯苯胺 | 0.860 | 0.830 | 0.800 | 0.890 | 0.840 | 0.810 | 0.838 | 0.033 | 4.0 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 0.850 | 0.800 | 0.780 | 0.820 | 0.740 | 0.690 | 0.780 | 0.058 | 7.4 |
| 4-氯苯胺 | 0.840 | 0.820 | 0.780 | 0.830 | 0.730 | 0.690 | 0.782 | 0.060 | 7.7 |
| 2-硝基苯胺 | 0.770 | 0.670 | 0.670 | 0.690 | 0.680 | 0.620 | 0.683 | 0.049 | 7.1 |
| 3-硝基苯胺 | 0.810 | 0.710 | 0.680 | 0.700 | 0.730 | 0.650 | 0.713 | 0.055 | 7.7 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 1-萘胺 | 0.920 | 0.800 | 0.810 | 0.810 | 0.790 | 0.720 | 0.808 | 0.064 | 8.0 |
| 2-萘胺 | 0.950 | 0.820 | 0.850 | 0.820 | 0.820 | 0.750 | 0.835 | 0.065 | 7.8 |
| 4-硝基苯胺 | 0.910 | 0.740 | 0.800 | 0.690 | 0.750 | 0.680 | 0.762 | 0.085 | 11.1 |
| 4-氨基联苯胺 | 1.05 | 0.860 | 0.920 | 0.810 | 0.830 | 0.780 | 0.875 | 0.098 | 11.2 |
| 联苯胺 | 1.05 | 0.840 | 0.950 | 0.700 | 0.650 | 0.770 | 0.827 | 0.152 | 18.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 1.05 | 0.860 | 0.950 | 0.690 | 0.600 | 0.740 | 0.815 | 0.169 | 20.7 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 1.09 | 0.870 | 0.940 | 0.710 | 0.670 | 0.720 | 0.833 | 0.163 | 19.6 |

附表 1-57 沉积物 1 加标 1.00 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 0.718 | 0.660 | 0.655 | 0.660 | 0.735 | 0.712 | 0.690 | 0.036 | 5.2 |
| 4-甲基苯胺 | 0.694 | 0.667 | 0.657 | 0.678 | 0.736 | 0.727 | 0.693 | 0.032 | 4.7 |
| 2-甲基苯胺 | 0.724 | 0.701 | 0.696 | 0.713 | 0.762 | 0.791 | 0.731 | 0.038 | 5.1 |
| 3-甲基苯胺 | 0.709 | 0.697 | 0.697 | 0.699 | 0.759 | 0.758 | 0.720 | 0.030 | 4.2 |
| 2-氯苯胺 | 0.812 | 0.762 | 0.748 | 0.796 | 0.820 | 0.813 | 0.792 | 0.030 | 3.8 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.888 | 0.722 | 0.721 | 0.741 | 0.785 | 0.777 | 0.772 | 0.063 | 8.1 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.836 | 0.718 | 0.739 | 0.754 | 0.779 | 0.763 | 0.765 | 0.041 | 5.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.831 | 0.737 | 0.731 | 0.752 | 0.801 | 0.794 | 0.774 | 0.040 | 5.2 |
| 3-氯苯胺 | 0.850 | 0.765 | 0.760 | 0.788 | 0.811 | 0.796 | 0.795 | 0.033 | 4.2 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 0.855 | 0.878 | 0.923 | 0.940 | 0.988 | 0.969 | 0.926 | 0.051 | 5.6 |
| 4-氯苯胺 | 0.850 | 0.694 | 0.699 | 0.716 | 0.835 | 0.824 | 0.770 | 0.074 | 9.6 |
| 2-硝基苯胺 | 0.767 | 0.796 | 0.794 | 0.789 | 0.820 | 0.804 | 0.795 | 0.017 | 2.2 |
| 3-硝基苯胺 | 0.729 | 0.713 | 0.792 | 0.747 | 0.815 | 0.752 | 0.758 | 0.039 | 5.1 |
| 1-萘胺 | 0.814 | 0.831 | 0.914 | 0.881 | 0.916 | 0.910 | 0.878 | 0.045 | 5.1 |
| 2-萘胺 | 0.833 | 0.880 | 0.903 | 0.875 | 0.913 | 0.930 | 0.889 | 0.034 | 3.9 |
| 4-硝基苯胺 | 0.797 | 0.768 | 0.843 | 0.808 | 0.835 | 0.818 | 0.812 | 0.027 | 3.4 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.994 | 0.920 | 1.05 | 1.02 | 1.04 | 1.15 | 1.029 | 0.075 | 7.3 |
| 联苯胺 | 0.804 | 0.704 | 0.716 | 0.798 | 0.974 | 0.894 | 0.815 | 0.104 | 12.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.758 | 0.733 | 0.785 | 0.793 | 0.831 | 0.926 | 0.804 | 0.068 | 8.5 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.958 | 0.905 | 0.950 | 0.862 | 0.959 | 0.882 | 0.919 | 0.042 | 4.6 |

附表 1-58~附表 1-63 为 6 家验证实验室对长江沉积物 (沉积物 2) 加标中浓度样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-58 沉积物 2 加标 10.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 7.64 | 6.90 | 7.13 | 7.07 | 6.87 | 7.13 | 7.12 | 0.277 | 3.9 |
| 4-甲基苯胺 | 7.24 | 7.45 | 7.60 | 7.26 | 6.67 | 7.59 | 7.30 | 0.346 | 4.7 |
| 2-甲基苯胺 | 7.20 | 6.60 | 7.53 | 7.32 | 6.66 | 7.51 | 7.14 | 0.412 | 5.8 |
| 3-甲基苯胺 | 7.24 | 6.68 | 6.78 | 7.34 | 6.84 | 6.75 | 6.94 | 0.279 | 4.0 |
| 2-氯苯胺 | 7.25 | 6.72 | 6.70 | 7.32 | 6.89 | 6.69 | 6.93 | 0.287 | 4.1 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 7.31 | 6.90 | 7.63 | 7.38 | 7.27 | 6.60 | 7.18 | 0.369 | 5.1 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 7.27 | 7.00 | 7.43 | 7.42 | 7.21 | 7.43 | 7.29 | 0.171 | 2.4 |
| 2-甲氧基苯胺 | 7.50 | 7.36 | 6.83 | 7.58 | 6.72 | 6.81 | 7.13 | 0.388 | 5.4 |
| 3-氯苯胺 | 7.72 | 6.55 | 6.85 | 7.69 | 6.95 | 6.85 | 7.10 | 0.486 | 6.8 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 7.82 | 6.75 | 7.12 | 7.79 | 6.14 | 7.12 | 7.12 | 0.638 | 9.0 |
| 4-氯苯胺 | 7.73 | 6.65 | 7.08 | 7.77 | 6.04 | 7.07 | 7.06 | 0.658 | 9.3 |
| 2-硝基苯胺 | 8.66 | 6.61 | 6.79 | 8.28 | 7.57 | 7.00 | 7.49 | 0.837 | 11.2 |
| 3-硝基苯胺 | 7.71 | 6.91 | 7.19 | 7.48 | 7.07 | 7.27 | 7.27 | 0.288 | 4.0 |
| 1-萘胺 | 9.61 | 8.46 | 8.62 | 9.48 | 8.56 | 8.57 | 8.88 | 0.517 | 5.8 |
| 2-萘胺 | 7.43 | 6.54 | 6.82 | 7.43 | 6.60 | 6.78 | 6.93 | 0.399 | 5.8 |
| 4-硝基苯胺 | 8.16 | 8.15 | 8.68 | 7.96 | 8.10 | 8.71 | 8.29 | 0.319 | 3.9 |
| 4-氨基联苯胺 | 7.90 | 7.77 | 8.39 | 7.89 | 7.62 | 8.16 | 7.96 | 0.277 | 3.5 |
| 联苯胺 | 7.42 | 7.94 | 8.23 | 7.20 | 7.27 | 8.22 | 7.71 | 0.474 | 6.1 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 6.54 | 7.22 | 7.61 | 6.30 | 6.41 | 7.32 | 6.90 | 0.550 | 8.0 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 7.35 | 8.03 | 8.32 | 7.31 | 7.04 | 8.15 | 7.70 | 0.530 | 6.9 |

附表 1-59 沉积物 2 加标 10.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-----------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 6.98 | 8.30 | 7.17 | 8.35 | 7.14 | 8.38 | 7.72 | 0.686 | 8.9 |
| 4-甲基苯胺 | 7.40 | 9.03 | 7.56 | 9.03 | 7.94 | 9.06 | 8.34 | 0.790 | 9.5 |
| 2-甲基苯胺 | 6.55 | 8.01 | 6.61 | 7.97 | 6.60 | 8.07 | 7.30 | 0.784 | 10.7 |
| 3-甲基苯胺 | 7.03 | 8.57 | 7.32 | 8.53 | 7.25 | 8.66 | 7.89 | 0.767 | 9.7 |
| 2-氯苯胺 | 7.31 | 7.96 | 5.98 | 7.93 | 5.94 | 8.01 | 7.19 | 0.985 | 13.7 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 7.87 | 8.54 | 7.18 | 8.50 | 7.14 | 8.62 | 7.98 | 0.686 | 8.6 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 7.83 | 8.65 | 6.86 | 8.58 | 6.82 | 8.73 | 7.91 | 0.891 | 11.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | 6.87 | 8.50 | 7.22 | 8.45 | 7.27 | 8.57 | 7.81 | 0.773 | 9.9 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3-氯苯胺 | 7.21 | 8.88 | 7.67 | 8.76 | 7.69 | 8.95 | 8.19 | 0.756 | 9.2 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 7.74 | 7.89 | 7.48 | 7.80 | 7.46 | 8.04 | 7.74 | 0.229 | 3.0 |
| 4-氯苯胺 | 6.65 | 7.84 | 7.41 | 7.71 | 7.39 | 7.93 | 7.49 | 0.466 | 6.2 |
| 2-硝基苯胺 | 6.82 | 8.88 | 8.72 | 8.70 | 8.73 | 9.11 | 8.49 | 0.83 | 9.8 |
| 3-硝基苯胺 | 7.88 | 11.30 | 11.70 | 11.10 | 11.70 | 11.50 | 10.86 | 1.48 | 13.6 |
| 1-萘胺 | 8.59 | 8.00 | 7.18 | 7.87 | 7.11 | 8.00 | 7.79 | 0.560 | 7.2 |
| 2-萘胺 | 6.92 | 8.19 | 7.74 | 8.06 | 7.64 | 8.20 | 7.79 | 0.486 | 6.2 |
| 4-硝基苯胺 | 7.43 | 9.17 | 9.85 | 8.96 | 9.82 | 9.32 | 9.09 | 0.89 | 9.8 |
| 4-氨基联苯胺 | 6.94 | 8.05 | 7.91 | 7.92 | 7.85 | 8.16 | 7.81 | 0.438 | 5.6 |
| 联苯胺 | 7.07 | 7.42 | 8.15 | 7.28 | 8.14 | 7.47 | 7.59 | 0.453 | 6.0 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 8.55 | 7.78 | 8.77 | 7.61 | 8.74 | 7.87 | 8.22 | 0.52 | 6.4 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 7.66 | 8.01 | 9.01 | 8.02 | 9.24 | 8.20 | 8.36 | 0.62 | 7.5 |

附表 1-60 沉积物 2 加标 10.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 7.28 | 6.23 | 6.29 | 7.34 | 6.83 | 6.51 | 6.75 | 0.485 | 7.2 |
| 4-甲基苯胺 | 7.09 | 6.91 | 6.70 | 7.66 | 7.30 | 7.10 | 7.13 | 0.330 | 4.6 |
| 2-甲基苯胺 | 7.71 | 6.94 | 6.70 | 7.78 | 7.33 | 8.07 | 7.42 | 0.528 | 7.1 |
| 3-甲基苯胺 | 7.38 | 6.70 | 6.82 | 7.44 | 7.03 | 8.83 | 7.37 | 0.775 | 10.5 |
| 2-氯苯胺 | 7.70 | 7.20 | 7.24 | 7.81 | 7.51 | 7.32 | 7.46 | 0.252 | 3.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 7.80 | 7.81 | 7.60 | 8.11 | 7.88 | 9.70 | 8.15 | 0.777 | 9.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 7.64 | 7.18 | 7.21 | 7.73 | 7.44 | 9.30 | 7.75 | 0.791 | 10.2 |
| 2-甲氧基苯胺 | 8.28 | 7.89 | 7.91 | 8.31 | 8.08 | 8.95 | 8.24 | 0.392 | 4.8 |
| 3-氯苯胺 | 8.08 | 7.87 | 7.94 | 8.26 | 8.10 | 8.78 | 8.17 | 0.327 | 4.0 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 7.70 | 7.30 | 7.99 | 7.69 | 7.48 | 9.42 | 7.93 | 0.766 | 9.7 |
| 4-氯苯胺 | 7.62 | 7.23 | 7.33 | 7.32 | 7.42 | 8.35 | 7.55 | 0.416 | 5.5 |
| 2-硝基苯胺 | 9.05 | 8.67 | 8.04 | 7.56 | 8.14 | 8.92 | 8.40 | 0.578 | 6.9 |
| 3-硝基苯胺 | 8.38 | 7.71 | 7.74 | 8.41 | 8.35 | 9.08 | 8.28 | 0.508 | 6.1 |
| 1-萘胺 | 7.63 | 6.40 | 6.71 | 7.63 | 6.60 | 6.30 | 6.88 | 0.600 | 8.7 |
| 2-萘胺 | 7.57 | 6.43 | 6.77 | 7.70 | 6.75 | 6.55 | 6.96 | 0.538 | 7.7 |
| 4-硝基苯胺 | 9.04 | 8.93 | 8.38 | 9.16 | 8.24 | 9.32 | 8.85 | 0.436 | 4.9 |
| 4-氨基联苯胺 | 8.27 | 7.80 | 8.70 | 8.33 | 7.96 | 8.44 | 8.25 | 0.326 | 4.0 |
| 联苯胺 | 6.60 | 6.68 | 7.06 | 6.81 | 7.51 | 7.91 | 7.10 | 0.517 | 7.3 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 8.24 | 7.93 | 8.00 | 8.33 | 7.64 | 8.58 | 8.12 | 0.332 | 4.1 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 8.11 | 8.24 | 7.94 | 8.02 | 8.09 | 9.38 | 8.30 | 0.540 | 6.5 |

附表 1-61 沉积物 2 加标 10.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 7.77 | 7.80 | 8.27 | 7.82 | 8.77 | 8.53 | 8.16 | 0.429 | 5.3 |
| 4-甲基苯胺 | 7.77 | 7.62 | 8.32 | 7.66 | 8.71 | 8.28 | 8.06 | 0.442 | 5.5 |
| 2-甲基苯胺 | 8.06 | 8.02 | 8.64 | 7.97 | 9.06 | 8.64 | 8.40 | 0.446 | 5.3 |
| 3-甲基苯胺 | 8.05 | 7.90 | 8.69 | 7.89 | 9.06 | 8.52 | 8.35 | 0.480 | 5.7 |
| 2-氯苯胺 | 8.18 | 8.11 | 8.76 | 8.10 | 9.20 | 8.85 | 8.53 | 0.466 | 5.5 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 7.82 | 7.75 | 8.44 | 7.73 | 8.78 | 8.33 | 8.14 | 0.438 | 5.4 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 7.90 | 7.83 | 8.55 | 7.80 | 8.85 | 8.43 | 8.23 | 0.443 | 5.4 |
| 2-甲氧基苯胺 | 7.92 | 7.82 | 8.62 | 7.80 | 8.94 | 8.38 | 8.25 | 0.475 | 5.8 |
| 3-氯苯胺 | 8.75 | 8.38 | 9.26 | 8.41 | 8.27 | 8.41 | 8.58 | 0.370 | 4.3 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 8.36 | 9.70 | 8.32 | 8.48 | 8.75 | 9.29 | 8.82 | 0.562 | 6.4 |
| 4-氯苯胺 | 8.16 | 8.84 | 9.85 | 8.79 | 9.17 | 8.92 | 8.96 | 0.552 | 6.2 |
| 2-硝基苯胺 | 7.46 | 8.19 | 7.37 | 7.73 | 8.27 | 8.26 | 7.88 | 0.413 | 5.2 |
| 3-硝基苯胺 | 7.69 | 7.47 | 7.68 | 7.46 | 8.09 | 7.68 | 7.68 | 0.228 | 3.0 |
| 1-萘胺 | 7.39 | 6.09 | 7.56 | 6.20 | 7.35 | 6.10 | 6.78 | 0.718 | 10.6 |
| 2-萘胺 | 7.92 | 7.15 | 8.01 | 7.33 | 7.73 | 7.28 | 7.57 | 0.363 | 4.8 |
| 4-硝基苯胺 | 8.17 | 7.89 | 8.18 | 7.88 | 8.47 | 9.04 | 8.27 | 0.435 | 5.3 |
| 4-氨基联苯胺 | 8.00 | 7.33 | 8.12 | 7.56 | 7.88 | 7.38 | 7.71 | 0.334 | 4.3 |
| 联苯胺 | 7.58 | 6.69 | 7.63 | 6.80 | 7.56 | 6.65 | 7.15 | 0.483 | 6.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 7.61 | 7.69 | 7.52 | 6.47 | 6.89 | 5.91 | 7.02 | 0.721 | 10.3 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 8.98 | 7.58 | 8.11 | 7.72 | 7.87 | 7.66 | 7.99 | 0.521 | 6.5 |

附表 1-62 沉积物 2 加标 10.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 7.36 | 6.83 | 7.31 | 6.81 | 8.53 | 8.19 | 7.51 | 0.710 | 9.5 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 4-甲基苯胺 | 7.61 | 6.27 | 7.42 | 6.93 | 8.80 | 8.42 | 7.58 | 0.934 | 12.3 |
| 2-甲基苯胺 | 7.76 | 6.57 | 7.65 | 7.18 | 8.88 | 8.72 | 7.79 | 0.887 | 11.4 |
| 3-甲基苯胺 | 7.86 | 7.34 | 7.70 | 7.27 | 9.03 | 8.84 | 8.01 | 0.75 | 9.4 |
| 2-氯苯胺 | 7.67 | 6.72 | 7.52 | 7.18 | 8.83 | 8.77 | 7.78 | 0.854 | 11.0 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 7.83 | 6.81 | 7.54 | 7.06 | 8.85 | 8.73 | 7.80 | 0.844 | 10.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 7.93 | 6.91 | 7.74 | 7.26 | 8.95 | 8.87 | 7.94 | 0.830 | 10.5 |
| 2-甲氧基苯胺 | 8.17 | 6.92 | 8.01 | 7.54 | 9.38 | 9.33 | 8.23 | 0.977 | 11.9 |
| 3-氯苯胺 | 8.32 | 7.30 | 8.12 | 7.69 | 9.46 | 9.53 | 8.40 | 0.916 | 10.9 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 8.52 | 6.41 | 8.15 | 7.68 | 9.43 | 8.83 | 8.17 | 1.05 | 12.8 |
| 4-氯苯胺 | 8.51 | 6.33 | 8.15 | 7.67 | 9.37 | 8.89 | 8.15 | 1.07 | 13.1 |
| 2-硝基苯胺 | 8.13 | 6.92 | 7.87 | 7.05 | 8.60 | 9.11 | 7.95 | 0.858 | 10.8 |
| 3-硝基苯胺 | 8.01 | 7.13 | 7.75 | 6.74 | 8.02 | 8.83 | 7.75 | 0.736 | 9.5 |
| 1-萘胺 | 8.30 | 7.19 | 7.92 | 6.96 | 8.34 | 8.80 | 7.92 | 0.714 | 9.0 |
| 2-萘胺 | 8.33 | 7.20 | 8.02 | 6.92 | 8.20 | 8.56 | 7.87 | 0.659 | 8.4 |
| 4-硝基苯胺 | 7.90 | 6.98 | 7.76 | 6.32 | 7.25 | 8.30 | 7.42 | 0.715 | 9.6 |
| 4-氨基联苯胺 | 8.38 | 7.23 | 7.89 | 6.38 | 7.44 | 7.95 | 7.55 | 0.700 | 9.3 |
| 联苯胺 | 8.03 | 6.80 | 7.40 | 5.73 | 6.43 | 6.33 | 6.79 | 0.822 | 12.1 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 8.30 | 6.58 | 7.35 | 5.65 | 6.35 | 6.31 | 6.76 | 0.93 | 13.8 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 8.83 | 6.56 | 7.75 | 5.92 | 6.31 | 6.30 | 6.95 | 1.12 | 16.1 |

附表 1-63 沉积物 2 加标 10.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 10.6 | 9.59 | 10.0 | 8.64 | 10.1 | 10.0 | 9.82 | 0.663 | 6.7 |
| 4-甲基苯胺 | 10.6 | 9.70 | 9.92 | 8.84 | 10.0 | 10.0 | 9.84 | 0.575 | 5.8 |
| 2-甲基苯胺 | 10.8 | 9.92 | 10.2 | 9.00 | 10.2 | 10.2 | 10.1 | 0.591 | 5.9 |
| 3-甲基苯胺 | 10.6 | 9.81 | 9.91 | 8.86 | 10.0 | 10.0 | 9.86 | 0.564 | 5.7 |
| 2-氯苯胺 | 11.1 | 10.2 | 10.4 | 9.38 | 10.5 | 10.4 | 10.3 | 0.557 | 5.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 11.1 | 10.2 | 10.4 | 9.43 | 10.5 | 10.5 | 10.4 | 0.544 | 5.3 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 11.1 | 10.3 | 10.3 | 9.37 | 10.4 | 10.4 | 10.3 | 0.552 | 5.4 |
| 2-甲氧基苯胺 | 11.2 | 10.5 | 10.6 | 9.62 | 10.7 | 10.6 | 10.5 | 0.513 | 4.9 |
| 3-氯苯胺 | 11.3 | 10.7 | 10.7 | 9.83 | 10.8 | 10.7 | 10.7 | 0.474 | 4.4 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 8.44 | 9.83 | 8.49 | 6.89 | 7.86 | 7.93 | 8.24 | 0.969 | 11.8 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 4-氯苯胺 | 11.2 | 10.5 | 10.5 | 9.6 | 10.6 | 10.5 | 10.5 | 0.512 | 4.9 |
| 2-硝基苯胺 | 11.7 | 11.8 | 11.6 | 10.6 | 11.5 | 11.6 | 11.5 | 0.437 | 3.8 |
| 3-硝基苯胺 | 9.68 | 9.36 | 9.16 | 8.47 | 9.31 | 9.35 | 9.22 | 0.406 | 4.4 |
| 1-萘胺 | 7.94 | 7.14 | 6.17 | 5.88 | 6.83 | 6.94 | 6.82 | 0.732 | 10.7 |
| 2-萘胺 | 8.44 | 8.16 | 7.83 | 7.23 | 8.15 | 8.14 | 7.99 | 0.420 | 5.3 |
| 4-硝基苯胺 | 11.8 | 11.4 | 11.5 | 10.8 | 11.4 | 11.5 | 11.4 | 0.329 | 2.9 |
| 4-氨基联苯胺 | 9.70 | 10.5 | 10.7 | 9.08 | 10.7 | 10.6 | 10.2 | 0.671 | 6.6 |
| 联苯胺 | 8.15 | 7.39 | 7.14 | 7.02 | 7.68 | 7.52 | 7.48 | 0.406 | 5.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 8.13 | 6.96 | 6.05 | 6.54 | 7.62 | 7.56 | 7.14 | 0.770 | 10.8 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 9.61 | 10.2 | 9.36 | 9.80 | 10.6 | 10.4 | 10.0 | 0.482 | 4.8 |

附表 1-64~附表 1-69 为 6 家验证实验室对湖泊沉积物（沉积物 3）加标高浓度样品中的目标化合物进行测定的精密度测试数据。

附表 1-64 沉积物 3 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 36.8 | 38.1 | 37.2 | 30.8 | 38.2 | 37.0 | 36.4 | 2.78 | 7.6 |
| 4-甲基苯胺 | 38.9 | 38.6 | 38.1 | 31.3 | 38.9 | 37.6 | 37.2 | 2.95 | 7.9 |
| 2-甲基苯胺 | 39.3 | 37.9 | 37.8 | 31.1 | 38.2 | 37.1 | 36.9 | 2.93 | 7.9 |
| 3-甲基苯胺 | 39.7 | 38.3 | 38.4 | 31.2 | 38.6 | 37.1 | 37.2 | 3.06 | 8.2 |
| 2-氯苯胺 | 40.2 | 37.9 | 38.3 | 30.9 | 38.3 | 37.0 | 37.1 | 3.21 | 8.7 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 40.6 | 38.2 | 38.4 | 31.2 | 38.7 | 37.1 | 37.4 | 3.23 | 8.6 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 40.8 | 37.6 | 38.3 | 30.8 | 37.9 | 37.0 | 37.1 | 3.34 | 9.0 |
| 2-甲氧基苯胺 | 42.1 | 38.8 | 39.5 | 31.9 | 38.9 | 37.8 | 38.2 | 3.39 | 8.9 |
| 3-氯苯胺 | 43.5 | 39.4 | 40.6 | 32.5 | 39.3 | 38.4 | 39.0 | 3.62 | 9.3 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 44.5 | 40.2 | 41.4 | 33.2 | 40.0 | 39.3 | 39.8 | 3.71 | 9.3 |
| 4-氯苯胺 | 43.7 | 39.7 | 41.3 | 32.8 | 39.7 | 38.9 | 39.4 | 3.64 | 9.2 |
| 2-硝基苯胺 | 48.6 | 42.7 | 44.2 | 35.0 | 42.9 | 39.8 | 42.2 | 4.55 | 10.8 |
| 3-硝基苯胺 | 41.4 | 41.6 | 41.8 | 33.4 | 40.5 | 39.8 | 39.8 | 3.20 | 8.1 |
| 1-萘胺 | 39.4 | 39.3 | 39.3 | 32.2 | 38.8 | 38.1 | 37.9 | 2.81 | 7.4 |
| 2-萘胺 | 41.9 | 42.1 | 41.8 | 34.8 | 41.1 | 40.2 | 40.3 | 2.79 | 6.9 |
| 4-硝基苯胺 | 43.8 | 45.6 | 43.5 | 35.5 | 44.2 | 40.0 | 42.1 | 3.73 | 8.9 |
| 4-氨基联苯胺 | 44.3 | 44.1 | 43.3 | 35.2 | 43.6 | 40.6 | 41.9 | 3.52 | 8.4 |
| 联苯胺 | 44.3 | 44.3 | 41.6 | 33.5 | 44.5 | 36.8 | 40.8 | 4.65 | 11.4 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 40.0 | 37.0 | 36.2 | 32.3 | 37.5 | 32.8 | 36.0 | 2.94 | 8.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 42.2 | 39.9 | 37.2 | 31.8 | 40.5 | 33.5 | 37.5 | 4.13 | 11.0 |

附表 1-65 沉积物 3 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 40.6 | 35.6 | 35.7 | 37.7 | 35.8 | 39.6 | 37.5 | 2.182 | 5.8 |
| 4-甲基苯胺 | 38.5 | 38.5 | 40.2 | 40.5 | 36.8 | 38.4 | 38.8 | 1.36 | 3.5 |
| 2-甲基苯胺 | 38.6 | 37.7 | 39.6 | 39.8 | 36.3 | 41.0 | 38.8 | 1.67 | 4.3 |
| 3-甲基苯胺 | 38.9 | 38.7 | 40.4 | 41.4 | 36.8 | 38.5 | 39.1 | 1.60 | 4.1 |
| 2-氯苯胺 | 35.9 | 37.9 | 35.7 | 35.7 | 33.4 | 36.0 | 35.8 | 1.43 | 4.0 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 39.5 | 35.2 | 42.0 | 37.3 | 34.6 | 39.9 | 38.1 | 2.89 | 7.6 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 38.8 | 41.9 | 36.8 | 36.9 | 34.3 | 39.9 | 38.1 | 2.67 | 7.0 |
| 2-甲氧基苯胺 | 39.9 | 36.0 | 37.8 | 38.1 | 35.0 | 41.4 | 38.0 | 2.38 | 6.2 |
| 3-氯苯胺 | 36.9 | 36.9 | 38.6 | 39.0 | 32.7 | 34.3 | 36.4 | 2.46 | 6.8 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 40.6 | 42.5 | 38.4 | 38.7 | 39.4 | 39.7 | 39.9 | 1.50 | 3.8 |
| 4-氯苯胺 | 36.1 | 35.9 | 37.8 | 38.7 | 35.0 | 36.3 | 36.6 | 1.36 | 3.7 |
| 2-硝基苯胺 | 40.9 | 41.0 | 43.4 | 43.9 | 42.3 | 43.9 | 42.6 | 1.38 | 3.2 |
| 3-硝基苯胺 | 37.7 | 37.3 | 39.9 | 39.6 | 39.6 | 40.3 | 39.1 | 1.25 | 3.2 |
| 1-萘胺 | 37.0 | 37.1 | 39.5 | 39.0 | 39.1 | 40.1 | 38.6 | 1.29 | 3.3 |
| 2-萘胺 | 37.2 | 37.3 | 39.9 | 39.6 | 38.9 | 40.0 | 38.8 | 1.27 | 3.3 |
| 4-硝基苯胺 | 39.1 | 39.3 | 42.6 | 42.3 | 40.0 | 41.1 | 40.7 | 1.51 | 3.7 |
| 4-氨基联苯胺 | 39.5 | 39.5 | 42.7 | 42.5 | 40.3 | 41.6 | 41.0 | 1.45 | 3.5 |
| 联苯胺 | 40.8 | 41.1 | 46.7 | 47.1 | 41.4 | 41.7 | 43.1 | 2.94 | 6.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 42.5 | 42.1 | 48.7 | 50.1 | 42.8 | 42.3 | 44.8 | 3.64 | 8.1 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 41.1 | 40.6 | 48.4 | 49.8 | 40.7 | 39.4 | 43.3 | 4.52 | 10.4 |

附表 1-66 沉积物 3 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 36.9 | 41.3 | 37.5 | 40.5 | 36.8 | 37.2 | 38.4 | 1.99 | 5.2 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 4-甲基苯胺 | 39.9 | 45.0 | 39.8 | 43.9 | 40.0 | 40.0 | 41.4 | 2.36 | 5.7 |
| 2-甲基苯胺 | 38.3 | 43.0 | 39.0 | 42.2 | 38.7 | 38.9 | 40.0 | 2.03 | 5.1 |
| 3-甲基苯胺 | 38.3 | 42.7 | 38.5 | 41.3 | 38.4 | 38.5 | 39.6 | 1.90 | 4.8 |
| 2-氯苯胺 | 39.5 | 44.5 | 39.7 | 43.5 | 40.4 | 40.3 | 41.3 | 2.13 | 5.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 40.6 | 45.8 | 40.5 | 45.1 | 41.3 | 41.5 | 42.5 | 2.35 | 5.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 38.1 | 42.5 | 38.6 | 42.0 | 38.8 | 39.0 | 39.8 | 1.90 | 4.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | 42.3 | 47.3 | 41.8 | 46.6 | 42.4 | 43.0 | 43.9 | 2.40 | 5.5 |
| 3-氯苯胺 | 41.9 | 47.4 | 41.7 | 45.8 | 41.1 | 42.5 | 43.4 | 2.57 | 5.9 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 38.9 | 44.2 | 38.8 | 42.5 | 39.9 | 39.7 | 40.7 | 2.19 | 5.4 |
| 4-氯苯胺 | 38.7 | 44.5 | 38.8 | 42.9 | 39.9 | 39.6 | 40.7 | 2.40 | 5.9 |
| 2-硝基苯胺 | 31.9 | 35.1 | 31.8 | 35.1 | 32.5 | 32.1 | 33.1 | 1.58 | 4.8 |
| 3-硝基苯胺 | 32.5 | 35.6 | 32.3 | 34.9 | 32.0 | 32.9 | 33.4 | 1.50 | 4.5 |
| 1-萘胺 | 36.2 | 44.2 | 33.9 | 38.5 | 33.6 | 33.6 | 36.7 | 4.17 | 11.4 |
| 2-萘胺 | 38.2 | 44.1 | 37.1 | 39.3 | 37.6 | 37.2 | 38.9 | 2.66 | 6.8 |
| 4-硝基苯胺 | 35.6 | 39.1 | 34.8 | 37.3 | 34.2 | 35.2 | 36.0 | 1.83 | 5.1 |
| 4-氨基联苯胺 | 39.6 | 42.9 | 39.4 | 38.9 | 39.8 | 39.3 | 40.0 | 1.46 | 3.7 |
| 联苯胺 | 40.0 | 44.5 | 38.2 | 40.5 | 39.6 | 39.7 | 40.4 | 2.14 | 5.3 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 35.7 | 40.4 | 34.4 | 38.3 | 36.1 | 36.1 | 36.8 | 2.15 | 5.8 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 39.5 | 42.9 | 38.1 | 42.0 | 39.9 | 39.5 | 40.3 | 1.78 | 4.4 |

附表 1-67 沉积物 3 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 38.4 | 37.3 | 41.4 | 40.9 | 38.1 | 47.8 | 40.7 | 3.86 | 9.5 |
| 4-甲基苯胺 | 36.7 | 36.1 | 38.6 | 38.4 | 36.2 | 44.8 | 38.5 | 3.29 | 8.5 |
| 2-甲基苯胺 | 39.5 | 38.8 | 41.9 | 42.1 | 39.3 | 48.8 | 41.7 | 3.73 | 8.9 |
| 3-甲基苯胺 | 37.7 | 36.7 | 39.5 | 39.3 | 37.1 | 45.5 | 39.3 | 3.24 | 8.3 |
| 2-氯苯胺 | 39.6 | 38.6 | 43.7 | 45.5 | 43.1 | 52.4 | 43.8 | 4.94 | 11.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 40.8 | 39.6 | 41.1 | 42.4 | 39.8 | 48.9 | 42.1 | 3.48 | 8.3 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 44.3 | 42.5 | 45.5 | 45.9 | 43.2 | 52.5 | 45.7 | 3.60 | 7.9 |
| 2-甲氧基苯胺 | 46.2 | 42.1 | 45.0 | 44.9 | 43.2 | 50.7 | 45.4 | 3.00 | 6.6 |
| 3-氯苯胺 | 39.3 | 35.5 | 37.3 | 39.6 | 37.6 | 45.7 | 39.2 | 3.53 | 9.0 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 43.6 | 38.0 | 40.6 | 43.7 | 42.0 | 51.5 | 43.2 | 4.57 | 10.6 |
| 4-氯苯胺 | 42.4 | 38.1 | 39.4 | 42.0 | 40.6 | 49.5 | 42.0 | 4.01 | 9.5 |

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|-------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2-硝基苯胺 | 39.4 | 35.3 | 38.7 | 41.4 | 42.3 | 47.8 | 40.8 | 4.20 | 10.3 |
| 3-硝基苯胺 | 45.8 | 35.2 | 38.8 | 40.4 | 42.3 | 47.0 | 41.6 | 4.42 | 10.6 |
| 1-萘胺 | 45.0 | 35.2 | 37.4 | 37.3 | 45.2 | 48.8 | 41.5 | 5.54 | 13.4 |
| 2-萘胺 | 45.4 | 34.6 | 35.6 | 37.7 | 42.1 | 50.2 | 40.9 | 6.10 | 14.9 |
| 4-硝基苯胺 | 52.5 | 39.4 | 45.3 | 47.8 | 47.7 | 50.9 | 47.3 | 4.62 | 9.8 |
| 4-氨基联苯胺 | 51.4 | 39.5 | 43.4 | 49.0 | 50.0 | 51.7 | 47.5 | 4.94 | 10.4 |
| 联苯胺 | 46.3 | 39.8 | 41.0 | 44.4 | 48.2 | 53.0 | 45.5 | 4.86 | 10.7 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 46.4 | 37.0 | 39.4 | 40.2 | 44.7 | 53.7 | 43.6 | 6.06 | 13.9 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 50.5 | 41.0 | 43.8 | 47.2 | 47.1 | 49.7 | 46.6 | 3.59 | 7.7 |

附表 1-68 沉积物 3 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|------------------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 34.0 | 35.6 | 34.9 | 38.3 | 36.2 | 44.5 | 37.3 | 3.84 | 10.3 |
| 4-甲基苯胺 | 34.6 | 36.7 | 36.5 | 40.6 | 37.8 | 45.2 | 38.6 | 3.80 | 9.9 |
| 2-甲基苯胺 | 36.0 | 38.1 | 37.5 | 41.8 | 35.4 | 43.5 | 38.7 | 3.24 | 8.4 |
| 3-甲基苯胺 | 36.3 | 38.8 | 37.7 | 42.4 | 35.5 | 42.9 | 38.9 | 3.10 | 8.0 |
| 2-氯苯胺 | 36.0 | 38.9 | 38.1 | 42.4 | 35.2 | 41.2 | 38.6 | 2.82 | 7.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 35.6 | 39.1 | 38.2 | 42.9 | 35.2 | 46.7 | 39.6 | 4.45 | 11.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 36.3 | 39.7 | 38.7 | 43.6 | 36.0 | 42.7 | 39.5 | 3.17 | 8.0 |
| 2-甲氧基苯胺 | 37.1 | 41.0 | 40.0 | 45.2 | 36.5 | 43.2 | 40.5 | 3.39 | 8.4 |
| 3-氯苯胺 | 37.1 | 42.1 | 41.5 | 46.9 | 37.2 | 48.9 | 42.3 | 4.87 | 11.5 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 37.6 | 36.7 | 35.9 | 40.4 | 35.7 | 41.2 | 37.9 | 2.35 | 6.2 |
| 4-氯苯胺 | 37.3 | 36.5 | 35.7 | 40.0 | 35.2 | 41.3 | 37.7 | 2.45 | 6.5 |
| 2-硝基苯胺 | 30.7 | 33.5 | 34.0 | 39.7 | 39.7 | 34.9 | 35.4 | 3.60 | 10.2 |
| 3-硝基苯胺 | 32.5 | 37.5 | 34.9 | 33.3 | 34.2 | 39.2 | 35.3 | 2.58 | 7.3 |
| 1-萘胺 | 35.2 | 38.4 | 38.4 | 45.2 | 34.6 | 35.6 | 37.9 | 3.93 | 10.4 |
| 2-萘胺 | 35.4 | 39.2 | 39.5 | 46.1 | 35.5 | 39.6 | 39.2 | 3.90 | 9.9 |
| 4-硝基苯胺 | 34.1 | 33.3 | 34.4 | 41.4 | 30.0 | 42.7 | 36.0 | 4.97 | 13.8 |
| 4-氨基联苯胺 | 35.6 | 40.9 | 41.6 | 48.5 | 35.9 | 37.2 | 40.0 | 4.89 | 12.2 |
| 联苯胺 | 34.9 | 34.3 | 34.0 | 40.4 | 36.0 | 39.2 | 36.5 | 2.70 | 7.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 34.9 | 33.4 | 32.4 | 39.3 | 36.0 | 36.9 | 35.5 | 2.49 | 7.0 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 35.5 | 32.8 | 31.6 | 37.8 | 35.9 | 35.8 | 34.9 | 2.28 | 6.5 |

附表 1-69 沉积物 3 加标 50.0 mg/kg 的精密度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 标准偏差 (mg/kg) | 相对标准 偏差 (%) |
|----------------------------|-------------|------|------|------|------|------|----------------|-----------------|----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | 45.6 | 29.6 | 35.5 | 35.3 | 34.8 | 32.7 | 35.6 | 5.39 | 15.1 |
| 4-甲基苯胺 | 32.7 | 44.0 | 37.7 | 36.7 | 36.0 | 33.5 | 36.8 | 4.02 | 10.9 |
| 2-甲基苯胺 | 34.0 | 31.2 | 37.7 | 36.3 | 36.3 | 33.7 | 34.9 | 2.35 | 6.7 |
| 3-甲基苯胺 | 34.3 | 31.5 | 38.2 | 36.9 | 36.8 | 33.9 | 35.3 | 2.47 | 7.0 |
| 2-氯苯胺 | 32.9 | 33.2 | 38.2 | 37.3 | 36.9 | 34.7 | 35.5 | 2.24 | 6.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 35.3 | 32.8 | 40.4 | 38.4 | 38.2 | 35.3 | 36.7 | 2.76 | 7.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 36.9 | 34.1 | 41.0 | 39.3 | 39.0 | 36.4 | 37.8 | 2.47 | 6.5 |
| 2-甲氧基苯胺 | 36.5 | 34.0 | 41.7 | 39.6 | 39.3 | 36.8 | 38.0 | 2.74 | 7.2 |
| 3-氯苯胺 | 38.8 | 36.1 | 43.4 | 41.2 | 40.8 | 38.2 | 39.8 | 2.58 | 6.5 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 37.8 | 38.4 | 40.2 | 38.4 | 38.2 | 37.1 | 38.4 | 1.031 | 2.7 |
| 4-氯苯胺 | 38.6 | 35.7 | 43.0 | 40.9 | 40.6 | 37.7 | 39.4 | 2.60 | 6.6 |
| 2-硝基苯胺 | 30.5 | 31.9 | 36.5 | 34.5 | 34.1 | 32.5 | 33.3 | 2.13 | 6.4 |
| 3-硝基苯胺 | 30.3 | 32.0 | 30.8 | 34.5 | 34.5 | 41.0 | 33.9 | 3.93 | 11.6 |
| 1-萘胺 | 38.0 | 33.6 | 34.7 | 31.6 | 31.9 | 31.1 | 33.5 | 2.59 | 7.7 |
| 2-萘胺 | 36.8 | 37.6 | 43.3 | 39.2 | 39.4 | 36.0 | 38.7 | 2.61 | 6.7 |
| 4-硝基苯胺 | 35.2 | 33.3 | 40.8 | 38.2 | 39.4 | 33.1 | 36.7 | 3.26 | 8.9 |
| 4-氨基联苯胺 | 37.7 | 39.7 | 45.3 | 43.0 | 43.7 | 40.6 | 41.7 | 2.82 | 6.8 |
| 联苯胺 | 31.9 | 34.5 | 40.5 | 36.5 | 38.0 | 33.1 | 35.8 | 3.21 | 9.0 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 31.2 | 33.3 | 39.3 | 35.1 | 36.9 | 32.4 | 34.7 | 3.02 | 8.7 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 34.5 | 33.5 | 42.0 | 39.2 | 40.4 | 33.6 | 37.2 | 3.77 | 10.1 |

1.4 方法正确度测试数据

附表 1-70~附表 1-75 为 6 家验证实验室对低浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的正确度测试数据。

附表 1-70 空白加标 0.10-0.20mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定 值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回 收率 (%) |
|--------|-------------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|------------------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.128 | 0.139 | 0.131 | 0.104 | 0.118 | 0.142 | 0.127 | 0.20 | 63.5 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.129 | 0.141 | 0.137 | 0.107 | 0.116 | 0.140 | 0.128 | 0.20 | 64.2 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.134 | 0.142 | 0.137 | 0.108 | 0.120 | 0.153 | 0.132 | 0.20 | 66.2 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.132 | 0.147 | 0.133 | 0.108 | 0.123 | 0.155 | 0.133 | 0.20 | 66.5 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------------------------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.133 | 0.138 | 0.132 | 0.117 | 0.111 | 0.142 | 0.129 | 0.20 | 64.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.126 | 0.136 | 0.134 | 0.109 | 0.114 | 0.138 | 0.126 | 0.20 | 63.1 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.127 | 0.133 | 0.124 | 0.112 | 0.112 | 0.140 | 0.125 | 0.20 | 62.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.128 | 0.132 | 0.126 | 0.104 | 0.105 | 0.134 | 0.122 | 0.20 | 60.8 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.125 | 0.125 | 0.120 | 0.109 | 0.102 | 0.135 | 0.119 | 0.20 | 59.7 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 0.124 | 0.133 | 0.114 | 0.118 | 0.106 | 0.138 | 0.122 | 0.20 | 61.1 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.122 | 0.136 | 0.125 | 0.103 | 0.109 | 0.138 | 0.122 | 0.20 | 61.1 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.120 | 0.130 | 0.116 | 0.102 | 0.104 | 0.137 | 0.118 | 0.20 | 59.1 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.114 | 0.148 | 0.123 | 0.124 | 0.104 | 0.137 | 0.125 | 0.20 | 62.5 |
| 1-萘胺 | ND | 0.115 | 0.137 | 0.122 | 0.101 | 0.111 | 0.137 | 0.121 | 0.20 | 60.3 |
| 2-萘胺 | ND | 0.119 | 0.139 | 0.116 | 0.114 | 0.109 | 0.135 | 0.122 | 0.20 | 61.0 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.119 | 0.150 | 0.127 | 0.123 | 0.118 | 0.142 | 0.130 | 0.20 | 64.9 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.115 | 0.139 | 0.118 | 0.119 | 0.105 | 0.136 | 0.122 | 0.20 | 61.0 |
| 联苯胺 | ND | 0.114 | 0.146 | 0.116 | 0.111 | 0.105 | 0.128 | 0.120 | 0.20 | 60.0 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.107 | 0.150 | 0.115 | 0.114 | 0.111 | 0.150 | 0.125 | 0.20 | 62.3 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.108 | 0.147 | 0.117 | 0.118 | 0.108 | 0.144 | 0.124 | 0.20 | 61.8 |

附表 1-71 空白加标 0.10-0.20mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------------------------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.082 | 0.079 | 0.081 | 0.093 | 0.100 | 0.090 | 0.088 | 0.10 | 87.5 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.074 | 0.073 | 0.073 | 0.086 | 0.086 | 0.081 | 0.079 | 0.10 | 78.8 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.170 | 0.187 | 0.186 | 0.189 | 0.180 | 0.184 | 0.183 | 0.20 | 91.3 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.081 | 0.079 | 0.080 | 0.101 | 0.095 | 0.091 | 0.088 | 0.10 | 87.8 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.174 | 0.181 | 0.185 | 0.184 | 0.180 | 0.178 | 0.180 | 0.20 | 90.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.161 | 0.167 | 0.170 | 0.171 | 0.172 | 0.176 | 0.170 | 0.20 | 84.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.080 | 0.084 | 0.076 | 0.098 | 0.099 | 0.090 | 0.088 | 0.10 | 87.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.170 | 0.186 | 0.184 | 0.188 | 0.180 | 0.186 | 0.182 | 0.20 | 91.2 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.082 | 0.085 | 0.079 | 0.105 | 0.095 | 0.088 | 0.089 | 0.10 | 89.0 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 0.180 | 0.194 | 0.192 | 0.196 | 0.193 | 0.178 | 0.189 | 0.20 | 94.4 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|-------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.180 | 0.196 | 0.198 | 0.199 | 0.196 | 0.169 | 0.190 | 0.20 | 94.8 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.142 | 0.161 | 0.158 | 0.169 | 0.171 | 0.180 | 0.164 | 0.20 | 81.8 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.151 | 0.157 | 0.160 | 0.166 | 0.164 | 0.172 | 0.162 | 0.20 | 80.8 |
| 1-萘胺 | ND | 0.076 | 0.081 | 0.080 | 0.092 | 0.087 | 0.085 | 0.084 | 0.10 | 83.5 |
| 2-萘胺 | ND | 0.161 | 0.167 | 0.163 | 0.173 | 0.172 | 0.177 | 0.169 | 0.20 | 84.4 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.146 | 0.151 | 0.152 | 0.163 | 0.166 | 0.181 | 0.160 | 0.20 | 79.9 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.156 | 0.170 | 0.169 | 0.174 | 0.185 | 0.195 | 0.175 | 0.20 | 87.4 |
| 联苯胺 | ND | 0.083 | 0.087 | 0.087 | 0.090 | 0.093 | 0.104 | 0.091 | 0.10 | 90.7 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.094 | 0.088 | 0.088 | 0.093 | 0.104 | 0.110 | 0.096 | 0.10 | 96.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.129 | 0.115 | 0.122 | 0.123 | 0.142 | 0.152 | 0.131 | 0.20 | 65.3 |

附表 1-72 空白加标 0.10-0.20mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------------------------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.091 | 0.078 | 0.120 | 0.095 | 0.098 | 0.078 | 0.093 | 0.10 | 93.3 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.097 | 0.080 | 0.120 | 0.099 | 0.098 | 0.079 | 0.096 | 0.10 | 95.5 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.093 | 0.079 | 0.110 | 0.094 | 0.097 | 0.078 | 0.092 | 0.10 | 91.8 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.095 | 0.078 | 0.130 | 0.094 | 0.092 | 0.077 | 0.094 | 0.10 | 94.3 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.094 | 0.075 | 0.120 | 0.098 | 0.099 | 0.078 | 0.094 | 0.10 | 94.0 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.100 | 0.084 | 0.120 | 0.100 | 0.110 | 0.082 | 0.099 | 0.10 | 99.3 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.094 | 0.076 | 0.110 | 0.096 | 0.095 | 0.076 | 0.091 | 0.10 | 91.2 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.110 | 0.085 | 0.130 | 0.110 | 0.100 | 0.087 | 0.104 | 0.10 | 104 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.100 | 0.082 | 0.130 | 0.110 | 0.110 | 0.077 | 0.102 | 0.10 | 102 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 0.099 | 0.079 | 0.110 | 0.098 | 0.098 | 0.077 | 0.094 | 0.10 | 93.5 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.097 | 0.078 | 0.120 | 0.100 | 0.097 | 0.078 | 0.095 | 0.10 | 95.0 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.099 | 0.079 | 0.110 | 0.096 | 0.100 | 0.074 | 0.093 | 0.10 | 93.0 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.096 | 0.087 | 0.098 | 0.094 | 0.093 | 0.087 | 0.093 | 0.10 | 92.5 |
| 1-萘胺 | ND | 0.096 | 0.089 | 0.100 | 0.096 | 0.093 | 0.078 | 0.092 | 0.10 | 92.0 |
| 2-萘胺 | ND | 0.099 | 0.084 | 0.110 | 0.086 | 0.110 | 0.086 | 0.096 | 0.10 | 95.8 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.110 | 0.100 | 0.100 | 0.097 | 0.110 | 0.100 | 0.103 | 0.10 | 103 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.140 | 0.130 | 0.160 | 0.130 | 0.140 | 0.130 | 0.138 | 0.20 | 69.2 |
| 联苯胺 | ND | 0.134 | 0.129 | 0.138 | 0.116 | 0.125 | 0.132 | 0.129 | 0.20 | 64.5 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|-------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.057 | 0.052 | 0.058 | 0.043 | 0.051 | 0.050 | 0.052 | 0.10 | 51.8 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.160 | 0.180 | 0.150 | 0.160 | 0.180 | 0.170 | 0.167 | 0.20 | 83.3 |

附表 1-73 空白加标 0.10-0.20mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.079 | 0.060 | 0.080 | 0.062 | 0.084 | 0.076 | 0.074 | 0.10 | 73.5 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.073 | 0.062 | 0.079 | 0.070 | 0.083 | 0.077 | 0.074 | 0.10 | 74.0 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.178 | 0.157 | 0.165 | 0.184 | 0.173 | 0.155 | 0.169 | 0.20 | 84.3 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.067 | 0.055 | 0.070 | 0.063 | 0.076 | 0.072 | 0.067 | 0.10 | 67.2 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.180 | 0.155 | 0.170 | 0.186 | 0.175 | 0.158 | 0.171 | 0.20 | 85.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.183 | 0.156 | 0.165 | 0.186 | 0.174 | 0.158 | 0.170 | 0.20 | 85.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.068 | 0.057 | 0.075 | 0.063 | 0.077 | 0.071 | 0.069 | 0.10 | 68.5 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.192 | 0.169 | 0.183 | 0.200 | 0.184 | 0.171 | 0.183 | 0.20 | 91.6 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.074 | 0.066 | 0.087 | 0.063 | 0.071 | 0.078 | 0.073 | 0.10 | 73.2 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 0.169 | 0.153 | 0.180 | 0.195 | 0.195 | 0.137 | 0.172 | 0.20 | 85.8 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.167 | 0.156 | 0.181 | 0.196 | 0.200 | 0.140 | 0.173 | 0.20 | 86.7 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.209 | 0.192 | 0.222 | 0.220 | 0.194 | 0.211 | 0.208 | 0.20 | 104 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.164 | 0.165 | 0.193 | 0.205 | 0.230 | 0.161 | 0.186 | 0.20 | 93.2 |
| 1-萘胺 | ND | 0.156 | 0.136 | 0.153 | 0.162 | 0.179 | 0.120 | 0.151 | 0.20 | 75.5 |
| 2-萘胺 | ND | 0.068 | 0.058 | 0.066 | 0.053 | 0.066 | 0.063 | 0.062 | 0.10 | 62.3 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.186 | 0.205 | 0.212 | 0.222 | 0.226 | 0.179 | 0.205 | 0.20 | 103 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.183 | 0.199 | 0.177 | 0.202 | 0.206 | 0.147 | 0.186 | 0.20 | 92.8 |
| 联苯胺 | ND | 0.181 | 0.183 | 0.148 | 0.186 | 0.135 | 0.159 | 0.165 | 0.20 | 82.7 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.151 | 0.129 | 0.111 | 0.152 | 0.142 | 0.101 | 0.131 | 0.20 | 65.5 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.178 | 0.201 | 0.179 | 0.188 | 0.212 | 0.142 | 0.183 | 0.20 | 91.7 |

附表 1-74 空白加标 0.10-0.20mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.080 | 0.087 | 0.080 | 0.082 | 0.072 | 0.094 | 0.083 | 0.10 | 82.5 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.070 | 0.079 | 0.070 | 0.074 | 0.068 | 0.085 | 0.074 | 0.10 | 74.3 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.080 | 0.092 | 0.081 | 0.084 | 0.073 | 0.099 | 0.085 | 0.10 | 84.8 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.077 | 0.092 | 0.082 | 0.083 | 0.076 | 0.099 | 0.085 | 0.10 | 84.8 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.071 | 0.087 | 0.075 | 0.080 | 0.066 | 0.094 | 0.079 | 0.10 | 78.8 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.070 | 0.081 | 0.069 | 0.078 | 0.071 | 0.096 | 0.078 | 0.10 | 77.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.072 | 0.091 | 0.081 | 0.084 | 0.073 | 0.104 | 0.084 | 0.10 | 84.2 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.086 | 0.094 | 0.087 | 0.091 | 0.084 | 0.111 | 0.092 | 0.10 | 92.2 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.093 | 0.108 | 0.091 | 0.106 | 0.090 | 0.118 | 0.101 | 0.10 | 101 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 0.092 | 0.105 | 0.085 | 0.090 | 0.082 | 0.108 | 0.094 | 0.10 | 93.7 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.096 | 0.102 | 0.084 | 0.092 | 0.083 | 0.107 | 0.094 | 0.10 | 94.0 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.063 | 0.072 | 0.065 | 0.064 | 0.075 | 0.088 | 0.071 | 0.10 | 71.2 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.071 | 0.070 | 0.074 | 0.069 | 0.081 | 0.100 | 0.078 | 0.10 | 77.5 |
| 1-萘胺 | ND | 0.097 | 0.103 | 0.098 | 0.102 | 0.107 | 0.128 | 0.106 | 0.10 | 106 |
| 2-萘胺 | ND | 0.098 | 0.103 | 0.100 | 0.102 | 0.105 | 0.132 | 0.107 | 0.10 | 107 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.069 | 0.069 | 0.074 | 0.076 | 0.088 | 0.105 | 0.080 | 0.10 | 80.2 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.096 | 0.102 | 0.102 | 0.106 | 0.122 | 0.133 | 0.110 | 0.10 | 110 |
| 联苯胺 | ND | 0.054 | 0.049 | 0.047 | 0.049 | 0.058 | 0.064 | 0.054 | 0.10 | 53.5 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.062 | 0.061 | 0.056 | 0.057 | 0.073 | 0.076 | 0.064 | 0.10 | 64.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.082 | 0.078 | 0.068 | 0.076 | 0.084 | 0.098 | 0.081 | 0.10 | 81.0 |

附表 1-75 空白加标 0.10-0.20mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|-----------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.078 | 0.078 | 0.079 | 0.084 | 0.074 | 0.082 | 0.079 | 0.10 | 79.2 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.073 | 0.072 | 0.073 | 0.074 | 0.076 | 0.080 | 0.075 | 0.10 | 74.7 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.075 | 0.070 | 0.075 | 0.079 | 0.072 | 0.080 | 0.075 | 0.10 | 75.2 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.072 | 0.080 | 0.072 | 0.076 | 0.069 | 0.075 | 0.074 | 0.10 | 74.0 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.074 | 0.072 | 0.076 | 0.089 | 0.071 | 0.084 | 0.078 | 0.10 | 77.7 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.072 | 0.076 | 0.076 | 0.082 | 0.072 | 0.085 | 0.077 | 0.10 | 77.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.076 | 0.071 | 0.074 | 0.075 | 0.076 | 0.084 | 0.076 | 0.10 | 76.0 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------------------------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 胺 | | | | | | | | | | |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.080 | 0.080 | 0.074 | 0.082 | 0.081 | 0.089 | 0.081 | 0.10 | 81.0 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.077 | 0.074 | 0.083 | 0.078 | 0.075 | 0.075 | 0.077 | 0.10 | 77.0 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 0.174 | 0.204 | 0.203 | 0.204 | 0.170 | 0.194 | 0.192 | 0.20 | 95.8 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.060 | 0.076 | 0.070 | 0.066 | 0.064 | 0.070 | 0.068 | 0.10 | 67.7 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.083 | 0.086 | 0.097 | 0.081 | 0.091 | 0.092 | 0.088 | 0.10 | 88.3 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.175 | 0.174 | 0.186 | 0.174 | 0.219 | 0.212 | 0.190 | 0.20 | 95.0 |
| 1-萘胺 | ND | 0.074 | 0.071 | 0.075 | 0.080 | 0.084 | 0.073 | 0.076 | 0.10 | 76.2 |
| 2-萘胺 | ND | 0.075 | 0.068 | 0.073 | 0.065 | 0.073 | 0.077 | 0.072 | 0.10 | 71.8 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.231 | 0.240 | 0.220 | 0.218 | 0.255 | 0.215 | 0.230 | 0.20 | 115 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.085 | 0.083 | 0.086 | 0.086 | 0.071 | 0.077 | 0.081 | 0.10 | 81.3 |
| 联苯胺 | ND | 0.051 | 0.045 | 0.049 | 0.053 | 0.040 | 0.040 | 0.046 | 0.10 | 46.3 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.166 | 0.180 | 0.178 | 0.168 | 0.160 | 0.153 | 0.168 | 0.20 | 83.8 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.127 | 0.143 | 0.138 | 0.134 | 0.150 | 0.172 | 0.144 | 0.20 | 72.0 |

附表 1-76~附表 1-81 为 6 家验证实验室对中等浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的正确度测试数据。

附表 1-76 空白加标 5.00mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心
验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 3.66 | 3.82 | 3.93 | 3.40 | 3.40 | 3.70 | 3.65 | 5.00 | 73.0 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 3.47 | 3.50 | 3.71 | 3.41 | 3.45 | 3.66 | 3.53 | 5.00 | 70.7 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 3.42 | 3.56 | 3.71 | 3.47 | 3.47 | 3.71 | 3.56 | 5.00 | 71.1 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 3.50 | 3.61 | 3.74 | 3.45 | 3.50 | 3.72 | 3.59 | 5.00 | 71.7 |
| 2-氯苯胺 | ND | 3.49 | 3.61 | 3.77 | 3.53 | 3.56 | 3.77 | 3.62 | 5.00 | 72.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 3.48 | 3.52 | 3.75 | 3.41 | 3.51 | 3.69 | 3.56 | 5.00 | 71.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 3.43 | 3.60 | 3.78 | 3.50 | 3.58 | 3.75 | 3.61 | 5.00 | 72.1 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 3.47 | 3.56 | 3.74 | 3.47 | 3.54 | 3.71 | 3.58 | 5.00 | 71.6 |
| 3-氯苯胺 | ND | 3.48 | 3.62 | 3.79 | 3.57 | 3.63 | 3.75 | 3.64 | 5.00 | 72.8 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 3.52 | 3.74 | 3.90 | 3.72 | 3.73 | 3.83 | 3.74 | 5.00 | 74.8 |
| 4-氯苯胺 | ND | 3.47 | 3.70 | 3.85 | 3.70 | 3.65 | 3.79 | 3.69 | 5.00 | 73.9 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|-------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2-硝基苯胺 | ND | 3.52 | 3.63 | 3.71 | 3.77 | 3.72 | 3.66 | 3.67 | 5.00 | 73.4 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 3.39 | 3.31 | 3.54 | 3.40 | 3.36 | 3.53 | 3.42 | 5.00 | 68.4 |
| 1-萘胺 | ND | 3.39 | 3.39 | 3.66 | 3.55 | 3.50 | 3.65 | 3.52 | 5.00 | 70.5 |
| 2-萘胺 | ND | 3.40 | 3.41 | 3.71 | 3.62 | 3.54 | 3.71 | 3.57 | 5.00 | 71.3 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 3.49 | 3.48 | 3.58 | 3.72 | 3.59 | 3.59 | 3.58 | 5.00 | 71.5 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 3.62 | 3.62 | 3.79 | 3.93 | 3.80 | 3.74 | 3.75 | 5.00 | 75.0 |
| 联苯胺 | ND | 3.63 | 3.59 | 3.59 | 3.85 | 3.79 | 3.42 | 3.65 | 5.00 | 72.9 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 3.77 | 3.64 | 3.60 | 3.80 | 3.74 | 3.44 | 3.67 | 5.00 | 73.3 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 3.74 | 3.76 | 3.57 | 3.95 | 3.94 | 3.66 | 3.77 | 5.00 | 75.4 |

附表 1-77 空白加标 5.00mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 4.04 | 4.55 | 4.34 | 4.26 | 4.28 | 4.74 | 4.37 | 5.00 | 87.4 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 4.04 | 4.15 | 4.22 | 4.44 | 4.27 | 4.85 | 4.33 | 5.00 | 86.6 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 4.56 | 4.92 | 4.07 | 4.27 | 4.11 | 4.89 | 4.47 | 5.00 | 89.4 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 4.07 | 4.98 | 4.20 | 3.79 | 4.29 | 4.10 | 4.24 | 5.00 | 84.77 |
| 2-氯苯胺 | ND | 4.98 | 4.12 | 4.81 | 4.21 | 4.79 | 4.13 | 4.51 | 5.00 | 90.1 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 4.90 | 4.54 | 4.78 | 3.79 | 4.63 | 4.01 | 4.44 | 5.00 | 88.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 4.89 | 4.76 | 4.29 | 4.22 | 4.39 | 4.01 | 4.43 | 5.00 | 88.5 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 4.65 | 4.78 | 4.68 | 4.12 | 4.34 | 4.88 | 4.58 | 5.00 | 91.5 |
| 3-氯苯胺 | ND | 4.26 | 4.38 | 4.67 | 4.41 | 4.89 | 4.07 | 4.45 | 5.00 | 88.9 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 4.89 | 4.21 | 4.45 | 4.12 | 4.36 | 4.38 | 4.40 | 5.00 | 88.0 |
| 4-氯苯胺 | ND | 4.45 | 4.58 | 4.21 | 4.24 | 4.68 | 4.79 | 4.49 | 5.00 | 89.8 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 4.51 | 4.98 | 4.54 | 4.17 | 4.37 | 4.15 | 4.45 | 5.00 | 89.1 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 4.55 | 4.44 | 4.59 | 4.56 | 4.56 | 4.78 | 4.58 | 5.00 | 91.6 |
| 1-萘胺 | ND | 4.58 | 4.74 | 4.18 | 4.36 | 4.23 | 4.74 | 4.47 | 5.00 | 89.4 |
| 2-萘胺 | ND | 4.18 | 4.15 | 4.09 | 4.42 | 4.16 | 4.78 | 4.30 | 5.00 | 85.9 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 4.19 | 4.25 | 4.06 | 4.88 | 4.23 | 4.41 | 4.34 | 5.00 | 86.7 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 4.08 | 4.20 | 4.02 | 4.29 | 4.21 | 4.26 | 4.18 | 5.00 | 83.5 |
| 联苯胺 | ND | 3.36 | 3.59 | 3.24 | 3.69 | 3.56 | 3.67 | 3.52 | 5.00 | 70.4 |
| 3,3'-二甲基联 | ND | 3.53 | 3.76 | 3.43 | 3.90 | 3.76 | 3.90 | 3.71 | 5.00 | 74.3 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | | | | | | | | | | |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 3.52 | 3.63 | 3.46 | 3.82 | 3.65 | 3.76 | 3.64 | 5.00 | 72.8 |

附表 1-78 空白加标 5.00mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 3.43 | 3.38 | 3.64 | 3.31 | 3.30 | 3.59 | 3.44 | 5.00 | 68.8 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 3.48 | 3.44 | 3.76 | 3.46 | 3.43 | 3.86 | 3.57 | 5.00 | 71.4 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 3.61 | 3.54 | 3.84 | 3.44 | 3.48 | 3.80 | 3.62 | 5.00 | 72.4 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 3.59 | 3.48 | 3.80 | 3.40 | 3.39 | 3.78 | 3.57 | 5.00 | 71.5 |
| 2-氯苯胺 | ND | 3.57 | 3.45 | 3.76 | 3.31 | 3.37 | 3.71 | 3.53 | 5.00 | 70.6 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 3.57 | 3.49 | 3.82 | 3.45 | 3.56 | 3.86 | 3.63 | 5.00 | 72.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 3.66 | 3.48 | 3.77 | 3.36 | 3.39 | 3.70 | 3.56 | 5.00 | 71.2 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 3.58 | 3.55 | 3.88 | 3.53 | 3.62 | 3.93 | 3.68 | 5.00 | 73.6 |
| 3-氯苯胺 | ND | 3.60 | 3.56 | 3.82 | 3.49 | 3.58 | 3.92 | 3.66 | 5.00 | 73.2 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 3.67 | 3.53 | 3.81 | 3.37 | 3.38 | 3.73 | 3.58 | 5.00 | 71.6 |
| 4-氯苯胺 | ND | 3.66 | 3.53 | 3.80 | 3.36 | 3.37 | 3.70 | 3.57 | 5.00 | 71.4 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 3.79 | 3.88 | 4.57 | 4.36 | 4.80 | 4.96 | 4.39 | 5.00 | 87.9 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 3.93 | 3.96 | 5.52 | 4.40 | 4.52 | 4.84 | 4.53 | 5.00 | 90.6 |
| 1-萘胺 | ND | 3.36 | 3.15 | 3.60 | 3.49 | 3.16 | 3.70 | 3.41 | 5.00 | 68.2 |
| 2-萘胺 | ND | 3.53 | 3.38 | 3.82 | 3.62 | 3.30 | 3.88 | 3.59 | 5.00 | 71.8 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 3.93 | 4.10 | 4.68 | 4.66 | 4.43 | 5.10 | 4.48 | 5.00 | 89.7 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 3.84 | 3.70 | 4.16 | 4.03 | 3.80 | 4.34 | 3.98 | 5.00 | 79.6 |
| 联苯胺 | ND | 3.22 | 2.91 | 3.70 | 3.81 | 3.54 | 4.38 | 3.59 | 5.00 | 71.9 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 3.09 | 3.25 | 3.65 | 4.00 | 3.70 | 4.31 | 3.67 | 5.00 | 73.3 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 3.28 | 3.53 | 4.16 | 4.08 | 4.34 | 4.63 | 4.00 | 5.00 | 80.1 |

附表 1-79 空白加标 5.00mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 4.03 | 4.57 | 3.98 | 4.02 | 4.79 | 4.14 | 4.26 | 5.00 | 85.1 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 4.22 | 4.82 | 4.18 | 4.22 | 4.93 | 4.20 | 4.43 | 5.00 | 88.6 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 4.19 | 4.76 | 4.16 | 4.16 | 4.84 | 4.21 | 4.39 | 5.00 | 87.7 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 4.30 | 4.88 | 4.25 | 4.24 | 4.91 | 4.20 | 4.46 | 5.00 | 89.3 |
| 2-氯苯胺 | ND | 4.15 | 4.77 | 4.18 | 4.26 | 4.92 | 4.25 | 4.42 | 5.00 | 88.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 4.26 | 4.86 | 4.29 | 4.26 | 4.94 | 4.24 | 4.48 | 5.00 | 89.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 4.24 | 4.84 | 4.28 | 4.25 | 4.91 | 4.27 | 4.47 | 5.00 | 89.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 4.35 | 5.02 | 4.45 | 4.33 | 4.98 | 4.31 | 4.57 | 5.00 | 91.5 |
| 3-氯苯胺 | ND | 4.09 | 4.35 | 4.07 | 4.04 | 4.26 | 3.97 | 4.13 | 5.00 | 82.6 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 4.19 | 4.40 | 4.13 | 4.11 | 4.33 | 4.07 | 4.21 | 5.00 | 84.1 |
| 4-氯苯胺 | ND | 4.19 | 4.38 | 4.11 | 4.05 | 4.34 | 4.08 | 4.19 | 5.00 | 83.8 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 4.77 | 5.06 | 5.01 | 4.76 | 5.28 | 4.40 | 4.88 | 5.00 | 97.6 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 5.00 | 5.11 | 5.11 | 4.91 | 5.14 | 4.77 | 5.01 | 5.00 | 100 |
| 1-萘胺 | ND | 4.59 | 4.51 | 4.55 | 4.18 | 4.35 | 4.45 | 4.44 | 5.00 | 88.8 |
| 2-萘胺 | ND | 4.64 | 4.55 | 4.52 | 4.25 | 4.37 | 4.49 | 4.47 | 5.00 | 89.4 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 5.49 | 5.30 | 5.45 | 5.21 | 5.30 | 5.22 | 5.33 | 5.00 | 107 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 5.14 | 4.91 | 5.04 | 4.59 | 4.64 | 4.99 | 4.89 | 5.00 | 97.7 |
| 联苯胺 | ND | 4.61 | 4.27 | 4.61 | 4.20 | 4.08 | 4.34 | 4.35 | 5.00 | 87.0 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 4.70 | 4.30 | 4.62 | 4.16 | 4.12 | 4.40 | 4.38 | 5.00 | 87.7 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 4.59 | 4.29 | 4.48 | 4.05 | 3.95 | 4.65 | 4.34 | 5.00 | 86.7 |

附表 1-80 空白加标 5.00mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|-----------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 4.14 | 4.16 | 3.21 | 3.15 | 3.78 | 4.2 | 3.77 | 5.00 | 75.5 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 3.63 | 3.64 | 3.23 | 3.2 | 3.61 | 4.44 | 3.63 | 5.00 | 72.5 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 4.41 | 4.47 | 3.34 | 3.24 | 3.99 | 4.38 | 3.97 | 5.00 | 79.4 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 4.35 | 4.38 | 3.34 | 3.27 | 3.96 | 4.4 | 3.95 | 5.00 | 79.0 |
| 2-氯苯胺 | ND | 4.87 | 4.92 | 3.48 | 3.3 | 4.16 | 4.4 | 4.19 | 5.00 | 83.8 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 3.61 | 3.68 | 3.1 | 3.02 | 3.56 | 4.07 | 3.51 | 5.00 | 70.1 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 4.58 | 4.63 | 3.44 | 3.32 | 4.06 | 4.42 | 4.08 | 5.00 | 81.5 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 胺 | | | | | | | | | | |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 4.65 | 4.78 | 3.88 | 3.69 | 4.46 | 4.73 | 4.37 | 5.00 | 87.3 |
| 3-氯苯胺 | ND | 4.88 | 5.14 | 4.13 | 3.81 | 4.64 | 4.95 | 4.59 | 5.00 | 91.8 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 4.53 | 4.56 | 3.56 | 3.54 | 4.07 | 4.55 | 4.14 | 5.00 | 82.7 |
| 4-氯苯胺 | ND | 4.58 | 4.52 | 3.55 | 3.53 | 4.12 | 4.55 | 4.14 | 5.00 | 82.8 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 4.94 | 5.13 | 4.35 | 4.08 | 4.92 | 4.85 | 4.71 | 5.00 | 94.2 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 5.04 | 5.38 | 4.76 | 4.29 | 5.34 | 4.98 | 4.97 | 5.00 | 99.3 |
| 1-萘胺 | ND | 4.69 | 4.95 | 4.45 | 4.08 | 4.82 | 4.73 | 4.62 | 5.00 | 92.4 |
| 2-萘胺 | ND | 4.38 | 4.69 | 4.58 | 4.12 | 4.84 | 4.86 | 4.58 | 5.00 | 91.6 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 5.29 | 5.72 | 5.4 | 4.5 | 6.02 | 5.06 | 5.33 | 5.00 | 107 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 4.92 | 5.33 | 5.38 | 4.6 | 5.77 | 5.26 | 5.21 | 5.00 | 104 |
| 联苯胺 | ND | 2.87 | 3.33 | 4.06 | 3.17 | 4.19 | 3.67 | 3.55 | 5.00 | 71.0 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 2.9 | 3.35 | 4.31 | 3.12 | 4.45 | 3.59 | 3.62 | 5.00 | 72.4 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 4.46 | 4.97 | 5.39 | 3.77 | 5.11 | 4.50 | 4.70 | 5.00 | 94.0 |

附表 1-81 空白加标 5.00mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 3.91 | 4.24 | 4.22 | 4.38 | 4.84 | 4.52 | 4.35 | 5.00 | 87.0 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 3.97 | 4.33 | 4.35 | 4.53 | 4.97 | 4.64 | 4.47 | 5.00 | 89.3 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 3.9 | 4.26 | 4.26 | 4.38 | 4.84 | 4.49 | 4.36 | 5.00 | 87.1 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 3.94 | 4.31 | 4.32 | 4.43 | 4.9 | 4.56 | 4.41 | 5.00 | 88.2 |
| 2-氯苯胺 | ND | 3.81 | 4.17 | 4.17 | 4.31 | 4.76 | 4.43 | 4.28 | 5.00 | 85.5 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 4.01 | 4.38 | 4.4 | 4.5 | 4.96 | 4.65 | 4.48 | 5.00 | 89.7 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 3.93 | 4.26 | 4.28 | 4.35 | 4.83 | 4.53 | 4.36 | 5.00 | 87.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 4.04 | 4.41 | 4.47 | 4.55 | 4.95 | 4.71 | 4.52 | 5.00 | 90.4 |
| 3-氯苯胺 | ND | 4.04 | 4.38 | 4.46 | 4.55 | 4.89 | 4.69 | 4.50 | 5.00 | 90.0 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 5.32 | 5.71 | 5.81 | 6 | 6.41 | 6.15 | 5.90 | 5.00 | 118 |
| 4-氯苯胺 | ND | 4.05 | 4.39 | 4.46 | 4.53 | 4.84 | 4.67 | 4.49 | 5.00 | 89.8 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 4.02 | 4.41 | 4.59 | 4.72 | 4.74 | 4.84 | 4.55 | 5.00 | 91.1 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 4.41 | 4.79 | 5.01 | 5.12 | 5.07 | 5.19 | 4.93 | 5.00 | 98.6 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|-------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 1-萘胺 | ND | 4.27 | 4.64 | 4.86 | 4.94 | 4.86 | 5.05 | 4.77 | 5.00 | 95.4 |
| 2-萘胺 | ND | 4.29 | 4.65 | 4.87 | 4.98 | 4.94 | 5.01 | 4.79 | 5.00 | 95.8 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 4.46 | 4.87 | 5.06 | 4.95 | 5 | 5.16 | 4.92 | 5.00 | 98.3 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 4.47 | 4.82 | 5.14 | 5.1 | 5.08 | 5.24 | 4.98 | 5.00 | 99.5 |
| 联苯胺 | ND | 4.33 | 4.93 | 5.32 | 5.08 | 5.04 | 5.6 | 5.05 | 5.00 | 101 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 4.1 | 4.64 | 5.08 | 4.71 | 4.71 | 5.24 | 4.75 | 5.00 | 94.9 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 4.29 | 4.72 | 5.17 | 4.92 | 4.96 | 5.23 | 4.88 | 5.00 | 97.6 |

附表 1-82~附表 1-87 为 6 家验证实验室对高浓度空白加标样品中的目标化合物进行测定的正确度测试数据。

附表 1-82 空白加标 20.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|---------------------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 14.0 | 12.8 | 14.4 | 13.5 | 12.7 | 14.6 | 13.7 | 20.0 | 68.3 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 14.9 | 13.3 | 15.1 | 14.2 | 13.1 | 15.3 | 14.3 | 20.0 | 71.6 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 14.6 | 13.2 | 14.5 | 13.6 | 12.7 | 14.8 | 13.9 | 20.0 | 69.5 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 14.8 | 13.3 | 14.7 | 13.7 | 12.8 | 14.9 | 14.0 | 20.0 | 70.2 |
| 2-氯苯胺 | ND | 14.9 | 13.5 | 14.9 | 13.9 | 12.9 | 15.2 | 14.2 | 20.0 | 71.1 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 15.2 | 13.6 | 15.2 | 14.2 | 13.0 | 15.5 | 14.5 | 20.0 | 72.3 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 15.0 | 13.5 | 14.8 | 13.8 | 12.8 | 15.1 | 14.2 | 20.0 | 70.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 15.3 | 13.6 | 15.0 | 14.0 | 12.8 | 15.4 | 14.4 | 20.0 | 71.8 |
| 3-氯苯胺 | ND | 15.3 | 13.8 | 14.9 | 13.9 | 12.8 | 15.4 | 14.4 | 20.0 | 71.8 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 15.4 | 13.9 | 14.8 | 13.8 | 12.7 | 15.3 | 14.3 | 20.0 | 71.6 |
| 4-氯苯胺 | ND | 15.2 | 13.8 | 14.8 | 13.8 | 12.7 | 15.2 | 14.3 | 20.0 | 71.3 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 16.0 | 14.7 | 14.5 | 13.9 | 12.6 | 16.2 | 14.7 | 20.0 | 73.3 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 14.3 | 13.7 | 13.8 | 13.9 | 12.6 | 14.6 | 13.8 | 20.0 | 69.1 |
| 1-萘胺 | ND | 14.2 | 14.0 | 13.5 | 13.7 | 12.9 | 14.0 | 13.7 | 20.0 | 68.6 |
| 2-萘胺 | ND | 14.3 | 14.4 | 13.3 | 13.7 | 13.1 | 14.0 | 13.8 | 20.0 | 69.0 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 14.5 | 14.1 | 13.7 | 14.2 | 12.7 | 14.9 | 14.0 | 20.0 | 70.1 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 14.5 | 14.7 | 13.0 | 13.8 | 13.1 | 14.0 | 13.9 | 20.0 | 69.3 |
| 联苯胺 | ND | 15.6 | 14.6 | 14.2 | 15.0 | 13.9 | 15.0 | 14.7 | 20.0 | 73.6 |

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|-------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 15.8 | 14.8 | 14.6 | 15.4 | 14.2 | 15.4 | 15.0 | 20.0 | 75.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 16.0 | 14.8 | 15.4 | 15.6 | 14.5 | 15.9 | 15.4 | 20.0 | 76.8 |

附表 1-83 空白加标 20.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|-------------------------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 12.9 | 12.9 | 12.9 | 15.5 | 15.7 | 15.3 | 14.2 | 20.0 | 71.0 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 13.8 | 13.9 | 13.8 | 16.5 | 16.6 | 15.8 | 15.1 | 20.0 | 75.3 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 13.3 | 13.5 | 13.5 | 16.1 | 16.2 | 15.3 | 14.7 | 20.0 | 73.3 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 13.8 | 14.0 | 13.9 | 16.4 | 16.5 | 15.5 | 15.0 | 20.0 | 75.1 |
| 2-氯苯胺 | ND | 13.4 | 13.6 | 13.5 | 16.1 | 16.3 | 15.6 | 14.8 | 20.0 | 73.8 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 12.8 | 13.0 | 13.0 | 15.1 | 15.4 | 14.6 | 14.0 | 20.0 | 69.9 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 12.5 | 12.7 | 12.7 | 14.8 | 15.0 | 14.1 | 13.6 | 20.0 | 68.2 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 12.9 | 13.2 | 13.0 | 15.1 | 15.4 | 13.8 | 13.9 | 20.0 | 69.5 |
| 3-氯苯胺 | ND | 13.3 | 13.4 | 13.2 | 15.2 | 15.6 | 13.3 | 14.0 | 20.0 | 70.0 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 13.0 | 13.2 | 13.2 | 14.8 | 15.0 | 13.6 | 13.8 | 20.0 | 69.0 |
| 4-氯苯胺 | ND | 12.8 | 13.0 | 13.1 | 14.7 | 14.9 | 13.4 | 13.7 | 20.0 | 68.3 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 15.4 | 15.8 | 15.5 | 17.6 | 18.3 | 14.9 | 16.3 | 20.0 | 81.3 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 14.7 | 14.6 | 14.3 | 17.1 | 17.4 | 15.2 | 15.6 | 20.0 | 77.8 |
| 1-萘胺 | ND | 13.4 | 13.5 | 13.3 | 15.3 | 15.5 | 14.1 | 14.2 | 20.0 | 70.9 |
| 2-萘胺 | ND | 13.4 | 13.5 | 13.2 | 15.3 | 15.3 | 13.7 | 14.1 | 20.0 | 70.3 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 14.9 | 15.1 | 14.4 | 17.5 | 17.9 | 13.8 | 15.6 | 20.0 | 78.0 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 14.3 | 14.3 | 13.8 | 16.0 | 16.3 | 13.9 | 14.8 | 20.0 | 73.8 |
| 联苯胺 | ND | 14.8 | 15.2 | 14.0 | 16.9 | 18.0 | 12.8 | 15.3 | 20.0 | 76.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 16.5 | 17.1 | 15.5 | 18.0 | 19.9 | 13.4 | 16.7 | 20.0 | 83.7 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 17.1 | 17.8 | 15.6 | 18.3 | 21.1 | 15.6 | 17.6 | 20.0 | 87.9 |

附表 1-84 空白加标 20.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022年12月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|-------------------------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 15.9 | 15.1 | 15.2 | 15.9 | 15.1 | 15.0 | 15.4 | 20.0 | 76.8 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 17.3 | 16.5 | 16.7 | 17.2 | 16.5 | 16.8 | 16.8 | 20.0 | 84.2 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 16.3 | 15.3 | 15.5 | 16.0 | 15.0 | 15.3 | 15.6 | 20.0 | 77.8 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 16.2 | 15.3 | 15.5 | 15.9 | 14.8 | 15.1 | 15.5 | 20.0 | 77.3 |
| 2-氯苯胺 | ND | 16.2 | 15.3 | 15.6 | 16.0 | 14.9 | 15.4 | 15.6 | 20.0 | 77.8 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 17.4 | 16.6 | 17.0 | 17.4 | 16.2 | 16.8 | 16.9 | 20.0 | 84.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 15.9 | 15.1 | 15.6 | 15.8 | 14.8 | 15.2 | 15.4 | 20.0 | 77.0 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 17.6 | 16.8 | 17.4 | 17.7 | 16.4 | 17.2 | 17.2 | 20.0 | 85.9 |
| 3-氯苯胺 | ND | 17.1 | 16.5 | 17.1 | 17.2 | 15.6 | 16.7 | 16.7 | 20.0 | 83.5 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 16.1 | 15.4 | 15.9 | 16.0 | 15.2 | 15.7 | 15.7 | 20.0 | 78.6 |
| 4-氯苯胺 | ND | 15.9 | 15.3 | 15.8 | 15.9 | 15.0 | 15.6 | 15.6 | 20.0 | 77.9 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 18.6 | 16.8 | 17.7 | 18.6 | 16.9 | 18.0 | 17.8 | 20.0 | 88.8 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 18.8 | 16.9 | 17.8 | 18.8 | 17.0 | 17.9 | 17.9 | 20.0 | 89.3 |
| 1-萘胺 | ND | 16.2 | 14.7 | 15.3 | 16.0 | 14.8 | 15.3 | 15.4 | 20.0 | 76.9 |
| 2-萘胺 | ND | 16.2 | 14.7 | 15.2 | 15.9 | 14.8 | 15.1 | 15.3 | 20.0 | 76.6 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 19.5 | 17.1 | 18.2 | 18.8 | 17.8 | 18.8 | 18.4 | 20.0 | 91.8 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 17.9 | 16.3 | 16.9 | 17.5 | 16.5 | 17.0 | 17.0 | 20.0 | 85.1 |
| 联苯胺 | ND | 18.5 | 17.1 | 17.7 | 18.5 | 17.6 | 17.9 | 17.9 | 20.0 | 89.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 18.7 | 17.3 | 18.3 | 18.8 | 17.7 | 18.5 | 18.2 | 20.0 | 91.1 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 18.9 | 17.2 | 17.9 | 19.1 | 17.7 | 18.4 | 18.2 | 20.0 | 91.0 |

附表 1-85 空白加标 20.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022年12月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|--------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 15.7 | 18.9 | 16.6 | 16.6 | 16.7 | 17.9 | 17.1 | 20.0 | 85.3 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 15.8 | 18.7 | 16.7 | 16.8 | 16.6 | 18.2 | 17.1 | 20.0 | 85.7 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 16.3 | 19.4 | 17.6 | 17.3 | 17.7 | 19.1 | 17.9 | 20.0 | 89.5 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 16.6 | 19.8 | 17.9 | 17.8 | 17.8 | 19.3 | 18.2 | 20.0 | 91.0 |
| 2-氯苯胺 | ND | 16.3 | 19.5 | 17.8 | 17.6 | 17.5 | 19.1 | 18.0 | 20.0 | 89.8 |

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值(mg/kg) | 加标浓度(mg/kg) | 加标回收率(%) |
|---------------------------------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 16.5 | 19.6 | 17.9 | 17.6 | 17.6 | 19.2 | 18.1 | 20.0 | 90.3 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 16.7 | 19.8 | 18.2 | 18.0 | 18.0 | 19.5 | 18.4 | 20.0 | 91.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 16.7 | 19.7 | 18.3 | 17.9 | 17.8 | 19.4 | 18.3 | 20.0 | 91.5 |
| 3-氯苯胺 | ND | 18.3 | 21.6 | 19.3 | 19.1 | 18.7 | 20.8 | 19.6 | 20.0 | 98.2 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 17.6 | 20.8 | 18.8 | 18.5 | 18.3 | 20.2 | 19.0 | 20.0 | 95.2 |
| 4-氯苯胺 | ND | 17.7 | 20.8 | 18.8 | 18.5 | 18.4 | 20.1 | 19.1 | 20.0 | 95.3 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 18.3 | 22.5 | 20.6 | 20.9 | 19.9 | 22.0 | 20.7 | 20.0 | 104 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 18.7 | 21.9 | 20.4 | 20.5 | 19.5 | 21.2 | 20.4 | 20.0 | 102 |
| 1-萘胺 | ND | 18.7 | 21.6 | 20.0 | 20.0 | 19.0 | 20.3 | 19.9 | 20.0 | 99.7 |
| 2-萘胺 | ND | 18.6 | 21.7 | 20.0 | 20.2 | 19.1 | 20.8 | 20.1 | 20.0 | 100 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 19.6 | 22.3 | 20.9 | 21.1 | 20.7 | 22.0 | 21.1 | 20.0 | 106 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 20.6 | 23.1 | 21.7 | 21.7 | 21.2 | 22.1 | 21.7 | 20.0 | 109 |
| 联苯胺 | ND | 19.3 | 21.7 | 19.9 | 20.3 | 19.5 | 20.7 | 20.2 | 20.0 | 101 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 19.5 | 22.0 | 20.1 | 20.4 | 19.8 | 21.0 | 20.5 | 20.0 | 102 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 19.6 | 22.1 | 19.8 | 20.3 | 19.7 | 20.9 | 20.4 | 20.0 | 102 |

附表 1-86 空白加标 20.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值(mg/kg) | 加标浓度(mg/kg) | 加标回收率(%) |
|------------------------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 14.6 | 14.8 | 13.4 | 13.8 | 13.7 | 15.4 | 14.3 | 20.0 | 71.4 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 14.7 | 14.7 | 13.5 | 14.0 | 14.2 | 15.6 | 14.5 | 20.0 | 72.3 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 15.6 | 15.5 | 14.0 | 14.6 | 14.4 | 15.8 | 15.0 | 20.0 | 74.9 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 15.8 | 15.6 | 14.0 | 14.6 | 14.6 | 15.9 | 15.1 | 20.0 | 75.4 |
| 2-氯苯胺 | ND | 16.2 | 15.9 | 14.2 | 14.8 | 14.7 | 15.7 | 15.3 | 20.0 | 76.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 15.2 | 15.1 | 13.7 | 14.4 | 14.5 | 15.6 | 14.8 | 20.0 | 73.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 16.1 | 15.8 | 14.2 | 14.9 | 14.7 | 15.8 | 15.3 | 20.0 | 76.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 17.0 | 16.4 | 14.7 | 15.6 | 15.5 | 16.2 | 15.9 | 20.0 | 79.5 |
| 3-氯苯胺 | ND | 17.4 | 16.4 | 14.8 | 15.8 | 15.8 | 16.2 | 16.1 | 20.0 | 80.3 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ | ND | 14.7 | 15.6 | 14.4 | 14.5 | 14.5 | 16.3 | 15.0 | 20.0 | 75.0 |

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|-------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| (替代物) | | | | | | | | | | |
| 4-氯苯胺 | ND | 14.7 | 15.6 | 14.3 | 14.5 | 14.4 | 16.3 | 15.0 | 20.0 | 74.8 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 17.3 | 16.3 | 15.4 | 16.3 | 16.2 | 16.4 | 16.3 | 20.0 | 81.6 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 18.1 | 15.7 | 15.2 | 16.3 | 16.5 | 16.0 | 16.3 | 20.0 | 81.5 |
| 1-萘胺 | ND | 16.8 | 15.3 | 14.8 | 15.4 | 15.5 | 15.8 | 15.6 | 20.0 | 78.0 |
| 2-萘胺 | ND | 16.6 | 15.0 | 14.5 | 15.3 | 15.4 | 15.6 | 15.4 | 20.0 | 77.0 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 19.6 | 15.5 | 15.1 | 15.8 | 16.3 | 15.8 | 16.4 | 20.0 | 81.8 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 17.0 | 14.9 | 14.7 | 15.0 | 14.9 | 15.6 | 15.4 | 20.0 | 76.8 |
| 联苯胺 | ND | 17.4 | 13.2 | 13.8 | 13.3 | 14.0 | 16.4 | 14.7 | 20.0 | 73.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 16.3 | 12.9 | 13.4 | 12.8 | 13.1 | 15.7 | 14.0 | 20.0 | 70.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 17.9 | 15.0 | 15.3 | 14.3 | 13.8 | 17.2 | 15.6 | 20.0 | 77.9 |

附表 1-87 空白加标 20.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|-------------------------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 17.8 | 16.4 | 17.6 | 18.2 | 18.1 | 18.6 | 17.8 | 10.0 | 88.9 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 19.3 | 17.4 | 19.0 | 19.3 | 19.2 | 19.9 | 19.0 | 10.0 | 95.1 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 17.9 | 16.3 | 17.7 | 18.1 | 17.9 | 18.3 | 17.7 | 10.0 | 88.5 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 18.4 | 16.7 | 18.2 | 18.5 | 18.4 | 18.7 | 18.2 | 10.0 | 90.8 |
| 2-氯苯胺 | ND | 17.8 | 16.2 | 17.6 | 17.8 | 17.8 | 18.1 | 17.6 | 10.0 | 87.8 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 19.4 | 17.4 | 19.0 | 19.3 | 19.1 | 19.6 | 19.0 | 10.0 | 94.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 18.1 | 16.4 | 17.9 | 18.0 | 18.0 | 18.3 | 17.8 | 10.0 | 88.9 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 19.6 | 17.5 | 19.3 | 19.5 | 19.4 | 20.0 | 19.2 | 10.0 | 96.1 |
| 3-氯苯胺 | ND | 19.4 | 17.3 | 19.1 | 19.1 | 18.8 | 19.4 | 18.9 | 10.0 | 94.3 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 18.1 | 17.7 | 19.2 | 14.7 | 15.7 | 14.7 | 16.7 | 10.0 | 83.4 |
| 4-氯苯胺 | ND | 18.1 | 16.3 | 17.8 | 18.0 | 17.7 | 18.3 | 17.7 | 10.0 | 88.5 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 20.6 | 17.7 | 19.9 | 19.6 | 19.8 | 20.2 | 19.6 | 10.0 | 98.2 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 23.3 | 20.5 | 22.4 | 21.6 | 22.7 | 22.2 | 22.1 | 10.0 | 111 |
| 1-萘胺 | ND | 19.2 | 17.2 | 18.7 | 18.0 | 18.7 | 18.3 | 18.4 | 10.0 | 91.8 |
| 2-萘胺 | ND | 19.1 | 17.3 | 18.5 | 17.9 | 18.7 | 18.1 | 18.3 | 10.0 | 91.3 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 19.6 | 21.3 | 19.4 | 22.2 | 21.7 | 22.8 | 21.2 | 10.0 | 106 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 19.5 | 17.7 | 19.0 | 18.0 | 19.2 | 17.8 | 18.5 | 10.0 | 92.7 |

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|-------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 联苯胺 | ND | 21.4 | 17.7 | 21.9 | 18.8 | 19.9 | 19.9 | 19.9 | 10.0 | 99.7 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 21.1 | 19.0 | 22.8 | 18.4 | 21.3 | 19.2 | 20.3 | 10.0 | 102 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 21.6 | 17.6 | 21.9 | 18.8 | 19.7 | 20.0 | 19.9 | 10.0 | 99.7 |

附表 1-88~附表 1-93 为 6 家验证实验室对土壤 1 加标低浓度样品中的目标化合物进行测定的正确度测试数据。

附表 1-88 土壤 1 加标 1.00 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|--------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.768 | 0.828 | 0.828 | 0.768 | 0.840 | 0.756 | 0.798 | 1.00 | 79.8 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.756 | 0.852 | 0.864 | 0.756 | 0.864 | 0.756 | 0.808 | 1.00 | 80.8 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.756 | 0.840 | 0.840 | 0.756 | 0.852 | 0.744 | 0.798 | 1.00 | 79.8 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.744 | 0.828 | 0.840 | 0.744 | 0.852 | 0.732 | 0.790 | 1.00 | 79.0 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.804 | 0.888 | 0.900 | 0.804 | 0.900 | 0.792 | 0.848 | 1.00 | 84.8 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.768 | 0.852 | 0.876 | 0.756 | 0.864 | 0.744 | 0.810 | 1.00 | 81.0 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.792 | 0.876 | 0.888 | 0.804 | 0.900 | 0.768 | 0.838 | 1.00 | 83.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.792 | 0.864 | 0.888 | 0.780 | 0.888 | 0.756 | 0.828 | 1.00 | 82.8 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.768 | 0.876 | 0.900 | 0.768 | 0.876 | 0.744 | 0.822 | 1.00 | 82.2 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 0.768 | 0.864 | 0.876 | 0.756 | 0.864 | 0.744 | 0.812 | 1.00 | 81.2 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.744 | 0.852 | 0.876 | 0.744 | 0.852 | 0.720 | 0.798 | 1.00 | 79.8 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.840 | 0.996 | 1.092 | 0.840 | 1.056 | 0.804 | 0.938 | 1.00 | 93.8 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.816 | 0.840 | 0.888 | 0.864 | 0.888 | 0.864 | 0.860 | 1.00 | 86.0 |

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|-------------|--------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 1-萘胺 | ND | 0.714 | 0.840 | 0.868 | 0.756 | 0.854 | 0.756 | 0.798 | 1.00 | 79.8 |
| 2-萘胺 | ND | 0.636 | 0.708 | 0.612 | 0.636 | 0.612 | 0.756 | 0.660 | 1.00 | 66.0 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.780 | 0.960 | 1.008 | 0.840 | 0.996 | 0.804 | 0.898 | 1.00 | 89.8 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.714 | 0.910 | 0.924 | 0.756 | 0.938 | 0.714 | 0.826 | 1.00 | 82.6 |
| 联苯胺 | ND | 0.768 | 0.720 | 0.864 | 0.804 | 0.888 | 0.732 | 0.796 | 1.00 | 79.6 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.891 | 0.783 | 0.918 | 0.783 | 0.797 | 0.729 | 0.817 | 1.00 | 81.7 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.810 | 1.080 | 0.959 | 0.891 | 0.986 | 0.756 | 0.914 | 1.00 | 91.4 |

附表 1-89 土壤 1 加标 1.00 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|--------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.650 | 0.640 | 0.650 | 0.700 | 0.700 | 0.710 | 0.675 | 1.00 | 67.5 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.680 | 0.680 | 0.690 | 0.750 | 0.750 | 0.760 | 0.718 | 1.00 | 71.8 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.690 | 0.690 | 0.700 | 0.770 | 0.770 | 0.760 | 0.730 | 1.00 | 73.0 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.710 | 0.710 | 0.720 | 0.770 | 0.790 | 0.780 | 0.747 | 1.00 | 74.7 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.690 | 0.690 | 0.710 | 0.760 | 0.760 | 0.770 | 0.730 | 1.00 | 73.0 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.720 | 0.710 | 0.730 | 0.780 | 0.790 | 0.790 | 0.753 | 1.00 | 75.3 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.730 | 0.730 | 0.740 | 0.790 | 0.810 | 0.800 | 0.767 | 1.00 | 76.7 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.730 | 0.720 | 0.750 | 0.800 | 0.800 | 0.800 | 0.767 | 1.00 | 76.7 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.780 | 0.770 | 0.790 | 0.830 | 0.860 | 0.840 | 0.812 | 1.00 | 81.2 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 0.760 | 0.760 | 0.780 | 0.830 | 0.850 | 0.830 | 0.802 | 1.00 | 80.2 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.760 | 0.760 | 0.780 | 0.830 | 0.830 | 0.830 | 0.798 | 1.00 | 79.8 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.730 | 0.720 | 0.750 | 0.840 | 0.890 | 0.850 | 0.797 | 1.00 | 79.7 |

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|-------------|--------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.720 | 0.730 | 0.740 | 0.820 | 0.850 | 0.810 | 0.778 | 1.00 | 77.8 |
| 1-萘胺 | ND | 0.720 | 0.720 | 0.710 | 0.800 | 0.830 | 0.790 | 0.762 | 1.00 | 76.2 |
| 2-萘胺 | ND | 0.730 | 0.720 | 0.720 | 0.810 | 0.840 | 0.800 | 0.770 | 1.00 | 77.0 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.690 | 0.700 | 0.700 | 0.830 | 0.870 | 0.800 | 0.765 | 1.00 | 76.5 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.690 | 0.700 | 0.700 | 0.810 | 0.870 | 0.780 | 0.758 | 1.00 | 75.8 |
| 联苯胺 | ND | 0.750 | 0.725 | 0.725 | 0.825 | 1.00 | 0.800 | 0.804 | 1.00 | 80.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.700 | 0.660 | 0.640 | 0.740 | 0.900 | 0.700 | 0.723 | 1.00 | 72.3 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.728 | 0.742 | 0.714 | 0.812 | 1.04 | 0.784 | 0.803 | 1.00 | 80.3 |

附表 1-90 土壤 1 加标 1.00 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|----------------------------|--------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.690 | 0.700 | 0.640 | 0.680 | 0.670 | 0.680 | 0.677 | 1.00 | 67.7 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.767 | 0.780 | 0.741 | 0.767 | 0.780 | 0.780 | 0.769 | 1.00 | 76.9 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.760 | 0.780 | 0.720 | 0.750 | 0.760 | 0.760 | 0.755 | 1.00 | 75.5 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.693 | 0.693 | 0.671 | 0.693 | 0.693 | 0.682 | 0.688 | 1.00 | 68.8 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.780 | 0.830 | 0.760 | 0.790 | 0.800 | 0.800 | 0.793 | 1.00 | 79.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.670 | 0.710 | 0.650 | 0.690 | 0.700 | 0.690 | 0.685 | 1.00 | 68.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.760 | 0.830 | 0.740 | 0.790 | 0.790 | 0.790 | 0.783 | 1.00 | 78.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.720 | 0.760 | 0.720 | 0.730 | 0.750 | 0.740 | 0.737 | 1.00 | 73.7 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.700 | 0.770 | 0.750 | 0.760 | 0.740 | 0.760 | 0.747 | 1.00 | 74.7 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 0.670 | 0.700 | 0.660 | 0.680 | 0.680 | 0.670 | 0.677 | 1.00 | 67.7 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.670 | 0.680 | 0.650 | 0.680 | 0.680 | 0.660 | 0.670 | 1.00 | 67.0 |
| 2-硝基苯 | ND | 1.03 | 1.09 | 1.10 | 1.05 | 1.07 | 1.10 | 1.07 | 1.00 | 107 |

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|-------------|--------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 胺 | | | | | | | | | | |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.754 | 0.793 | 0.702 | 0.754 | 0.767 | 0.767 | 0.756 | 1.00 | 75.6 |
| 1-萘胺 | ND | 0.630 | 0.740 | 0.730 | 0.700 | 0.720 | 0.710 | 0.705 | 1.00 | 70.5 |
| 2-萘胺 | ND | 0.730 | 0.790 | 0.740 | 0.760 | 0.760 | 0.770 | 0.758 | 1.00 | 75.8 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 1.00 | 0.99 | 1.01 | 0.99 | 1.03 | 1.02 | 1.01 | 1.00 | 101 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.670 | 0.720 | 0.650 | 0.690 | 0.690 | 0.700 | 0.687 | 1.00 | 68.7 |
| 联苯胺 | ND | 0.819 | 0.715 | 0.598 | 0.715 | 0.702 | 0.689 | 0.706 | 1.00 | 70.6 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.793 | 0.689 | 0.624 | 0.702 | 0.689 | 0.689 | 0.698 | 1.00 | 69.8 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 1.11 | 1.08 | 1.05 | 1.06 | 1.08 | 1.08 | 1.08 | 1.00 | 108 |

附表 1-91 土壤 1 加标 1.00 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|----------------------------|--------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.820 | 0.840 | 0.850 | 0.800 | 0.860 | 0.880 | 0.842 | 1.00 | 84.2 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.780 | 0.800 | 0.810 | 0.770 | 0.810 | 0.840 | 0.802 | 1.00 | 80.2 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.840 | 0.860 | 0.880 | 0.830 | 0.870 | 0.930 | 0.868 | 1.00 | 86.8 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.800 | 0.810 | 0.840 | 0.790 | 0.820 | 0.880 | 0.823 | 1.00 | 82.3 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.860 | 0.880 | 0.900 | 0.850 | 0.890 | 0.970 | 0.892 | 1.00 | 89.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.810 | 0.830 | 0.840 | 0.810 | 0.840 | 0.900 | 0.838 | 1.00 | 83.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.840 | 0.860 | 0.880 | 0.840 | 0.870 | 0.960 | 0.875 | 1.00 | 87.5 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.810 | 0.830 | 0.860 | 0.820 | 0.840 | 0.940 | 0.850 | 1.00 | 85.0 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.850 | 0.850 | 0.910 | 0.900 | 0.790 | 0.910 | 0.868 | 1.00 | 86.8 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 0.870 | 0.880 | 0.920 | 0.930 | 0.810 | 0.930 | 0.890 | 1.00 | 89.0 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.890 | 0.900 | 0.940 | 0.930 | 0.820 | 0.950 | 0.905 | 1.00 | 90.5 |

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|-------------|--------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.850 | 0.860 | 0.940 | 0.970 | 0.800 | 0.980 | 0.900 | 1.00 | 90.0 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.870 | 0.920 | 0.920 | 0.960 | 0.800 | 1.060 | 0.922 | 1.00 | 92.2 |
| 1-萘胺 | ND | 0.830 | 0.790 | 0.830 | 0.880 | 0.720 | 0.900 | 0.825 | 1.00 | 82.5 |
| 2-萘胺 | ND | 0.760 | 0.770 | 0.790 | 0.830 | 0.700 | 0.830 | 0.780 | 1.00 | 78.0 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.870 | 0.860 | 0.910 | 0.880 | 0.830 | 0.900 | 0.875 | 1.00 | 87.5 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.810 | 0.800 | 0.830 | 0.870 | 0.740 | 0.860 | 0.818 | 1.00 | 81.8 |
| 联苯胺 | ND | 0.720 | 0.740 | 0.740 | 0.790 | 0.690 | 0.690 | 0.728 | 1.00 | 72.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.860 | 0.870 | 0.870 | 0.920 | 0.810 | 0.850 | 0.863 | 1.00 | 86.3 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.860 | 0.880 | 0.860 | 0.960 | 0.810 | 0.910 | 0.880 | 1.00 | 88.0 |

附表 1-92 土壤 1 加标 1.00 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|----------------|--------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.620 | 0.820 | 0.740 | 0.690 | 0.790 | 0.700 | 0.727 | 1.00 | 72.7 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.620 | 0.800 | 0.740 | 0.700 | 0.800 | 0.700 | 0.727 | 1.00 | 72.7 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.650 | 0.850 | 0.780 | 0.730 | 0.850 | 0.750 | 0.768 | 1.00 | 76.8 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.660 | 0.860 | 0.790 | 0.750 | 0.870 | 0.750 | 0.780 | 1.00 | 78.0 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.640 | 0.840 | 0.780 | 0.740 | 0.850 | 0.750 | 0.767 | 1.00 | 76.7 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.650 | 0.850 | 0.790 | 0.750 | 0.860 | 0.740 | 0.773 | 1.00 | 77.3 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.680 | 0.880 | 0.830 | 0.760 | 0.890 | 0.790 | 0.805 | 1.00 | 80.5 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.690 | 0.890 | 0.830 | 0.790 | 0.910 | 0.800 | 0.818 | 1.00 | 81.8 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.690 | 0.910 | 0.860 | 0.810 | 0.960 | 0.840 | 0.845 | 1.00 | 84.5 |
| 4-氯苯胺-d2 (替代物) | ND | 0.650 | 0.850 | 0.760 | 0.690 | 0.820 | 0.720 | 0.748 | 1.00 | 74.8 |

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|-------------|--------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.650 | 0.840 | 0.750 | 0.690 | 0.820 | 0.730 | 0.747 | 1.00 | 74.7 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.570 | 0.750 | 0.710 | 0.670 | 0.760 | 0.670 | 0.688 | 1.00 | 68.8 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.560 | 0.730 | 0.730 | 0.690 | 0.790 | 0.710 | 0.702 | 1.00 | 70.2 |
| 1-萘胺 | ND | 0.680 | 0.870 | 0.860 | 0.800 | 0.920 | 0.820 | 0.825 | 1.00 | 82.5 |
| 2-萘胺 | ND | 0.690 | 0.860 | 0.890 | 0.820 | 0.940 | 0.840 | 0.840 | 1.00 | 84.0 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.580 | 0.710 | 0.800 | 0.740 | 0.810 | 0.770 | 0.735 | 1.00 | 73.5 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.690 | 0.860 | 0.950 | 0.870 | 0.990 | 0.900 | 0.877 | 1.00 | 87.7 |
| 联苯胺 | ND | 0.644 | 0.748 | 0.840 | 0.782 | 0.805 | 0.782 | 0.767 | 1.00 | 76.7 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.690 | 0.782 | 0.817 | 0.759 | 0.794 | 0.771 | 0.769 | 1.00 | 76.9 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.702 | 0.805 | 0.771 | 0.725 | 0.759 | 0.725 | 0.748 | 1.00 | 74.8 |

附表 1-93 土壤 1 加标 1.00 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|---------------------------|--------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.698 | 0.570 | 0.738 | 0.736 | 0.790 | 0.786 | 0.720 | 1.00 | 72.0 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.627 | 0.582 | 0.741 | 0.755 | 0.779 | 0.779 | 0.711 | 1.00 | 71.1 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.707 | 0.606 | 0.758 | 0.749 | 0.786 | 0.795 | 0.734 | 1.00 | 73.4 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.626 | 0.584 | 0.720 | 0.725 | 0.733 | 0.734 | 0.687 | 1.00 | 68.7 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.766 | 0.693 | 0.827 | 0.818 | 0.837 | 0.853 | 0.799 | 1.00 | 79.9 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.685 | 0.685 | 0.824 | 0.813 | 0.827 | 0.832 | 0.778 | 1.00 | 77.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.698 | 0.658 | 0.765 | 0.762 | 0.779 | 0.784 | 0.741 | 1.00 | 74.1 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.602 | 0.653 | 0.758 | 0.786 | 0.766 | 0.782 | 0.725 | 1.00 | 72.5 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.794 | 0.805 | 0.898 | 0.906 | 0.867 | 0.858 | 0.855 | 1.00 | 85.5 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代) | ND | 0.750 | 0.766 | 0.845 | 0.848 | 0.803 | 0.818 | 0.805 | 1.00 | 80.5 |

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|-------------|--------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 物) | | | | | | | | | | |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.754 | 0.770 | 0.858 | 0.843 | 0.808 | 0.808 | 0.807 | 1.00 | 80.7 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.751 | 0.797 | 0.821 | 0.824 | 0.757 | 0.783 | 0.789 | 1.00 | 78.9 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.687 | 0.706 | 0.754 | 0.738 | 0.677 | 0.715 | 0.713 | 1.00 | 71.3 |
| 1-萘胺 | ND | 0.686 | 0.655 | 0.724 | 0.718 | 0.688 | 0.630 | 0.684 | 1.00 | 68.4 |
| 2-萘胺 | ND | 0.856 | 0.866 | 0.946 | 0.922 | 0.858 | 0.893 | 0.890 | 1.00 | 89.0 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.732 | 0.754 | 0.813 | 0.808 | 0.771 | 0.775 | 0.776 | 1.00 | 77.6 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.682 | 0.705 | 0.785 | 0.773 | 0.716 | 0.729 | 0.732 | 1.00 | 73.2 |
| 联苯胺 | ND | 0.612 | 0.603 | 0.810 | 0.833 | 0.745 | 0.736 | 0.723 | 1.00 | 72.3 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.556 | 0.560 | 0.782 | 0.805 | 0.781 | 0.787 | 0.712 | 1.00 | 71.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.821 | 0.922 | 0.856 | 0.798 | 0.932 | 0.911 | 0.873 | 1.00 | 87.3 |

附表 1-94~附表 1-99 为 6 家验证实验室对土壤 2 加标中浓度样品中的目标化合物进行测定的正确度测试数据。

附表 1-94 土壤 2 加标 10.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 7.22 | 7.76 | 7.01 | 6.95 | 7.78 | 7.15 | 7.31 | 10.0 | 73.1 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 7.22 | 7.87 | 7.03 | 7.10 | 7.83 | 7.17 | 7.37 | 10.0 | 73.7 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 7.30 | 7.78 | 7.02 | 7.01 | 7.79 | 7.26 | 7.36 | 10.0 | 73.6 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 7.34 | 7.81 | 6.99 | 7.00 | 7.78 | 7.19 | 7.35 | 10.0 | 73.5 |
| 2-氯苯胺 | ND | 7.24 | 7.79 | 6.95 | 7.00 | 7.76 | 7.22 | 7.33 | 10.0 | 73.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 7.27 | 7.88 | 6.99 | 7.13 | 7.74 | 7.32 | 7.39 | 10.0 | 73.9 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 7.29 | 7.72 | 6.88 | 7.01 | 7.70 | 7.33 | 7.32 | 10.0 | 73.2 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 7.39 | 7.83 | 7.00 | 7.17 | 7.78 | 7.40 | 7.43 | 10.0 | 74.3 |
| 3-氯苯胺 | ND | 7.37 | 7.91 | 6.96 | 7.21 | 7.87 | 7.50 | 7.47 | 10.0 | 74.7 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 7.41 | 7.89 | 6.99 | 7.24 | 7.90 | 7.52 | 7.49 | 10.0 | 74.9 |
| 4-氯苯胺 | ND | 7.40 | 7.84 | 6.86 | 7.16 | 7.79 | 7.45 | 7.42 | 10.0 | 74.2 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 7.60 | 8.55 | 7.23 | 8.17 | 8.48 | 8.31 | 8.06 | 10.0 | 80.6 |

| | | | | | | | | | | |
|-------------|----|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 3-硝基苯胺 | ND | 7.45 | 8.38 | 7.04 | 7.62 | 8.44 | 7.25 | 7.70 | 10.0 | 77.0 |
| 1-萘胺 | ND | 6.37 | 7.60 | 6.00 | 6.37 | 7.69 | 6.20 | 6.71 | 10.0 | 67.1 |
| 2-萘胺 | ND | 7.07 | 7.94 | 6.60 | 7.03 | 8.14 | 6.90 | 7.28 | 10.0 | 72.8 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 8.55 | 8.67 | 7.93 | 8.55 | 8.90 | 8.24 | 8.47 | 10.0 | 84.7 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 8.51 | 8.43 | 7.68 | 8.27 | 8.65 | 8.21 | 8.29 | 10.0 | 82.9 |
| 联苯胺 | ND | 7.77 | 8.73 | 7.45 | 7.73 | 8.94 | 7.71 | 8.06 | 10.0 | 80.6 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 6.77 | 6.94 | 7.13 | 6.00 | 7.10 | 6.98 | 6.82 | 10.0 | 68.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 8.46 | 9.00 | 7.85 | 8.56 | 9.22 | 8.20 | 8.55 | 10.0 | 85.5 |

附表 1-95 土壤 2 加标 10.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 10.1 | 10.5 | 9.83 | 10.6 | 10.0 | 10.6 | 10.3 | 10.0 | 103 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 9.77 | 10.4 | 9.84 | 10.5 | 10.0 | 10.6 | 10.2 | 10.0 | 102 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 10.0 | 10.4 | 9.86 | 10.4 | 10.1 | 10.5 | 10.2 | 10.0 | 102 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 9.73 | 10.2 | 9.81 | 10.4 | 10.1 | 10.6 | 10.1 | 10.0 | 101 |
| 2-氯苯胺 | ND | 10.0 | 10.4 | 10.0 | 10.7 | 10.1 | 10.7 | 10.3 | 10.0 | 103 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 10.1 | 10.6 | 10.3 | 10.8 | 10.4 | 10.8 | 10.5 | 10.0 | 105 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 10.3 | 10.6 | 10.3 | 10.9 | 10.5 | 10.9 | 10.6 | 10.0 | 106 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 10.0 | 10.4 | 10.1 | 10.8 | 10.3 | 10.8 | 10.4 | 10.0 | 104 |
| 3-氯苯胺 | ND | 9.60 | 10.0 | 9.72 | 10.3 | 9.72 | 10.4 | 10.0 | 10.0 | 99.6 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 10.2 | 10.5 | 10.3 | 10.9 | 10.5 | 10.9 | 10.5 | 10.0 | 106 |
| 4-氯苯胺 | ND | 10.1 | 10.3 | 10.2 | 10.7 | 10.3 | 10.8 | 10.4 | 10.0 | 104 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 11.2 | 11.5 | 11.4 | 11.9 | 11.3 | 12.0 | 11.6 | 10.0 | 116 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 10.6 | 10.8 | 10.4 | 11.3 | 10.3 | 11.1 | 10.8 | 10.0 | 108 |
| 1-萘胺 | ND | 10.3 | 10.6 | 10.3 | 11.1 | 10.3 | 10.9 | 10.6 | 10.0 | 106 |
| 2-萘胺 | ND | 10.4 | 10.7 | 10.3 | 11.1 | 10.4 | 10.9 | 10.6 | 10.0 | 106 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 11.3 | 11.2 | 11.3 | 11.8 | 10.9 | 11.4 | 11.3 | 10.0 | 113 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 11.2 | 11.2 | 11.4 | 11.9 | 11.3 | 11.6 | 11.5 | 10.0 | 114 |
| 联苯胺 | ND | 6.84 | 8.08 | 7.23 | 9.25 | 6.52 | 8.82 | 7.79 | 10.0 | 77.9 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 8.04 | 7.87 | 8.65 | 8.81 | 7.65 | 8.23 | 8.21 | 10.0 | 82.1 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 9.22 | 8.47 | 10.2 | 9.03 | 8.53 | 8.54 | 8.99 | 10.0 | 90.0 |

附表 1-96 土壤 2 加标 10.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值(mg/kg) | 加标浓度(mg/kg) | 加标回收率(%) |
|----------------------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 8.69 | 7.70 | 7.67 | 7.72 | 8.16 | 7.53 | 7.91 | 10.0 | 79.1 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 9.17 | 8.43 | 8.42 | 8.53 | 8.81 | 8.14 | 8.58 | 10.0 | 85.8 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 8.99 | 8.11 | 8.03 | 8.09 | 8.59 | 7.88 | 8.28 | 10.0 | 82.8 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 8.64 | 7.99 | 7.94 | 7.92 | 8.30 | 7.64 | 8.07 | 10.0 | 80.7 |
| 2-氯苯胺 | ND | 8.94 | 8.18 | 8.15 | 8.20 | 8.54 | 8.02 | 8.34 | 10.0 | 83.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 9.36 | 8.64 | 8.61 | 8.62 | 8.98 | 8.43 | 8.77 | 10.0 | 87.7 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 8.83 | 8.07 | 8.04 | 8.05 | 8.43 | 7.93 | 8.23 | 10.0 | 82.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 9.37 | 8.74 | 8.68 | 8.76 | 8.99 | 8.59 | 8.86 | 10.0 | 88.6 |
| 3-氯苯胺 | ND | 9.39 | 8.78 | 8.83 | 8.83 | 9.01 | 8.65 | 8.92 | 10.0 | 89.2 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 8.83 | 8.29 | 8.25 | 8.31 | 8.41 | 8.04 | 8.36 | 10.0 | 83.6 |
| 4-氯苯胺 | ND | 8.78 | 8.22 | 8.14 | 8.25 | 8.36 | 7.98 | 8.29 | 10.0 | 82.9 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 8.63 | 8.62 | 8.70 | 8.79 | 8.80 | 8.75 | 8.72 | 10.0 | 87.2 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 7.12 | 6.88 | 6.94 | 6.99 | 7.01 | 6.61 | 4.33 | 10.0 | 69.3 |
| 1-萘胺 | ND | 8.69 | 8.46 | 8.45 | 8.50 | 8.26 | 7.86 | 5.23 | 10.0 | 83.7 |
| 2-萘胺 | ND | 9.41 | 9.31 | 9.36 | 9.41 | 9.01 | 8.69 | 5.75 | 10.0 | 92.0 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 8.82 | 9.36 | 9.45 | 9.52 | 9.16 | 9.32 | 9.27 | 10.0 | 92.7 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 8.97 | 8.38 | 8.41 | 9.52 | 9.06 | 9.11 | 8.91 | 10.0 | 89.1 |
| 联苯胺 | ND | 6.21 | 6.92 | 7.04 | 7.27 | 6.49 | 6.86 | 6.80 | 10.0 | 68.0 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 7.00 | 8.65 | 8.79 | 8.88 | 6.92 | 7.70 | 5.71 | 10.0 | 79.9 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 7.90 | 8.07 | 8.12 | 8.31 | 8.04 | 8.16 | 8.10 | 10.0 | 81.0 |

附表 1-97 土壤 2 加标 10.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值(mg/kg) | 加标浓度(mg/kg) | 加标回收率(%) |
|--------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|------------|-------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 7.53 | 8.66 | 7.70 | 8.25 | 8.60 | 8.38 | 8.19 | 10.0 | 81.9 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 7.62 | 8.66 | 7.83 | 8.54 | 8.90 | 8.37 | 8.32 | 10.0 | 83.2 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 7.78 | 8.79 | 7.96 | 8.70 | 9.03 | 8.64 | 8.48 | 10.0 | 84.8 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 7.76 | 8.77 | 7.94 | 8.76 | 8.99 | 8.58 | 8.47 | 10.0 | 84.7 |
| 2-氯苯胺 | ND | 7.73 | 8.83 | 7.94 | 8.72 | 9.06 | 8.57 | 8.47 | 10.0 | 84.8 |

| | | | | | | | | | | |
|------------------------------------|----|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 7.74 | 8.72 | 7.87 | 8.76 | 9.10 | 8.51 | 8.45 | 10.0 | 84.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 7.72 | 8.73 | 7.79 | 8.71 | 9.00 | 8.44 | 8.40 | 10.0 | 84.0 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 7.65 | 8.58 | 7.88 | 8.90 | 9.09 | 8.43 | 8.42 | 10.0 | 84.2 |
| 3-氯苯胺 | ND | 7.97 | 9.10 | 8.17 | 8.75 | 8.76 | 8.33 | 8.51 | 10.0 | 85.1 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 7.70 | 8.90 | 8.07 | 8.54 | 8.55 | 8.09 | 8.31 | 10.0 | 83.1 |
| 4-氯苯胺 | ND | 7.71 | 8.75 | 8.00 | 8.54 | 8.52 | 8.10 | 8.27 | 10.0 | 82.7 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 7.80 | 9.16 | 8.49 | 9.30 | 9.54 | 9.13 | 8.90 | 10.0 | 89.0 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 6.54 | 8.25 | 8.13 | 8.96 | 9.08 | 8.52 | 8.25 | 10.0 | 82.5 |
| 1-萘胺 | ND | 5.55 | 6.53 | 6.64 | 8.01 | 8.15 | 5.93 | 6.85 | 10.0 | 68.0 |
| 2-萘胺 | ND | 5.69 | 6.50 | 6.70 | 7.68 | 7.73 | 6.83 | 6.86 | 10.0 | 68.6 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 8.53 | 9.52 | 9.43 | 9.67 | 9.79 | 9.73 | 9.45 | 10.0 | 94.5 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 8.66 | 9.34 | 9.47 | 9.63 | 9.46 | 9.53 | 9.35 | 10.0 | 93.5 |
| 联苯胺 | ND | 6.74 | 6.99 | 7.26 | 8.14 | 8.25 | 7.56 | 6.57 | 10.0 | 74.9 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 5.87 | 6.38 | 7.40 | 8.62 | 8.33 | 7.77 | 6.49 | 10.0 | 74.0 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 7.99 | 8.62 | 9.04 | 8.94 | 8.89 | 8.85 | 8.72 | 10.0 | 87.2 |

附表 1-98 土壤 2 加标 10.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 8.40 | 8.12 | 8.41 | 8.92 | 7.29 | 7.94 | 8.18 | 10.0 | 81.8 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 8.13 | 7.87 | 8.04 | 8.61 | 7.17 | 7.81 | 7.94 | 10.0 | 79.4 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 8.64 | 8.60 | 8.67 | 9.36 | 7.78 | 8.24 | 8.55 | 10.0 | 85.5 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 8.68 | 8.53 | 8.71 | 9.34 | 7.71 | 8.36 | 8.56 | 10.0 | 85.6 |
| 2-氯苯胺 | ND | 8.51 | 8.54 | 8.56 | 9.32 | 7.71 | 8.09 | 8.45 | 10.0 | 84.6 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 8.11 | 7.97 | 8.13 | 8.65 | 7.52 | 7.87 | 8.04 | 10.0 | 80.4 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 8.69 | 8.62 | 8.71 | 9.44 | 7.94 | 8.34 | 8.62 | 10.0 | 86.2 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 9.31 | 9.25 | 9.39 | 9.95 | 8.49 | 9.03 | 9.24 | 10.0 | 92.4 |
| 3-氯苯胺 | ND | 9.39 | 9.34 | 9.31 | 9.93 | 8.67 | 9.03 | 9.28 | 10.0 | 92.8 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 9.01 | 8.92 | 9.41 | 9.87 | 8.21 | 9.03 | 9.07 | 10.0 | 90.8 |
| 4-氯苯胺 | ND | 9.08 | 8.84 | 9.44 | 9.91 | 8.26 | 9.12 | 9.11 | 10.0 | 91.1 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 9.25 | 9.04 | 9.65 | 9.93 | 8.62 | 9.35 | 9.31 | 10.0 | 93.1 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 9.05 | 8.66 | 9.46 | 9.84 | 8.38 | 9.20 | 9.10 | 10.0 | 91.0 |
| 1-萘胺 | ND | 9.12 | 8.49 | 9.37 | 9.61 | 8.24 | 9.27 | 9.02 | 10.0 | 90.2 |
| 2-萘胺 | ND | 8.97 | 8.18 | 9.11 | 9.38 | 8.02 | 9.13 | 8.80 | 10.0 | 88.0 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 9.00 | 8.10 | 9.37 | 9.83 | 7.93 | 9.17 | 8.90 | 10.0 | 89.0 |

| | | | | | | | | | | |
|-------------|----|------|------|------|-------|------|------|------|------|------|
| 4-氨基联苯胺 | ND | 9.03 | 8.08 | 9.35 | 9.64 | 8.01 | 9.30 | 8.90 | 10.0 | 89.0 |
| 联苯胺 | ND | 6.70 | 5.31 | 7.00 | 7.15 | 5.97 | 7.92 | 6.67 | 10.0 | 66.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 7.14 | 6.11 | 7.49 | 7.34 | 6.57 | 8.43 | 7.05 | 10.0 | 71.8 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 8.57 | 7.37 | 9.29 | 10.00 | 7.75 | 9.69 | 8.78 | 10.0 | 87.8 |

附表 1-99 土壤 2 加标 10.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 9.47 | 10.1 | 8.63 | 8.15 | 8.22 | 8.88 | 8.91 | 10.0 | 89.1 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 9.64 | 10.2 | 8.86 | 8.26 | 8.29 | 9.09 | 9.05 | 10.0 | 90.6 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 9.62 | 10.2 | 8.83 | 8.26 | 8.35 | 9.06 | 9.05 | 10.0 | 90.5 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 9.69 | 10.1 | 8.85 | 8.21 | 8.23 | 9.00 | 9.02 | 10.0 | 90.1 |
| 2-氯苯胺 | ND | 9.77 | 10.3 | 8.99 | 8.45 | 8.46 | 9.17 | 9.19 | 10.0 | 91.9 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 9.86 | 10.3 | 9.11 | 8.39 | 8.42 | 9.22 | 9.22 | 10.0 | 92.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 9.78 | 10.3 | 9.00 | 8.35 | 8.38 | 9.13 | 9.15 | 10.0 | 91.6 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 9.85 | 10.3 | 9.10 | 8.29 | 8.32 | 9.18 | 9.17 | 10.0 | 91.7 |
| 3-氯苯胺 | ND | 10.3 | 10.6 | 9.46 | 8.84 | 8.79 | 9.61 | 9.60 | 10.0 | 96.0 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 7.43 | 8.29 | 7.14 | 6.38 | 6.13 | 8.18 | 6.96 | 10.0 | 72.6 |
| 4-氯苯胺 | ND | 10.2 | 10.6 | 9.45 | 8.77 | 8.72 | 9.56 | 9.54 | 10.0 | 95.5 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 10.9 | 11.6 | 10.2 | 9.52 | 9.26 | 10.3 | 10.3 | 10.0 | 103 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 9.51 | 10.6 | 8.87 | 8.02 | 8.02 | 8.96 | 8.99 | 10.0 | 90.0 |
| 1-萘胺 | ND | 6.67 | 8.13 | 7.26 | 6.49 | 6.78 | 6.41 | 5.97 | 10.0 | 69.6 |
| 2-萘胺 | ND | 7.6 | 8.75 | 7.33 | 6.32 | 6.29 | 7.15 | 7.24 | 10.0 | 72.4 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 11.3 | 11.4 | 9.93 | 9.30 | 9.62 | 10.4 | 10.3 | 10.0 | 103 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 11.2 | 11.4 | 10.1 | 9.26 | 9.51 | 10.4 | 10.3 | 10.0 | 103 |
| 联苯胺 | ND | 7.60 | 8.54 | 6.83 | 6.24 | 6.66 | 7.18 | 5.13 | 10.0 | 71.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 6.94 | 8.68 | 6.20 | 6.26 | 6.58 | 7.14 | 6.11 | 10.0 | 69.7 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 10.5 | 10.3 | 9.05 | 8.61 | 9.09 | 10.1 | 9.60 | 10.0 | 96.1 |

附表 1-100~附表 1-105 为 6 家验证实验室对土壤 3 加标高浓度样品中的目标化合物进行测定的正确度测试数据。

附表 1-100 土壤 3 加标 50.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|-------------------------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 41.2 | 37.3 | 42.2 | 41.2 | 37.4 | 42.4 | 40.3 | 50.0 | 80.6 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 39.1 | 37.6 | 43.4 | 39.2 | 39.4 | 44.2 | 40.5 | 50.0 | 81.0 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 38.9 | 36.8 | 42.7 | 38.9 | 39.0 | 43.6 | 40.0 | 50.0 | 80.0 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 40.2 | 37.0 | 42.8 | 40.3 | 39.4 | 43.9 | 40.6 | 50.0 | 81.2 |
| 2-氯苯胺 | ND | 39.7 | 36.5 | 42.7 | 39.8 | 39.2 | 44.0 | 40.3 | 50.0 | 80.6 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 38.5 | 36.7 | 43.8 | 38.5 | 40.1 | 44.6 | 40.4 | 50.0 | 80.7 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 37.4 | 36.0 | 42.6 | 37.4 | 39.4 | 43.9 | 39.5 | 50.0 | 78.9 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 43.3 | 36.7 | 44.2 | 43.6 | 40.7 | 45.8 | 42.4 | 50.0 | 84.8 |
| 3-氯苯胺 | ND | 43.6 | 37.3 | 44.8 | 43.7 | 41.6 | 46.7 | 43.0 | 50.0 | 85.9 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 44.6 | 37.3 | 45.1 | 38.8 | 42.0 | 47.2 | 42.5 | 50.0 | 85.0 |
| 4-氯苯胺 | ND | 44.3 | 37.1 | 44.8 | 38.4 | 41.4 | 46.7 | 42.1 | 50.0 | 84.2 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 35.5 | 39.6 | 38.3 | 35.8 | 46.3 | 39.8 | 39.2 | 50.0 | 78.4 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 39.5 | 40.9 | 43.6 | 39.6 | 42.0 | 43.6 | 41.5 | 50.0 | 83.1 |
| 1-萘胺 | ND | 34.3 | 37.2 | 36.1 | 34.2 | 38.0 | 36.5 | 36.1 | 50.0 | 72.1 |
| 2-萘胺 | ND | 36.4 | 39.6 | 43.6 | 36.0 | 40.6 | 44.4 | 40.1 | 50.0 | 80.2 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 51.1 | 41.6 | 49.0 | 50.6 | 42.8 | 49.3 | 47.4 | 50.0 | 94.8 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 47.6 | 41.0 | 47.6 | 46.2 | 42.8 | 48.2 | 45.6 | 50.0 | 91.1 |
| 联苯胺 | ND | 48.5 | 39.7 | 46.7 | 47.5 | 41.6 | 47.9 | 45.3 | 50.0 | 90.6 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 45.0 | 34.6 | 36.6 | 43.6 | 37.8 | 37.3 | 39.2 | 50.0 | 78.3 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 48.2 | 37.4 | 46.6 | 46.6 | 41.5 | 48.0 | 44.7 | 50.0 | 89.4 |

附表 1-101 土壤 3 加标 50.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|--------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 43.8 | 37.4 | 47.5 | 50.5 | 45.7 | 41.0 | 44.3 | 50.0 | 88.6 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 43.7 | 38.1 | 47.5 | 50.4 | 45.4 | 41.3 | 44.4 | 50.0 | 88.8 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 42.7 | 37.4 | 46.6 | 49.5 | 44.7 | 40.7 | 43.6 | 50.0 | 87.2 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 42.4 | 37.2 | 46.4 | 48.9 | 44.6 | 40.6 | 43.4 | 50.0 | 86.7 |
| 2-氯苯胺 | ND | 44.5 | 38.6 | 48.2 | 51.3 | 46.1 | 42.0 | 45.1 | 50.0 | 90.2 |

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|-------------------------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 45.4 | 39.8 | 48.8 | 51.8 | 46.9 | 42.7 | 45.9 | 50.0 | 91.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 44.5 | 39.3 | 48.0 | 50.9 | 46.3 | 42.5 | 45.3 | 50.0 | 90.5 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 44.4 | 39.1 | 46.9 | 50.1 | 45.4 | 42.2 | 44.7 | 50.0 | 89.4 |
| 3-氯苯胺 | ND | 40.4 | 35.5 | 42.7 | 45.5 | 41.2 | 38.4 | 40.6 | 50.0 | 81.2 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 44.3 | 38.7 | 46.6 | 49.3 | 44.9 | 41.9 | 44.3 | 50.0 | 88.6 |
| 4-氯苯胺 | ND | 43.7 | 38.6 | 46.1 | 48.8 | 44.5 | 41.5 | 43.9 | 50.0 | 87.7 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 54.1 | 47.3 | 51.2 | 56.9 | 49.4 | 47.0 | 51.0 | 50.0 | 102 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 51.1 | 44.3 | 50.3 | 53.5 | 48.2 | 44.5 | 48.7 | 50.0 | 97.3 |
| 1-萘胺 | ND | 48.6 | 42.9 | 49.7 | 52.4 | 47.9 | 44.5 | 47.7 | 50.0 | 95.3 |
| 2-萘胺 | ND | 47.1 | 41.5 | 48.0 | 50.8 | 46.8 | 43.6 | 46.3 | 50.0 | 92.6 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 47.4 | 41.0 | 44.9 | 48.4 | 43.8 | 40.4 | 44.3 | 50.0 | 88.6 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 48.0 | 42.4 | 46.8 | 49.8 | 45.6 | 42.1 | 45.8 | 50.0 | 91.6 |
| 联苯胺 | ND | 44.0 | 35.0 | 38.8 | 42.7 | 39.0 | 34.7 | 39.0 | 50.0 | 78.1 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 44.2 | 36.6 | 38.0 | 41.2 | 38.2 | 34.2 | 38.7 | 50.0 | 77.5 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 44.1 | 35.3 | 38.4 | 40.3 | 38.5 | 34.1 | 38.5 | 50.0 | 76.9 |

附表 1-102 土壤 3 加标 50.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|-----------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 43.0 | 44.6 | 41.6 | 42.8 | 40.5 | 41.4 | 42.3 | 50.0 | 84.6 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 46.2 | 48.7 | 45.0 | 45.8 | 43.5 | 45.0 | 45.7 | 50.0 | 91.4 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 44.0 | 42.6 | 42.8 | 43.4 | 41.3 | 42.8 | 42.8 | 50.0 | 85.6 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 44.0 | 45.7 | 42.6 | 43.1 | 41.1 | 42.4 | 43.2 | 50.0 | 86.3 |
| 2-氯苯胺 | ND | 43.6 | 46.1 | 42.3 | 43.4 | 41.2 | 42.2 | 43.1 | 50.0 | 86.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 46.5 | 44.2 | 45.6 | 46.5 | 44.2 | 45.4 | 45.4 | 50.0 | 90.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 42.9 | 46.9 | 41.9 | 43.0 | 41.0 | 42.1 | 43.0 | 50.0 | 85.9 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 47.5 | 45.3 | 46.5 | 47.1 | 45.1 | 46.3 | 46.3 | 50.0 | 92.6 |
| 3-氯苯胺 | ND | 46.9 | 44.5 | 46.0 | 46.4 | 44.6 | 45.8 | 45.7 | 50.0 | 91.4 |

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|------------------------------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 43.7 | 44.0 | 42.5 | 43.4 | 41.4 | 42.6 | 42.9 | 50.0 | 85.9 |
| 4-氯苯胺 | ND | 43.6 | 47.5 | 38.7 | 43.3 | 45.6 | 44.6 | 43.9 | 50.0 | 87.8 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 39.9 | 42.1 | 37.3 | 39.5 | 38.2 | 38.7 | 39.3 | 50.0 | 78.6 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 35.9 | 41.0 | 35.5 | 35.9 | 34.9 | 35.7 | 36.5 | 50.0 | 73.0 |
| 1-萘胺 | ND | 41.4 | 38.1 | 35.0 | 36.7 | 37.5 | 35.7 | 37.4 | 50.0 | 74.8 |
| 2-萘胺 | ND | 37.2 | 39.8 | 36.4 | 38.0 | 37.0 | 39.7 | 38.0 | 50.0 | 76.0 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 41.5 | 43.0 | 40.4 | 41.1 | 40.1 | 40.4 | 41.1 | 50.0 | 82.2 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 41.7 | 45.9 | 41.0 | 42.1 | 40.9 | 41.6 | 42.2 | 50.0 | 84.4 |
| 联苯胺 | ND | 38.0 | 43.9 | 39.2 | 38.3 | 38.0 | 39.2 | 39.4 | 50.0 | 78.9 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 39.2 | 42.8 | 38.4 | 37.2 | 39.0 | 38.4 | 39.2 | 50.0 | 78.3 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 40.8 | 43.8 | 40.0 | 40.8 | 39.9 | 40.5 | 41.0 | 50.0 | 81.9 |

附表 1-103 土壤 3 加标 50.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|------------------------------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 42.6 | 42.9 | 39.8 | 40.0 | 40.8 | 45.3 | 41.9 | 50.0 | 83.8 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 42.9 | 43.3 | 39.9 | 39.9 | 40.7 | 45.3 | 42.0 | 50.0 | 84.0 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 43.3 | 43.5 | 40.2 | 40.4 | 41.0 | 45.6 | 42.3 | 50.0 | 84.7 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 43.8 | 44.1 | 41.0 | 40.5 | 41.1 | 46.0 | 42.8 | 50.0 | 85.5 |
| 2-氯苯胺 | ND | 40.5 | 42.1 | 40.0 | 40.9 | 39.7 | 46.2 | 41.6 | 50.0 | 83.1 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 42.2 | 43.1 | 39.5 | 39.7 | 40.3 | 45.0 | 41.6 | 50.0 | 83.3 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 41.9 | 42.4 | 39.0 | 39.2 | 40.0 | 44.3 | 41.1 | 50.0 | 82.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 43.1 | 44.5 | 40.7 | 40.6 | 40.8 | 45.8 | 42.6 | 50.0 | 85.2 |
| 3-氯苯胺 | ND | 43.5 | 43.8 | 37.5 | 37.7 | 39.5 | 42.6 | 40.8 | 50.0 | 81.5 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 40.3 | 41.8 | 36.7 | 37.3 | 38.1 | 42.0 | 39.4 | 50.0 | 78.7 |
| 4-氯苯胺 | ND | 41.5 | 41.7 | 35.9 | 36.4 | 38.2 | 41.2 | 39.2 | 50.0 | 78.3 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 38.2 | 46.7 | 46.0 | 44.8 | 44.9 | 50.3 | 45.2 | 50.0 | 90.3 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 43.5 | 48.1 | 45.7 | 45.4 | 45.4 | 48.8 | 46.2 | 50.0 | 92.3 |
| 1-萘胺 | ND | 45.7 | 46.0 | 45.0 | 44.2 | 42.2 | 46.4 | 44.9 | 50.0 | 89.8 |
| 2-萘胺 | ND | 44.2 | 46.6 | 44.6 | 42.2 | 41.8 | 45.7 | 44.2 | 50.0 | 88.4 |

| | | | | | | | | | | |
|-------------|----|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 4-硝基苯胺 | ND | 43.5 | 47.8 | 45.8 | 45.4 | 44.1 | 47.5 | 45.7 | 50.0 | 91.4 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 46.5 | 48.6 | 46.9 | 46.3 | 44.2 | 47.0 | 46.6 | 50.0 | 93.2 |
| 联苯胺 | ND | 43.1 | 47.2 | 45.4 | 44.4 | 41.5 | 45.0 | 44.4 | 50.0 | 88.9 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 44.0 | 49.7 | 47.3 | 45.8 | 44.0 | 47.1 | 46.3 | 50.0 | 92.6 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 43.0 | 46.4 | 43.6 | 43.1 | 42.3 | 44.6 | 43.8 | 50.0 | 87.7 |

附表 1-104 土壤 3 加标 50.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|-------------------------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 40.1 | 42.0 | 48.1 | 38.3 | 32.4 | 36.7 | 39.6 | 50.0 | 79.2 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 42.0 | 42.6 | 49.5 | 40.4 | 34.6 | 39.3 | 41.4 | 50.0 | 82.8 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 42.8 | 43.5 | 50.9 | 41.3 | 35.5 | 39.9 | 42.3 | 50.0 | 84.6 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 43.5 | 44.1 | 51.2 | 42.0 | 36.4 | 40.9 | 43.0 | 50.0 | 86.0 |
| 2-氯苯胺 | ND | 43.0 | 42.2 | 50.3 | 41.0 | 35.1 | 39.0 | 41.8 | 50.0 | 83.5 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 43.4 | 41.9 | 51.1 | 42.0 | 35.6 | 39.4 | 42.2 | 50.0 | 84.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 43.8 | 42.2 | 51.0 | 42.1 | 35.6 | 39.2 | 42.3 | 50.0 | 84.6 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 46.5 | 46.1 | 52.6 | 44.6 | 39.8 | 44.1 | 45.6 | 50.0 | 91.2 |
| 3-氯苯胺 | ND | 46.9 | 46.1 | 53.7 | 45.4 | 40.7 | 44.6 | 46.2 | 50.0 | 92.5 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 45.5 | 45.5 | 50.6 | 42.7 | 38.5 | 41.9 | 44.1 | 50.0 | 88.2 |
| 4-氯苯胺 | ND | 45.5 | 45.5 | 50.4 | 42.3 | 38.5 | 41.7 | 44.0 | 50.0 | 88.0 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 48.8 | 45.8 | 50.8 | 45.3 | 44.0 | 45.5 | 46.7 | 50.0 | 93.4 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 49.9 | 47.2 | 50.9 | 45.6 | 45.9 | 47.5 | 47.8 | 50.0 | 95.7 |
| 1-萘胺 | ND | 50.1 | 44.7 | 51.5 | 45.4 | 42.7 | 43.8 | 46.4 | 50.0 | 92.7 |
| 2-萘胺 | ND | 50.1 | 44.5 | 51.9 | 45.9 | 43.0 | 44.1 | 46.6 | 50.0 | 93.2 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 51.3 | 47.5 | 51.3 | 45.9 | 47.2 | 48.5 | 48.6 | 50.0 | 97.2 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 48.5 | 43.7 | 51.3 | 43.4 | 38.7 | 42.8 | 44.7 | 50.0 | 89.5 |
| 联苯胺 | ND | 49.8 | 42.8 | 49.9 | 43.7 | 44.8 | 43.1 | 45.7 | 50.0 | 91.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 45.9 | 39.3 | 47.0 | 39.4 | 37.5 | 38.3 | 41.2 | 50.0 | 82.5 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 43.6 | 38.9 | 43.0 | 34.4 | 32.0 | 37.1 | 38.2 | 50.0 | 76.3 |

附表 1-105 土壤 3 加标 50.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值(mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率(%) |
|---------------------------------------|--------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 38.6 | 38.6 | 39.2 | 36.0 | 40.8 | 33.4 | 37.8 | 50.0 | 75.5 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 40.6 | 40.1 | 36.1 | 36.9 | 36.3 | 33.9 | 37.3 | 50.0 | 74.6 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 39.7 | 39.7 | 35.5 | 36.6 | 36.0 | 44.1 | 38.6 | 50.0 | 77.2 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 40.7 | 40.4 | 36.7 | 37.1 | 36.7 | 34.2 | 37.6 | 50.0 | 75.3 |
| 2-氯苯胺 | ND | 36.6 | 36.6 | 41.9 | 35.8 | 36.9 | 38.3 | 37.7 | 50.0 | 75.4 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 43.1 | 42.3 | 38.2 | 38.6 | 38.8 | 36.1 | 39.5 | 50.0 | 79.0 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 43.4 | 43.1 | 38.6 | 38.9 | 39.2 | 36.6 | 40.0 | 50.0 | 79.9 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 44.3 | 44.3 | 39.4 | 39.1 | 40.1 | 37.1 | 40.7 | 50.0 | 81.4 |
| 3-氯苯胺 | ND | 45.6 | 45.4 | 40.3 | 40.4 | 41.1 | 38.2 | 41.8 | 50.0 | 83.7 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 40.4 | 40.4 | 37.9 | 38.8 | 41.6 | 41.9 | 40.2 | 50.0 | 80.3 |
| 4-氯苯胺 | ND | 45.4 | 45.3 | 40.1 | 40.1 | 41.3 | 38.6 | 41.8 | 50.0 | 83.6 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 42.6 | 41.7 | 39.4 | 42.5 | 43.2 | 44.8 | 42.4 | 50.0 | 84.7 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 47.8 | 48.0 | 42.9 | 43.7 | 41.1 | 39.2 | 43.8 | 50.0 | 87.6 |
| 1-萘胺 | ND | 46.6 | 46.9 | 42.2 | 43.2 | 40.3 | 38.9 | 43.0 | 50.0 | 86.0 |
| 2-萘胺 | ND | 40.8 | 41.1 | 36.4 | 38.0 | 38.3 | 34.3 | 38.2 | 50.0 | 76.3 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 49.9 | 50.2 | 43.4 | 43.5 | 42.8 | 42.0 | 45.3 | 50.0 | 90.6 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 43.2 | 43.2 | 38.9 | 41.7 | 42.5 | 45.9 | 42.6 | 50.0 | 85.1 |
| 联苯胺 | ND | 39.5 | 40.0 | 33.9 | 36.4 | 37.0 | 39.7 | 37.8 | 50.0 | 75.5 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 42.8 | 33.7 | 42.5 | 30.8 | 36.4 | 42.3 | 38.1 | 50.0 | 76.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 46.8 | 46.6 | 38.2 | 38.6 | 37.9 | 36.6 | 40.8 | 50.0 | 81.6 |

附表 1-106~附表 1-111 为 6 家验证实验室对土壤 4 加标高浓度样品中的目标化合物进行测定的正确度测试数据。

附表 1-106 土壤 4 加标 50.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|--------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 38.6 | 35.2 | 38.6 | 34.6 | 38.5 | 35.1 | 36.8 | 50.0 | 73.5 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 41.6 | 37.3 | 41.3 | 36.0 | 40.1 | 36.4 | 38.8 | 50.0 | 77.6 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2-甲基苯胺 | ND | 42.0 | 38.3 | 41.9 | 35.8 | 40.4 | 36.3 | 39.1 | 50.0 | 78.2 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 42.0 | 37.7 | 42.0 | 35.7 | 40.1 | 36.1 | 38.9 | 50.0 | 77.9 |
| 2-氯苯胺 | ND | 44.3 | 39.4 | 43.8 | 36.9 | 41.6 | 37.3 | 40.6 | 50.0 | 81.1 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 44.3 | 38.6 | 43.5 | 36.4 | 41.3 | 37.0 | 40.2 | 50.0 | 80.4 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 44.8 | 39.7 | 44.0 | 36.4 | 41.3 | 36.7 | 40.5 | 50.0 | 81.0 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 46.0 | 39.8 | 45.1 | 37.0 | 42.5 | 37.4 | 41.3 | 50.0 | 82.6 |
| 3-氯苯胺 | ND | 47.1 | 40.7 | 46.3 | 37.4 | 43.2 | 38.2 | 42.2 | 50.0 | 84.3 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 47.5 | 41.3 | 46.3 | 37.1 | 43.2 | 38.2 | 42.3 | 50.0 | 84.5 |
| 4-氯苯胺 | ND | 47.2 | 40.8 | 45.9 | 37.1 | 43.1 | 37.6 | 42.0 | 50.0 | 83.9 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 52.5 | 44.8 | 53.4 | 40.1 | 47.5 | 42.5 | 46.8 | 50.0 | 93.6 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 41.3 | 41.7 | 42.2 | 40.1 | 41.1 | 40.6 | 41.2 | 50.0 | 82.3 |
| 1-萘胺 | ND | 40.4 | 40.4 | 41.1 | 38.8 | 39.7 | 38.9 | 39.9 | 50.0 | 79.8 |
| 2-萘胺 | ND | 40.0 | 40.6 | 40.6 | 38.0 | 39.1 | 38.2 | 39.4 | 50.0 | 78.8 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 42.9 | 45.6 | 44.4 | 40.7 | 42.5 | 41.4 | 42.9 | 50.0 | 85.8 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 39.8 | 43.4 | 40.7 | 38.2 | 38.0 | 38.6 | 39.8 | 50.0 | 79.6 |
| 联苯胺 | ND | 36.4 | 41.0 | 37.9 | 33.7 | 36.1 | 34.5 | 36.6 | 50.0 | 73.2 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 34.3 | 39.8 | 35.2 | 31.7 | 32.7 | 33.3 | 34.5 | 50.0 | 69.0 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 40.4 | 45.3 | 41.1 | 35.2 | 39.2 | 37.9 | 39.9 | 50.0 | 79.7 |

附表 1-107 土壤 4 加标 50.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 55.8 | 54.2 | 46.4 | 43.6 | 54.7 | 54.0 | 51.5 | 50.0 | 103 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 57.0 | 55.9 | 47.1 | 44.4 | 54.9 | 54.3 | 52.3 | 50.0 | 105 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 56.0 | 55.0 | 46.3 | 42.8 | 53.8 | 53.5 | 51.2 | 50.0 | 102 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 56.4 | 55.6 | 45.8 | 42.6 | 53.6 | 53.0 | 51.2 | 50.0 | 102 |
| 2-氯苯胺 | ND | 56.3 | 54.8 | 48.4 | 45.2 | 56.2 | 55.4 | 52.7 | 50.0 | 105 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 56.8 | 55.8 | 49.4 | 46.3 | 56.8 | 56.4 | 53.6 | 50.0 | 107 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 56.1 | 55.2 | 48.2 | 45.1 | 56.4 | 55.3 | 52.7 | 50.0 | 105 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 55.8 | 54.4 | 47.7 | 44.8 | 55.4 | 55.0 | 52.2 | 50.0 | 104 |
| 3-氯苯胺 | ND | 56.3 | 55.1 | 44.4 | 41.6 | 51.1 | 50.6 | 49.9 | 50.0 | 99.7 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 54.9 | 53.8 | 46.6 | 43.8 | 54.8 | 53.8 | 51.3 | 50.0 | 103 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|-------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 代物) | | | | | | | | | | |
| 4-氯苯胺 | ND | 54.3 | 53.4 | 46.2 | 43.5 | 54.0 | 52.8 | 50.7 | 50.0 | 101 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 54.0 | 52.8 | 56.2 | 53.9 | 61.3 | 61.9 | 56.7 | 50.0 | 113 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 54.3 | 54.2 | 52.6 | 50.4 | 58.1 | 57.9 | 54.6 | 50.0 | 109 |
| 1-萘胺 | ND | 52.8 | 52.2 | 48.6 | 45.3 | 54.8 | 55.0 | 51.5 | 50.0 | 103 |
| 2-萘胺 | ND | 52.0 | 51.8 | 47.2 | 44.2 | 53.3 | 53.2 | 50.3 | 50.0 | 101 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 50.1 | 50.2 | 47.9 | 46.3 | 51.8 | 51.9 | 49.7 | 50.0 | 99.4 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 50.1 | 50.3 | 46.3 | 43.5 | 50.9 | 51.0 | 48.7 | 50.0 | 97.4 |
| 联苯胺 | ND | 42.7 | 44.7 | 42.0 | 42.3 | 40.0 | 42.2 | 42.3 | 50.0 | 84.6 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 42.4 | 45.1 | 41.4 | 45.1 | 40.9 | 40.9 | 42.6 | 50.0 | 85.3 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 43.4 | 46.5 | 42.6 | 47.4 | 41.4 | 41.0 | 43.7 | 50.0 | 87.4 |

附表 1-108 土壤 4 加标 50.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 40.0 | 37.0 | 40.8 | 40.3 | 38.7 | 41.5 | 39.7 | 50.0 | 79.4 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 42.2 | 38.6 | 40.3 | 39.4 | 38.2 | 43.3 | 40.3 | 50.0 | 80.7 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 43.6 | 41.6 | 44.2 | 44.0 | 41.4 | 43.1 | 43.0 | 50.0 | 86.0 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 39.1 | 37.7 | 39.5 | 39.0 | 37.4 | 38.8 | 38.6 | 50.0 | 77.2 |
| 2-氯苯胺 | ND | 43.7 | 41.1 | 44.2 | 43.7 | 40.9 | 43.3 | 42.8 | 50.0 | 85.6 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 43.3 | 41.6 | 44.5 | 43.6 | 41.8 | 43.5 | 43.1 | 50.0 | 86.1 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 43.8 | 41.3 | 44.7 | 44.0 | 41.2 | 43.6 | 43.1 | 50.0 | 86.2 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 44.9 | 42.6 | 46.1 | 45.3 | 42.7 | 44.8 | 44.4 | 50.0 | 88.8 |
| 3-氯苯胺 | ND | 43.8 | 42.1 | 45.9 | 44.3 | 41.9 | 44.3 | 43.7 | 50.0 | 87.4 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 39.9 | 38.1 | 41.3 | 40.0 | 37.8 | 39.7 | 39.5 | 50.0 | 78.9 |
| 4-氯苯胺 | ND | 40.1 | 38.2 | 41.3 | 40.1 | 37.9 | 39.8 | 39.6 | 50.0 | 79.1 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 46.0 | 43.3 | 44.3 | 46.1 | 43.5 | 46.5 | 45.0 | 50.0 | 89.9 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 39.2 | 42.3 | 36.8 | 36.4 | 38.0 | 39.4 | 38.7 | 50.0 | 77.4 |
| 1-萘胺 | ND | 41.1 | 43.7 | 40.0 | 41.6 | 42.5 | 41.0 | 41.7 | 50.0 | 83.3 |
| 2-萘胺 | ND | 39.4 | 40.3 | 37.7 | 40.0 | 39.1 | 39.2 | 39.3 | 50.0 | 78.6 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 48.1 | 46.3 | 46.8 | 48.7 | 45.4 | 47.8 | 47.2 | 50.0 | 94.4 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 39.9 | 38.4 | 38.3 | 40.4 | 37.0 | 39.6 | 38.9 | 50.0 | 77.9 |
| 联苯胺 | ND | 42.9 | 46.0 | 42.3 | 44.3 | 44.4 | 44.3 | 44.0 | 50.0 | 88.1 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|-------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 45.1 | 49.9 | 44.7 | 46.8 | 49.1 | 46.6 | 47.0 | 50.0 | 94.1 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 45.2 | 43.3 | 41.7 | 44.1 | 43.1 | 48.2 | 44.3 | 50.0 | 88.5 |

附表 1-109 土壤 4 加标 50.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 33.5 | 34.4 | 37.6 | 36.7 | 34.4 | 40.9 | 36.3 | 50.0 | 72.5 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 32.3 | 33.1 | 36.0 | 34.9 | 32.5 | 38.6 | 34.6 | 50.0 | 69.1 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 36.5 | 36.6 | 40.3 | 39.4 | 36.4 | 42.7 | 38.7 | 50.0 | 77.3 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 34.9 | 35.2 | 38.1 | 37.4 | 34.7 | 40.4 | 36.8 | 50.0 | 73.6 |
| 2-氯苯胺 | ND | 34.2 | 33.8 | 39.0 | 39.6 | 36.8 | 42.4 | 37.6 | 50.0 | 75.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 36.8 | 35.8 | 39.0 | 37.9 | 35.5 | 41.4 | 37.7 | 50.0 | 75.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 38.0 | 37.3 | 40.8 | 40.1 | 37.2 | 43.1 | 39.4 | 50.0 | 78.8 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 38.0 | 35.7 | 39.5 | 38.3 | 36.1 | 41.3 | 38.2 | 50.0 | 76.3 |
| 3-氯苯胺 | ND | 39.5 | 36.9 | 40.5 | 38.6 | 37.5 | 45.6 | 39.8 | 50.0 | 79.5 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 35.4 | 32.0 | 35.8 | 34.4 | 33.6 | 40.9 | 35.4 | 50.0 | 70.7 |
| 4-氯苯胺 | ND | 37.7 | 35.2 | 37.9 | 35.9 | 35.3 | 42.5 | 37.4 | 50.0 | 74.8 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 38.4 | 32.0 | 40.3 | 38.4 | 39.6 | 45.2 | 39.0 | 50.0 | 78.0 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 45.0 | 36.0 | 41.7 | 38.4 | 40.6 | 46.6 | 41.4 | 50.0 | 82.8 |
| 1-萘胺 | ND | 35.2 | 31.4 | 33.0 | 37.5 | 35.1 | 45.6 | 36.3 | 50.0 | 72.6 |
| 2-萘胺 | ND | 38.1 | 31.2 | 33.8 | 32.0 | 36.3 | 43.1 | 35.8 | 50.0 | 71.5 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 45.3 | 35.9 | 43.3 | 41.0 | 41.4 | 45.1 | 42.0 | 50.0 | 84.0 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 40.0 | 32.9 | 37.3 | 37.1 | 38.6 | 41.1 | 37.8 | 50.0 | 75.7 |
| 联苯胺 | ND | 37.0 | 33.0 | 34.6 | 34.0 | 36.2 | 39.6 | 35.7 | 50.0 | 71.5 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 35.6 | 29.5 | 32.0 | 29.2 | 32.8 | 38.8 | 33.0 | 50.0 | 66.0 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 45.5 | 39.5 | 44.3 | 42.5 | 42.4 | 46.8 | 43.5 | 50.0 | 87.0 |

附表 1-110 土壤 4 加标 50.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022年12月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 36.4 | 42.9 | 42.8 | 44.8 | 46.0 | 32.6 | 40.9 | 50.0 | 81.8 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 39.4 | 45.4 | 44.2 | 47.0 | 47.3 | 34.2 | 42.9 | 50.0 | 85.8 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 40.1 | 46.0 | 45.3 | 47.8 | 48.5 | 40.1 | 44.6 | 50.0 | 89.3 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 41.0 | 46.6 | 45.6 | 48.6 | 48.6 | 41.4 | 45.3 | 50.0 | 90.6 |
| 2-氯苯胺 | ND | 40.8 | 46.7 | 45.5 | 48.0 | 48.5 | 39.8 | 44.9 | 50.0 | 89.8 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 42.3 | 47.7 | 45.7 | 49.2 | 48.5 | 34.1 | 44.6 | 50.0 | 89.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 42.7 | 47.9 | 46.2 | 49.2 | 49.1 | 36.5 | 45.3 | 50.0 | 90.5 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 45.0 | 49.7 | 47.2 | 50.8 | 50.3 | 36.1 | 46.5 | 50.0 | 93.0 |
| 3-氯苯胺 | ND | 46.6 | 51.0 | 48.4 | 52.0 | 50.9 | 37.4 | 47.7 | 50.0 | 95.4 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 40.7 | 44.7 | 43.6 | 45.8 | 46.9 | 38.6 | 43.4 | 50.0 | 86.8 |
| 4-氯苯胺 | ND | 40.3 | 44.5 | 43.4 | 45.4 | 46.8 | 35.5 | 42.7 | 50.0 | 85.3 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 47.9 | 48.3 | 44.8 | 48.7 | 46.7 | 38.6 | 45.8 | 50.0 | 91.7 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 50.6 | 49.6 | 44.2 | 49.7 | 44.7 | 37.6 | 46.1 | 50.0 | 92.1 |
| 1-萘胺 | ND | 51.2 | 50.5 | 45.7 | 50.4 | 47.1 | 39.7 | 47.4 | 50.0 | 94.9 |
| 2-萘胺 | ND | 52.3 | 50.9 | 45.6 | 51.0 | 46.9 | 39.0 | 47.6 | 50.0 | 95.2 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 54.2 | 51.4 | 41.9 | 51.2 | 41.7 | 37.2 | 46.3 | 50.0 | 92.5 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 56.4 | 53.9 | 45.7 | 53.6 | 45.4 | 39.8 | 49.1 | 50.0 | 98.3 |
| 联苯胺 | ND | 51.2 | 44.9 | 32.5 | 45.2 | 34.9 | 35.7 | 40.7 | 50.0 | 81.5 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 49.8 | 44.4 | 32.2 | 43.9 | 35.3 | 36.1 | 40.3 | 50.0 | 80.6 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 46.4 | 41.7 | 32.2 | 40.5 | 35.4 | 36.4 | 38.8 | 50.0 | 77.5 |

附表 1-111 土壤 4 加标 50.0 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022年12月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|-----------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 39.1 | 38.0 | 36.1 | 35.7 | 35.0 | 34.8 | 36.5 | 50.0 | 72.9 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 38.4 | 37.2 | 33.1 | 35.4 | 38.5 | 34.4 | 36.2 | 50.0 | 72.3 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 42.9 | 37.9 | 41.7 | 38.1 | 36.7 | 34.8 | 38.7 | 50.0 | 77.4 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 36.8 | 36.8 | 37.0 | 37.1 | 35.9 | 35.9 | 36.6 | 50.0 | 73.2 |
| 2-氯苯胺 | ND | 43.4 | 39.1 | 38.4 | 39.9 | 36.9 | 38.2 | 39.3 | 50.0 | 78.6 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 39.7 | 39.4 | 38.8 | 39.2 | 38.2 | 38.3 | 38.9 | 50.0 | 77.9 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 44.6 | 41.6 | 40.9 | 38.6 | 42.2 | 40.3 | 41.4 | 50.0 | 82.7 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 43.1 | 41.1 | 40.5 | 37.5 | 39.8 | 39.8 | 40.3 | 50.0 | 80.6 |
| 3-氯苯胺 | ND | 45.4 | 42.2 | 41.1 | 39.4 | 40.4 | 39.8 | 41.4 | 50.0 | 82.8 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 39.8 | 42.7 | 37.3 | 39.4 | 36.1 | 38.3 | 38.9 | 50.0 | 77.9 |
| 4-氯苯胺 | ND | 41.9 | 43.9 | 41.1 | 41.1 | 38.4 | 40.8 | 41.2 | 50.0 | 82.4 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 49.9 | 49.5 | 45.1 | 44.5 | 44.9 | 44.3 | 46.4 | 50.0 | 92.7 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 44.5 | 44.7 | 41.6 | 42.4 | 43.3 | 41.2 | 43.0 | 50.0 | 85.9 |
| 1-萘胺 | ND | 35.5 | 41.5 | 40.0 | 39.4 | 38.1 | 36.9 | 38.6 | 50.0 | 77.1 |
| 2-萘胺 | ND | 34.0 | 33.9 | 38.4 | 33.6 | 33.6 | 36.7 | 35.0 | 50.0 | 70.1 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 48.6 | 49.0 | 44.7 | 45.3 | 44.7 | 45.2 | 46.3 | 50.0 | 92.5 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 41.0 | 41.3 | 38.3 | 38.6 | 38.4 | 38.6 | 39.4 | 50.0 | 78.7 |
| 联苯胺 | ND | 30.6 | 30.6 | 34.1 | 31.3 | 38.7 | 39.7 | 34.2 | 50.0 | 68.3 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 37.2 | 36.7 | 39.7 | 38.1 | 34.5 | 39.2 | 37.6 | 50.0 | 75.1 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 41.5 | 41.8 | 37.6 | 38.8 | 35.0 | 36.5 | 38.5 | 50.0 | 77.1 |

附表 1-112~附表 1-117 为 6 家验证实验室对海洋沉积物（沉积物 1）加标低浓度样品中的目标化合物进行测定的正确度测试数据。

附表 1-112 沉积物 1 加标 1.00 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------------------------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.690 | 0.660 | 0.690 | 0.710 | 0.660 | 0.720 | 0.688 | 1.00 | 68.8 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.750 | 0.730 | 0.760 | 0.800 | 0.710 | 0.770 | 0.753 | 1.00 | 75.3 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.690 | 0.670 | 0.670 | 0.710 | 0.660 | 0.720 | 0.687 | 1.00 | 68.7 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.710 | 0.710 | 0.700 | 0.750 | 0.690 | 0.740 | 0.717 | 1.00 | 71.7 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.720 | 0.720 | 0.730 | 0.770 | 0.700 | 0.750 | 0.732 | 1.00 | 73.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.720 | 0.720 | 0.720 | 0.780 | 0.690 | 0.760 | 0.732 | 1.00 | 73.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.700 | 0.710 | 0.700 | 0.750 | 0.690 | 0.730 | 0.713 | 1.00 | 71.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.720 | 0.720 | 0.730 | 0.790 | 0.690 | 0.760 | 0.735 | 1.00 | 73.5 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.710 | 0.730 | 0.730 | 0.790 | 0.700 | 0.760 | 0.737 | 1.00 | 73.7 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 0.720 | 0.710 | 0.720 | 0.780 | 0.700 | 0.750 | 0.730 | 1.00 | 73.0 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.700 | 0.700 | 0.700 | 0.780 | 0.680 | 0.740 | 0.717 | 1.00 | 71.7 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.812 | 0.756 | 0.823 | 0.666 | 0.744 | 0.609 | 0.735 | 1.00 | 73.5 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|-------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.869 | 0.704 | 0.883 | 0.731 | 0.731 | 0.828 | 0.791 | 1.00 | 79.1 |
| 1-萘胺 | ND | 0.744 | 0.677 | 0.744 | 0.812 | 0.699 | 0.790 | 0.744 | 1.00 | 74.4 |
| 2-萘胺 | ND | 0.677 | 0.609 | 0.688 | 0.767 | 0.643 | 0.767 | 0.692 | 1.00 | 69.2 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.767 | 0.677 | 0.790 | 0.654 | 0.744 | 0.643 | 0.713 | 1.00 | 71.3 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.790 | 0.744 | 0.801 | 0.846 | 0.801 | 0.869 | 0.809 | 1.00 | 80.9 |
| 联苯胺 | ND | 0.711 | 0.756 | 0.688 | 0.835 | 0.666 | 0.914 | 0.762 | 1.00 | 76.2 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.626 | 0.725 | 0.675 | 0.675 | 0.663 | 0.786 | 0.692 | 1.00 | 69.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.770 | 0.730 | 0.770 | 0.800 | 0.860 | 0.930 | 0.810 | 1.00 | 81.0 |

附表 1-113 沉积物 1 加标 1.00 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.660 | 0.660 | 0.869 | 0.648 | 0.660 | 0.648 | 0.691 | 1.00 | 69.1 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.856 | 0.856 | 1.130 | 0.856 | 0.842 | 0.842 | 0.897 | 1.00 | 89.7 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.675 | 0.663 | 0.872 | 0.663 | 0.651 | 0.651 | 0.696 | 1.00 | 69.6 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.699 | 0.688 | 0.914 | 0.677 | 0.677 | 0.677 | 0.722 | 1.00 | 72.2 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.656 | 0.672 | 0.864 | 0.672 | 0.640 | 0.656 | 0.693 | 1.00 | 69.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.677 | 0.677 | 0.902 | 0.677 | 0.643 | 0.654 | 0.705 | 1.00 | 70.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.663 | 0.650 | 0.871 | 0.663 | 0.650 | 0.650 | 0.691 | 1.00 | 69.1 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.700 | 0.737 | 0.946 | 0.700 | 0.663 | 0.675 | 0.737 | 1.00 | 73.7 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.711 | 0.847 | 1.07 | 0.798 | 0.749 | 0.737 | 0.819 | 1.00 | 81.9 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 0.780 | 0.780 | 1.05 | 0.790 | 0.750 | 0.750 | 0.817 | 1.00 | 81.7 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.770 | 0.780 | 1.03 | 0.770 | 0.750 | 0.740 | 0.807 | 1.00 | 80.7 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.700 | 0.760 | 0.880 | 0.690 | 0.630 | 0.640 | 0.717 | 1.00 | 71.7 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.770 | 0.810 | 1.040 | 0.770 | 0.720 | 0.720 | 0.805 | 1.00 | 80.5 |
| 1-萘胺 | ND | 0.637 | 0.660 | 0.803 | 0.648 | 0.662 | 0.602 | 0.669 | 1.00 | 66.9 |
| 2-萘胺 | ND | 0.760 | 0.790 | 1.04 | 0.780 | 0.730 | 0.730 | 0.805 | 1.00 | 80.5 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.790 | 0.920 | 1.03 | 0.860 | 0.720 | 0.720 | 0.840 | 1.00 | 84.0 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 1.01 | 1.08 | 1.26 | 1.08 | 0.940 | 0.940 | 1.05 | 1.00 | 105 |
| 联苯胺 | ND | 0.720 | 0.896 | 0.912 | 0.864 | 0.656 | 0.656 | 0.784 | 1.00 | 78.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.640 | 0.800 | 0.820 | 0.800 | 0.600 | 0.610 | 0.712 | 1.00 | 71.2 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------|---------------|---------------|------|-------|------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.790 | 1.02 | 0.930 | 1.01 | 0.780 | 0.770 | 0.883 | 1.00 | 88.3 |

附表 1-114 沉积物 1 加标 1.00 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心
验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.790 | 0.790 | 0.810 | 0.780 | 0.790 | 0.680 | 0.773 | 1.00 | 77.3 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.800 | 0.790 | 0.820 | 0.810 | 0.840 | 0.690 | 0.792 | 1.00 | 79.2 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.830 | 0.800 | 0.830 | 0.810 | 0.840 | 0.700 | 0.802 | 1.00 | 80.2 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.810 | 0.790 | 0.810 | 0.790 | 0.820 | 0.680 | 0.783 | 1.00 | 78.3 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.820 | 0.800 | 0.810 | 0.790 | 0.820 | 0.690 | 0.788 | 1.00 | 78.8 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.810 | 0.820 | 0.810 | 0.810 | 0.840 | 0.690 | 0.797 | 1.00 | 79.7 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.810 | 0.790 | 0.790 | 0.780 | 0.810 | 0.670 | 0.775 | 1.00 | 77.5 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.830 | 0.850 | 0.850 | 0.820 | 0.870 | 0.720 | 0.823 | 1.00 | 82.3 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.870 | 0.870 | 0.830 | 0.820 | 0.890 | 0.740 | 0.837 | 1.00 | 83.7 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 0.820 | 0.810 | 0.810 | 0.790 | 0.830 | 0.690 | 0.792 | 1.00 | 79.2 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.810 | 0.810 | 0.810 | 0.780 | 0.840 | 0.700 | 0.792 | 1.00 | 79.2 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.760 | 0.840 | 0.910 | 0.940 | 0.930 | 0.760 | 0.857 | 1.00 | 85.7 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.787 | 0.828 | 0.842 | 0.856 | 0.856 | 0.759 | 0.821 | 1.00 | 82.1 |
| 1-萘胺 | ND | 0.688 | 0.725 | 0.725 | 0.737 | 0.737 | 0.651 | 0.711 | 1.00 | 71.1 |
| 2-萘胺 | ND | 0.660 | 0.690 | 0.690 | 0.710 | 0.700 | 0.620 | 0.678 | 1.00 | 67.8 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.920 | 1.01 | 1.04 | 1.07 | 1.09 | 0.950 | 1.01 | 1.00 | 101 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.970 | 1.03 | 1.05 | 1.06 | 1.05 | 0.920 | 1.01 | 1.00 | 101 |
| 联苯胺 | ND | 0.640 | 0.820 | 0.850 | 0.870 | 0.870 | 0.630 | 0.780 | 1.00 | 78.0 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.540 | 0.710 | 0.710 | 0.720 | 0.720 | 0.600 | 0.667 | 1.00 | 66.7 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 1.08 | 1.18 | 1.19 | 1.20 | 1.21 | 1.11 | 1.16 | 1.00 | 116 |

附表 1-115 沉积物 1 加标 1.00 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司
验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定 | 加标测定值 (mg/kg) | 平均值 | 加标浓度 | 加标回 |
|-------|------|---------------|-----|------|-----|
|-------|------|---------------|-----|------|-----|

| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
|----------------------------|----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------|------|
| 苯胺 | ND | 0.830 | 0.830 | 0.820 | 0.810 | 0.750 | 0.800 | 0.807 | 1.00 | 80.7 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.800 | 0.780 | 0.810 | 0.800 | 0.730 | 0.770 | 0.782 | 1.00 | 78.2 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.830 | 0.850 | 0.840 | 0.840 | 0.780 | 0.830 | 0.828 | 1.00 | 82.8 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.830 | 0.820 | 0.820 | 0.820 | 0.760 | 0.810 | 0.810 | 1.00 | 81.0 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.830 | 0.850 | 0.830 | 0.840 | 0.760 | 0.820 | 0.822 | 1.00 | 82.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.800 | 0.800 | 0.810 | 0.820 | 0.740 | 0.780 | 0.792 | 1.00 | 79.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.830 | 0.840 | 0.850 | 0.850 | 0.770 | 0.840 | 0.830 | 1.00 | 83.0 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.840 | 0.840 | 0.850 | 0.850 | 0.780 | 0.830 | 0.832 | 1.00 | 83.2 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.860 | 0.850 | 0.960 | 0.830 | 0.790 | 0.790 | 0.847 | 1.00 | 84.7 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 0.900 | 0.860 | 0.980 | 0.850 | 0.820 | 0.820 | 0.872 | 1.00 | 87.2 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.860 | 0.820 | 0.940 | 0.800 | 0.780 | 0.770 | 0.828 | 1.00 | 82.8 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.840 | 0.890 | 1.030 | 0.920 | 0.910 | 0.920 | 0.918 | 1.00 | 91.8 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.790 | 0.820 | 0.960 | 0.850 | 0.810 | 0.870 | 0.850 | 1.00 | 85.0 |
| 1-萘胺 | ND | 0.740 | 0.740 | 0.880 | 0.770 | 0.710 | 0.740 | 0.763 | 1.00 | 76.3 |
| 2-萘胺 | ND | 0.820 | 0.780 | 0.950 | 0.850 | 0.770 | 0.790 | 0.827 | 1.00 | 82.7 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.860 | 0.870 | 1.020 | 0.910 | 0.870 | 0.920 | 0.908 | 1.00 | 90.8 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.820 | 0.830 | 0.990 | 0.860 | 0.770 | 0.830 | 0.850 | 1.00 | 85.0 |
| 联苯胺 | ND | 0.672 | 0.741 | 0.857 | 0.834 | 0.706 | 0.741 | 0.759 | 1.00 | 75.9 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.614 | 0.695 | 0.880 | 0.776 | 0.660 | 0.672 | 0.716 | 1.00 | 71.6 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.820 | 0.820 | 0.960 | 0.810 | 0.770 | 0.790 | 0.828 | 1.00 | 82.8 |

附表 1-116 沉积物 1 加标 1.00 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.780 | 0.770 | 0.750 | 0.790 | 0.720 | 0.680 | 0.748 | 1.00 | 74.8 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.750 | 0.770 | 0.740 | 0.800 | 0.730 | 0.680 | 0.745 | 1.00 | 74.5 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.810 | 0.800 | 0.770 | 0.860 | 0.760 | 0.720 | 0.787 | 1.00 | 78.7 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.820 | 0.810 | 0.780 | 0.850 | 0.780 | 0.730 | 0.795 | 1.00 | 79.5 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.780 | 0.780 | 0.760 | 0.820 | 0.770 | 0.730 | 0.773 | 1.00 | 77.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.790 | 0.780 | 0.740 | 0.820 | 0.750 | 0.720 | 0.767 | 1.00 | 76.7 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.810 | 0.820 | 0.780 | 0.870 | 0.790 | 0.750 | 0.803 | 1.00 | 80.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.850 | 0.810 | 0.770 | 0.870 | 0.810 | 0.740 | 0.808 | 1.00 | 80.8 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.860 | 0.830 | 0.800 | 0.890 | 0.840 | 0.810 | 0.838 | 1.00 | 83.8 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 0.850 | 0.800 | 0.780 | 0.820 | 0.740 | 0.690 | 0.780 | 1.00 | 78.0 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|-------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 代物) | | | | | | | | | | |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.840 | 0.820 | 0.780 | 0.830 | 0.730 | 0.690 | 0.782 | 1.00 | 78.2 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.770 | 0.670 | 0.670 | 0.690 | 0.680 | 0.620 | 0.683 | 1.00 | 68.3 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.810 | 0.710 | 0.680 | 0.700 | 0.730 | 0.650 | 0.713 | 1.00 | 71.3 |
| 1-萘胺 | ND | 0.920 | 0.800 | 0.810 | 0.810 | 0.790 | 0.720 | 0.808 | 1.00 | 80.8 |
| 2-萘胺 | ND | 0.950 | 0.820 | 0.850 | 0.820 | 0.820 | 0.750 | 0.835 | 1.00 | 83.5 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.910 | 0.740 | 0.800 | 0.690 | 0.750 | 0.680 | 0.762 | 1.00 | 76.2 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 1.050 | 0.860 | 0.920 | 0.810 | 0.830 | 0.780 | 0.875 | 1.00 | 87.5 |
| 联苯胺 | ND | 1.050 | 0.840 | 0.950 | 0.700 | 0.650 | 0.770 | 0.827 | 1.00 | 82.7 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 1.050 | 0.860 | 0.950 | 0.690 | 0.600 | 0.740 | 0.815 | 1.00 | 81.5 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 1.090 | 0.870 | 0.940 | 0.710 | 0.670 | 0.720 | 0.833 | 1.00 | 83.3 |

附表 1-117 沉积物 1 加标 1.00 mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------------------------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 0.718 | 0.660 | 0.655 | 0.660 | 0.735 | 0.712 | 0.690 | 1.00 | 69.0 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 0.694 | 0.667 | 0.657 | 0.678 | 0.736 | 0.727 | 0.693 | 1.00 | 69.3 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 0.724 | 0.701 | 0.696 | 0.713 | 0.762 | 0.791 | 0.731 | 1.00 | 73.1 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 0.709 | 0.697 | 0.697 | 0.699 | 0.759 | 0.758 | 0.720 | 1.00 | 72.0 |
| 2-氯苯胺 | ND | 0.812 | 0.762 | 0.748 | 0.796 | 0.820 | 0.813 | 0.792 | 1.00 | 79.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 0.888 | 0.722 | 0.721 | 0.741 | 0.785 | 0.777 | 0.772 | 1.00 | 77.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 0.836 | 0.718 | 0.739 | 0.754 | 0.779 | 0.763 | 0.765 | 1.00 | 76.5 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 0.831 | 0.737 | 0.731 | 0.752 | 0.801 | 0.794 | 0.774 | 1.00 | 77.4 |
| 3-氯苯胺 | ND | 0.850 | 0.765 | 0.760 | 0.788 | 0.811 | 0.796 | 0.795 | 1.00 | 79.5 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 0.855 | 0.878 | 0.923 | 0.940 | 0.988 | 0.969 | 0.926 | 1.00 | 92.6 |
| 4-氯苯胺 | ND | 0.850 | 0.694 | 0.699 | 0.716 | 0.835 | 0.824 | 0.770 | 1.00 | 77.0 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 0.767 | 0.796 | 0.794 | 0.789 | 0.820 | 0.804 | 0.795 | 1.00 | 79.5 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 0.729 | 0.713 | 0.792 | 0.747 | 0.815 | 0.752 | 0.758 | 1.00 | 75.8 |
| 1-萘胺 | ND | 0.814 | 0.831 | 0.914 | 0.881 | 0.916 | 0.910 | 0.878 | 1.00 | 87.8 |
| 2-萘胺 | ND | 0.833 | 0.880 | 0.903 | 0.875 | 0.913 | 0.930 | 0.889 | 1.00 | 88.9 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 0.797 | 0.768 | 0.843 | 0.808 | 0.835 | 0.818 | 0.812 | 1.00 | 81.2 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 0.994 | 0.920 | 1.05 | 1.02 | 1.04 | 1.15 | 1.03 | 1.00 | 103 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|-------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 联苯胺 | ND | 0.804 | 0.704 | 0.716 | 0.798 | 0.974 | 0.894 | 0.815 | 1.00 | 81.5 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 0.758 | 0.733 | 0.785 | 0.793 | 0.831 | 0.926 | 0.804 | 1.00 | 80.4 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 0.958 | 0.905 | 0.950 | 0.862 | 0.959 | 0.882 | 0.919 | 1.00 | 91.9 |

附表 1-118~附表 1-123 为 6 家验证实验室对长江沉积物（沉积物 2）加标中浓度样品中的目标化合物进行测定的正确度测试数据。

附表 1-118 沉积物 2 加标 10.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 7.64 | 6.90 | 7.13 | 7.07 | 6.87 | 7.13 | 7.12 | 10.0 | 71.2 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 7.24 | 7.45 | 7.60 | 7.26 | 6.67 | 7.59 | 7.30 | 10.0 | 73.0 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 7.20 | 6.60 | 7.53 | 7.32 | 6.66 | 7.51 | 7.14 | 10.0 | 71.4 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 7.24 | 6.68 | 6.78 | 7.34 | 6.84 | 6.75 | 6.94 | 10.0 | 69.4 |
| 2-氯苯胺 | ND | 7.25 | 6.72 | 6.70 | 7.32 | 6.89 | 6.69 | 6.93 | 10.0 | 69.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 7.31 | 6.90 | 7.63 | 7.38 | 7.27 | 6.60 | 7.18 | 10.0 | 71.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 7.27 | 7.00 | 7.43 | 7.42 | 7.21 | 7.43 | 7.29 | 10.0 | 72.9 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 7.50 | 7.36 | 6.83 | 7.58 | 6.72 | 6.81 | 7.13 | 10.0 | 71.3 |
| 3-氯苯胺 | ND | 7.72 | 6.55 | 6.85 | 7.69 | 6.95 | 6.85 | 7.10 | 10.0 | 71.0 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 7.82 | 6.75 | 7.12 | 7.79 | 6.14 | 7.12 | 7.12 | 10.0 | 71.2 |
| 4-氯苯胺 | ND | 7.73 | 6.65 | 7.08 | 7.77 | 6.04 | 7.07 | 7.06 | 10.0 | 70.6 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 8.66 | 6.61 | 6.79 | 8.28 | 7.57 | 7.00 | 7.49 | 10.0 | 74.9 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 7.71 | 6.91 | 7.19 | 7.48 | 7.07 | 7.27 | 7.27 | 10.0 | 72.7 |
| 1-萘胺 | ND | 9.61 | 8.46 | 8.62 | 9.48 | 8.56 | 8.57 | 8.88 | 10.0 | 88.8 |
| 2-萘胺 | ND | 7.43 | 6.54 | 6.82 | 7.43 | 6.60 | 6.78 | 6.93 | 10.0 | 69.3 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 8.16 | 8.15 | 8.68 | 7.96 | 8.10 | 8.71 | 8.29 | 10.0 | 82.9 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 7.90 | 7.77 | 8.39 | 7.89 | 7.62 | 8.16 | 7.96 | 10.0 | 79.6 |
| 联苯胺 | ND | 7.42 | 7.94 | 8.23 | 7.20 | 7.27 | 8.22 | 7.71 | 10.0 | 77.1 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 6.54 | 7.22 | 7.61 | 6.30 | 6.41 | 7.32 | 6.90 | 10.0 | 69.0 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 7.35 | 8.03 | 8.32 | 7.31 | 7.04 | 8.15 | 7.70 | 10.0 | 77.0 |

附表 1-119 沉积物 2 加标 10.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 6.98 | 8.30 | 7.17 | 8.35 | 7.14 | 8.38 | 7.72 | 10.0 | 77.2 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 7.40 | 9.03 | 7.56 | 9.03 | 7.94 | 9.06 | 8.34 | 10.0 | 83.4 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 6.55 | 8.01 | 6.61 | 7.97 | 6.60 | 8.07 | 7.30 | 10.0 | 73.0 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 7.03 | 8.57 | 7.32 | 8.53 | 7.25 | 8.66 | 7.89 | 10.0 | 78.9 |
| 2-氯苯胺 | ND | 7.31 | 7.96 | 5.98 | 7.93 | 5.94 | 8.01 | 7.19 | 10.0 | 71.9 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 7.87 | 8.54 | 7.18 | 8.50 | 7.14 | 8.62 | 7.98 | 10.0 | 79.8 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 7.83 | 8.65 | 6.86 | 8.58 | 6.82 | 8.73 | 7.91 | 10.0 | 79.1 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 6.87 | 8.50 | 7.22 | 8.45 | 7.27 | 8.57 | 7.81 | 10.0 | 78.1 |
| 3-氯苯胺 | ND | 7.21 | 8.88 | 7.67 | 8.76 | 7.69 | 8.95 | 8.19 | 10.0 | 81.9 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 7.74 | 7.89 | 7.48 | 7.80 | 7.46 | 8.04 | 7.74 | 10.0 | 77.4 |
| 4-氯苯胺 | ND | 6.65 | 7.84 | 7.41 | 7.71 | 7.39 | 7.93 | 7.49 | 10.0 | 74.9 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 6.82 | 8.88 | 8.72 | 8.70 | 8.73 | 9.11 | 8.49 | 10.0 | 84.9 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 7.88 | 11.30 | 11.70 | 11.10 | 11.70 | 11.50 | 10.86 | 10.0 | 108.6 |
| 1-萘胺 | ND | 8.59 | 8.00 | 7.18 | 7.87 | 7.11 | 8.00 | 7.79 | 10.0 | 77.9 |
| 2-萘胺 | ND | 6.92 | 8.19 | 7.74 | 8.06 | 7.64 | 8.20 | 7.79 | 10.0 | 77.9 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 7.43 | 9.17 | 9.85 | 8.96 | 9.82 | 9.32 | 9.09 | 10.0 | 90.9 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 6.94 | 8.05 | 7.91 | 7.92 | 7.85 | 8.16 | 7.81 | 10.0 | 78.1 |
| 联苯胺 | ND | 7.07 | 7.42 | 8.15 | 7.28 | 8.14 | 7.47 | 7.59 | 10.0 | 75.9 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 8.55 | 7.78 | 8.77 | 7.61 | 8.74 | 7.87 | 8.22 | 10.0 | 82.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 7.66 | 8.01 | 9.01 | 8.02 | 9.24 | 8.20 | 8.36 | 10.0 | 83.6 |

附表 1-120 沉积物 2 加标 10.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|--------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 7.28 | 6.23 | 6.29 | 7.34 | 6.83 | 6.51 | 6.75 | 10.0 | 67.5 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 7.09 | 6.91 | 6.70 | 7.66 | 7.30 | 7.10 | 7.13 | 10.0 | 71.3 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 7.71 | 6.94 | 6.70 | 7.78 | 7.33 | 8.07 | 7.42 | 10.0 | 74.2 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 7.38 | 6.70 | 6.82 | 7.44 | 7.03 | 8.83 | 7.37 | 10.0 | 73.7 |
| 2-氯苯胺 | ND | 7.70 | 7.20 | 7.24 | 7.81 | 7.51 | 7.32 | 7.46 | 10.0 | 74.6 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 7.80 | 7.81 | 7.60 | 8.11 | 7.88 | 9.70 | 8.15 | 10.0 | 81.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 7.64 | 7.18 | 7.21 | 7.73 | 7.44 | 9.30 | 7.75 | 10.0 | 77.5 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 8.28 | 7.89 | 7.91 | 8.31 | 8.08 | 8.95 | 8.24 | 10.0 | 82.4 |
| 3-氯苯胺 | ND | 8.08 | 7.87 | 7.94 | 8.26 | 8.10 | 8.78 | 8.17 | 10.0 | 81.7 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 7.70 | 7.30 | 7.99 | 7.69 | 7.48 | 9.42 | 7.93 | 10.0 | 79.3 |
| 4-氯苯胺 | ND | 7.62 | 7.23 | 7.33 | 7.32 | 7.42 | 8.35 | 7.55 | 10.0 | 75.5 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 9.05 | 8.67 | 8.04 | 7.56 | 8.14 | 8.92 | 8.40 | 10.0 | 84.0 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 8.38 | 7.71 | 7.74 | 8.41 | 8.35 | 9.08 | 8.28 | 10.0 | 82.8 |
| 1-萘胺 | ND | 7.63 | 6.40 | 6.71 | 7.63 | 6.60 | 6.30 | 6.88 | 10.0 | 68.8 |
| 2-萘胺 | ND | 7.57 | 6.43 | 6.77 | 7.70 | 6.75 | 6.55 | 6.96 | 10.0 | 69.6 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 9.04 | 8.93 | 8.38 | 9.16 | 8.24 | 9.32 | 8.85 | 10.0 | 88.5 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 8.27 | 7.80 | 8.70 | 8.33 | 7.96 | 8.44 | 8.25 | 10.0 | 82.5 |
| 联苯胺 | ND | 6.60 | 6.68 | 7.06 | 6.81 | 7.51 | 7.91 | 7.10 | 10.0 | 71.0 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 8.24 | 7.93 | 8.00 | 8.33 | 7.64 | 8.58 | 8.12 | 10.0 | 81.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 8.11 | 8.24 | 7.94 | 8.02 | 8.09 | 9.38 | 8.30 | 10.0 | 83.0 |

附表 1-121 沉积物 2 加标 10.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 7.77 | 7.80 | 8.27 | 7.82 | 8.77 | 8.53 | 8.16 | 10.0 | 81.6 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 7.77 | 7.62 | 8.32 | 7.66 | 8.71 | 8.28 | 8.06 | 10.0 | 80.6 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 8.06 | 8.02 | 8.64 | 7.97 | 9.06 | 8.64 | 8.40 | 10.0 | 84.0 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 8.05 | 7.90 | 8.69 | 7.89 | 9.06 | 8.52 | 8.35 | 10.0 | 83.5 |
| 2-氯苯胺 | ND | 8.18 | 8.11 | 8.76 | 8.10 | 9.20 | 8.85 | 8.53 | 10.0 | 85.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 7.82 | 7.75 | 8.44 | 7.73 | 8.78 | 8.33 | 8.14 | 10.0 | 81.4 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 7.90 | 7.83 | 8.55 | 7.80 | 8.85 | 8.43 | 8.23 | 10.0 | 82.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 7.92 | 7.82 | 8.62 | 7.80 | 8.94 | 8.38 | 8.25 | 10.0 | 82.5 |
| 3-氯苯胺 | ND | 8.75 | 8.38 | 9.26 | 8.41 | 8.27 | 8.41 | 8.58 | 10.0 | 85.8 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 8.36 | 9.70 | 8.32 | 8.48 | 8.75 | 9.29 | 8.82 | 10.0 | 88.2 |
| 4-氯苯胺 | ND | 8.16 | 8.84 | 9.85 | 8.79 | 9.17 | 8.92 | 8.96 | 10.0 | 89.6 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 7.46 | 8.19 | 7.37 | 7.73 | 8.27 | 8.26 | 7.88 | 10.0 | 78.8 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|-------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3-硝基苯胺 | ND | 7.69 | 7.47 | 7.68 | 7.46 | 8.09 | 7.68 | 7.68 | 10.0 | 76.8 |
| 1-萘胺 | ND | 7.39 | 6.09 | 7.56 | 6.20 | 7.35 | 6.10 | 6.78 | 10.0 | 67.8 |
| 2-萘胺 | ND | 7.92 | 7.15 | 8.01 | 7.33 | 7.73 | 7.28 | 7.57 | 10.0 | 75.7 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 8.17 | 7.89 | 8.18 | 7.88 | 8.47 | 9.04 | 8.27 | 10.0 | 82.7 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 8.00 | 7.33 | 8.12 | 7.56 | 7.88 | 7.38 | 7.71 | 10.0 | 77.1 |
| 联苯胺 | ND | 7.58 | 6.69 | 7.63 | 6.80 | 7.56 | 6.65 | 7.15 | 10.0 | 71.5 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 7.61 | 7.69 | 7.52 | 6.47 | 6.89 | 5.91 | 7.02 | 10.0 | 70.2 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 8.98 | 7.58 | 8.11 | 7.72 | 7.87 | 7.66 | 7.99 | 10.0 | 79.9 |

附表 1-122 沉积物 2 加标 10.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 7.36 | 6.83 | 7.31 | 6.81 | 8.53 | 8.19 | 7.51 | 10.0 | 75.1 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 7.61 | 6.27 | 7.42 | 6.93 | 8.80 | 8.42 | 7.58 | 10.0 | 75.8 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 7.76 | 6.57 | 7.65 | 7.18 | 8.88 | 8.72 | 7.79 | 10.0 | 77.9 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 7.86 | 7.34 | 7.70 | 7.27 | 9.03 | 8.84 | 8.01 | 10.0 | 80.1 |
| 2-氯苯胺 | ND | 7.67 | 6.72 | 7.52 | 7.18 | 8.83 | 8.77 | 7.78 | 10.0 | 77.8 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 7.83 | 6.81 | 7.54 | 7.06 | 8.85 | 8.73 | 7.80 | 10.0 | 78.0 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 7.93 | 6.91 | 7.74 | 7.26 | 8.95 | 8.87 | 7.94 | 10.0 | 79.4 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 8.17 | 6.92 | 8.01 | 7.54 | 9.38 | 9.33 | 8.23 | 10.0 | 82.3 |
| 3-氯苯胺 | ND | 8.32 | 7.30 | 8.12 | 7.69 | 9.46 | 9.53 | 8.40 | 10.0 | 84.0 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 8.52 | 6.41 | 8.15 | 7.68 | 9.43 | 8.83 | 8.17 | 10.0 | 81.7 |
| 4-氯苯胺 | ND | 8.51 | 6.33 | 8.15 | 7.67 | 9.37 | 8.89 | 8.15 | 10.0 | 81.5 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 8.13 | 6.92 | 7.87 | 7.05 | 8.60 | 9.11 | 7.95 | 10.0 | 79.5 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 8.01 | 7.13 | 7.75 | 6.74 | 8.02 | 8.83 | 7.75 | 10.0 | 77.5 |
| 1-萘胺 | ND | 8.30 | 7.19 | 7.92 | 6.96 | 8.34 | 8.80 | 7.92 | 10.0 | 79.2 |
| 2-萘胺 | ND | 8.33 | 7.20 | 8.02 | 6.92 | 8.20 | 8.56 | 7.87 | 10.0 | 78.7 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 7.90 | 6.98 | 7.76 | 6.32 | 7.25 | 8.30 | 7.42 | 10.0 | 74.2 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 8.38 | 7.23 | 7.89 | 6.38 | 7.44 | 7.95 | 7.55 | 10.0 | 75.5 |
| 联苯胺 | ND | 8.03 | 6.80 | 7.40 | 5.73 | 6.43 | 6.33 | 6.79 | 10.0 | 67.9 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 8.30 | 6.58 | 7.35 | 5.65 | 6.35 | 6.31 | 6.76 | 10.0 | 67.6 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 8.83 | 6.56 | 7.75 | 5.92 | 6.31 | 6.30 | 6.95 | 10.0 | 69.5 |

附表 1-123 沉积物 2 加标 10.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 10.6 | 9.59 | 10.0 | 8.64 | 10.1 | 10.0 | 9.82 | 10.0 | 98.2 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 10.6 | 9.70 | 9.92 | 8.84 | 10.0 | 10.0 | 9.84 | 10.0 | 98.4 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 10.8 | 9.92 | 10.2 | 9.00 | 10.2 | 10.2 | 10.1 | 10.0 | 101 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 10.6 | 9.81 | 9.91 | 8.86 | 10.0 | 10.0 | 9.86 | 10.0 | 98.6 |
| 2-氯苯胺 | ND | 11.1 | 10.2 | 10.4 | 9.38 | 10.5 | 10.4 | 10.3 | 10.0 | 103 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 11.1 | 10.2 | 10.4 | 9.43 | 10.5 | 10.5 | 10.4 | 10.0 | 104 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 11.1 | 10.3 | 10.3 | 9.37 | 10.4 | 10.4 | 10.3 | 10.0 | 103 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 11.2 | 10.5 | 10.6 | 9.62 | 10.7 | 10.6 | 10.5 | 10.0 | 105 |
| 3-氯苯胺 | ND | 11.3 | 10.7 | 10.7 | 9.83 | 10.8 | 10.7 | 10.7 | 10.0 | 107 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 8.44 | 9.83 | 8.49 | 6.89 | 7.86 | 7.93 | 8.24 | 10.0 | 82.4 |
| 4-氯苯胺 | ND | 11.2 | 10.5 | 10.5 | 9.60 | 10.6 | 10.5 | 10.5 | 10.0 | 105 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 11.7 | 11.8 | 11.6 | 10.6 | 11.5 | 11.6 | 11.5 | 10.0 | 115 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 9.68 | 9.36 | 9.16 | 8.47 | 9.31 | 9.35 | 9.22 | 10.0 | 92.2 |
| 1-萘胺 | ND | 7.94 | 7.14 | 6.17 | 5.88 | 6.83 | 6.94 | 6.82 | 10.0 | 68.2 |
| 2-萘胺 | ND | 8.44 | 8.16 | 7.83 | 7.23 | 8.15 | 8.14 | 7.99 | 10.0 | 79.9 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 11.8 | 11.4 | 11.5 | 10.8 | 11.4 | 11.5 | 11.4 | 10.0 | 114 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 9.70 | 10.5 | 10.7 | 9.1 | 10.7 | 10.6 | 10.2 | 10.0 | 102 |
| 联苯胺 | ND | 8.15 | 7.39 | 7.14 | 7.02 | 7.68 | 7.52 | 7.48 | 10.0 | 74.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 8.13 | 6.96 | 6.05 | 6.54 | 7.62 | 7.56 | 7.14 | 10.0 | 71.4 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 9.61 | 10.2 | 9.36 | 9.80 | 10.6 | 10.4 | 10.0 | 10.0 | 100 |

附表 1-124~附表 1-129 为 6 家验证实验室对湖泊沉积物（沉积物 3）加标高浓度样品中的目标化合物进行测定的正确度测试数据。

附表 1-124 沉积物 3 加标 50.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 36.8 | 38.1 | 37.2 | 30.8 | 38.2 | 37.0 | 36.4 | 50.0 | 72.7 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 38.9 | 38.6 | 38.1 | 31.3 | 38.9 | 37.6 | 37.2 | 50.0 | 74.5 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 39.3 | 37.9 | 37.8 | 31.1 | 38.2 | 37.1 | 36.9 | 50.0 | 73.8 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 39.7 | 38.3 | 38.4 | 31.2 | 38.6 | 37.1 | 37.2 | 50.0 | 74.4 |
| 2-氯苯胺 | ND | 40.2 | 37.9 | 38.3 | 30.9 | 38.3 | 37.0 | 37.1 | 50.0 | 74.2 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 40.6 | 38.2 | 38.4 | 31.2 | 38.7 | 37.1 | 37.4 | 50.0 | 74.7 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 40.8 | 37.6 | 38.3 | 30.8 | 37.9 | 37.0 | 37.1 | 50.0 | 74.1 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 42.1 | 38.8 | 39.5 | 31.9 | 38.9 | 37.8 | 38.2 | 50.0 | 76.3 |
| 3-氯苯胺 | ND | 43.5 | 39.4 | 40.6 | 32.5 | 39.3 | 38.4 | 39.0 | 50.0 | 77.9 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 44.5 | 40.2 | 41.4 | 33.2 | 40.0 | 39.3 | 39.8 | 50.0 | 79.5 |
| 4-氯苯胺 | ND | 43.7 | 39.7 | 41.3 | 32.8 | 39.7 | 38.9 | 39.4 | 50.0 | 78.7 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 48.6 | 42.7 | 44.2 | 35.0 | 42.9 | 39.8 | 42.2 | 50.0 | 84.4 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 41.4 | 41.6 | 41.8 | 33.4 | 40.5 | 39.8 | 39.8 | 50.0 | 79.5 |
| 1-萘胺 | ND | 39.4 | 39.3 | 39.3 | 32.2 | 38.8 | 38.1 | 37.9 | 50.0 | 75.7 |
| 2-萘胺 | ND | 41.9 | 42.1 | 41.8 | 34.8 | 41.1 | 40.2 | 40.3 | 50.0 | 80.6 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 43.8 | 45.6 | 43.5 | 35.5 | 44.2 | 40.0 | 42.1 | 50.0 | 84.2 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 44.3 | 44.1 | 43.3 | 35.2 | 43.6 | 40.6 | 41.9 | 50.0 | 83.7 |
| 联苯胺 | ND | 44.3 | 44.3 | 41.6 | 33.5 | 44.5 | 36.8 | 40.8 | 50.0 | 81.7 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 40.0 | 37.0 | 36.2 | 32.3 | 37.5 | 32.8 | 36.0 | 50.0 | 71.9 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 42.2 | 39.9 | 37.2 | 31.8 | 40.5 | 33.5 | 37.5 | 50.0 | 75.0 |

附表 1-125 沉积物 3 加标 50.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|-----------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 40.6 | 35.6 | 35.7 | 37.7 | 35.8 | 39.6 | 37.5 | 50.0 | 75.0 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 38.5 | 38.5 | 40.2 | 40.5 | 36.8 | 38.4 | 38.8 | 50.0 | 77.6 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 38.6 | 37.7 | 39.6 | 39.8 | 36.3 | 41.0 | 38.8 | 50.0 | 77.7 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 38.9 | 38.7 | 40.4 | 41.4 | 36.8 | 38.5 | 39.1 | 50.0 | 78.2 |
| 2-氯苯胺 | ND | 35.9 | 37.9 | 35.7 | 35.7 | 33.4 | 36.0 | 35.8 | 50.0 | 71.5 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 39.5 | 35.2 | 42.0 | 37.3 | 34.6 | 39.9 | 38.1 | 50.0 | 76.2 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 38.8 | 41.9 | 36.8 | 36.9 | 34.3 | 39.9 | 38.1 | 50.0 | 76.2 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 39.9 | 36.0 | 37.8 | 38.1 | 35.0 | 41.4 | 38.0 | 50.0 | 76.1 |
| 3-氯苯胺 | ND | 36.9 | 36.9 | 38.6 | 39.0 | 32.7 | 34.3 | 36.4 | 50.0 | 72.8 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 40.6 | 42.5 | 38.4 | 38.7 | 39.4 | 39.7 | 39.9 | 50.0 | 79.8 |
| 4-氯苯胺 | ND | 36.1 | 35.9 | 37.8 | 38.7 | 35.0 | 36.3 | 36.6 | 50.0 | 73.3 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 40.9 | 41.0 | 43.4 | 43.9 | 42.3 | 43.9 | 42.6 | 50.0 | 85.1 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 37.7 | 37.3 | 39.9 | 39.6 | 39.6 | 40.3 | 39.1 | 50.0 | 78.1 |
| 1-萘胺 | ND | 37.0 | 37.1 | 39.5 | 39.0 | 39.1 | 40.1 | 38.6 | 50.0 | 77.3 |
| 2-萘胺 | ND | 37.2 | 37.3 | 39.9 | 39.6 | 38.9 | 40.0 | 38.8 | 50.0 | 77.6 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 39.1 | 39.3 | 42.6 | 42.3 | 40.0 | 41.1 | 40.7 | 50.0 | 81.5 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 39.5 | 39.5 | 42.7 | 42.5 | 40.3 | 41.6 | 41.0 | 50.0 | 82.0 |
| 联苯胺 | ND | 40.8 | 41.1 | 46.7 | 47.1 | 41.4 | 41.7 | 43.1 | 50.0 | 86.3 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 42.5 | 42.1 | 48.7 | 50.1 | 42.8 | 42.3 | 44.8 | 50.0 | 89.5 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 41.1 | 40.6 | 48.4 | 49.8 | 40.7 | 39.4 | 43.3 | 50.0 | 86.7 |

附表 1-126 沉积物 3 加标 50.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 36.9 | 41.3 | 37.5 | 40.5 | 36.8 | 37.2 | 38.4 | 50.0 | 76.7 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 39.9 | 45.0 | 39.8 | 43.9 | 40.0 | 40.0 | 41.4 | 50.0 | 82.9 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 38.3 | 43.0 | 39.0 | 42.2 | 38.7 | 38.9 | 40.0 | 50.0 | 80.0 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 38.3 | 42.7 | 38.5 | 41.3 | 38.4 | 38.5 | 39.6 | 50.0 | 79.2 |
| 2-氯苯胺 | ND | 39.5 | 44.5 | 39.7 | 43.5 | 40.4 | 40.3 | 41.3 | 50.0 | 82.6 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 40.6 | 45.8 | 40.5 | 45.1 | 41.3 | 41.5 | 42.5 | 50.0 | 84.9 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 38.1 | 42.5 | 38.6 | 42.0 | 38.8 | 39.0 | 39.8 | 50.0 | 79.7 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 42.3 | 47.3 | 41.8 | 46.6 | 42.4 | 43.0 | 43.9 | 50.0 | 87.8 |
| 3-氯苯胺 | ND | 41.9 | 47.4 | 41.7 | 45.8 | 41.1 | 42.5 | 43.4 | 50.0 | 86.8 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 38.9 | 44.2 | 38.8 | 42.5 | 39.9 | 39.7 | 40.7 | 50.0 | 81.3 |
| 4-氯苯胺 | ND | 38.7 | 44.5 | 38.8 | 42.9 | 39.9 | 39.6 | 40.7 | 50.0 | 81.5 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 31.9 | 35.1 | 31.8 | 35.1 | 32.5 | 32.1 | 33.1 | 50.0 | 66.2 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 32.5 | 35.6 | 32.3 | 34.9 | 32.0 | 32.9 | 33.4 | 50.0 | 66.7 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|-------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 1-萘胺 | ND | 36.2 | 44.2 | 33.9 | 38.5 | 33.6 | 33.6 | 36.7 | 50.0 | 73.3 |
| 2-萘胺 | ND | 38.2 | 44.1 | 37.1 | 39.3 | 37.6 | 37.2 | 38.9 | 50.0 | 77.8 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 35.6 | 39.1 | 34.8 | 37.3 | 34.2 | 35.2 | 36.0 | 50.0 | 72.1 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 39.6 | 42.9 | 39.4 | 38.9 | 39.8 | 39.3 | 40.0 | 50.0 | 80.0 |
| 联苯胺 | ND | 40.0 | 44.5 | 38.2 | 40.5 | 39.6 | 39.7 | 40.4 | 50.0 | 80.8 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 35.7 | 40.4 | 34.4 | 38.3 | 36.1 | 36.1 | 36.8 | 50.0 | 73.7 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 39.5 | 42.9 | 38.1 | 42.0 | 39.9 | 39.5 | 40.3 | 50.0 | 80.6 |

附表 1-127 沉积物 3 加标 50.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 38.4 | 37.3 | 41.4 | 40.9 | 38.1 | 47.8 | 40.7 | 50.0 | 81.3 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 36.7 | 36.1 | 38.6 | 38.4 | 36.2 | 44.8 | 38.5 | 50.0 | 76.9 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 39.5 | 38.8 | 41.9 | 42.1 | 39.3 | 48.8 | 41.7 | 50.0 | 83.5 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 37.7 | 36.7 | 39.5 | 39.3 | 37.1 | 45.5 | 39.3 | 50.0 | 78.6 |
| 2-氯苯胺 | ND | 39.6 | 38.6 | 43.7 | 45.5 | 43.1 | 52.4 | 43.8 | 50.0 | 87.6 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 40.8 | 39.6 | 41.1 | 42.4 | 39.8 | 48.9 | 42.1 | 50.0 | 84.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 44.3 | 42.5 | 45.5 | 45.9 | 43.2 | 52.5 | 45.7 | 50.0 | 91.3 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 46.2 | 42.1 | 45.0 | 44.9 | 43.2 | 50.7 | 45.4 | 50.0 | 90.7 |
| 3-氯苯胺 | ND | 39.3 | 35.5 | 37.3 | 39.6 | 37.6 | 45.7 | 39.2 | 50.0 | 78.3 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 43.6 | 38.0 | 40.6 | 43.7 | 42.0 | 51.5 | 43.2 | 50.0 | 86.5 |
| 4-氯苯胺 | ND | 42.4 | 38.1 | 39.4 | 42.0 | 40.6 | 49.5 | 42.0 | 50.0 | 84.0 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 39.4 | 35.3 | 38.7 | 41.4 | 42.3 | 47.8 | 40.8 | 50.0 | 81.6 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 45.8 | 35.2 | 38.8 | 40.4 | 42.3 | 47.0 | 41.6 | 50.0 | 83.2 |
| 1-萘胺 | ND | 45.0 | 35.2 | 37.4 | 37.3 | 45.2 | 48.8 | 41.5 | 50.0 | 83.0 |
| 2-萘胺 | ND | 45.4 | 34.6 | 35.6 | 37.7 | 42.1 | 50.2 | 40.9 | 50.0 | 81.9 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 52.5 | 39.4 | 45.3 | 47.8 | 47.7 | 50.9 | 47.3 | 50.0 | 94.5 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 51.4 | 39.5 | 43.4 | 49.0 | 50.0 | 51.7 | 47.5 | 50.0 | 95.0 |
| 联苯胺 | ND | 46.3 | 39.8 | 41.0 | 44.4 | 48.2 | 53.0 | 45.5 | 50.0 | 90.9 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 46.4 | 37.0 | 39.4 | 40.2 | 44.7 | 53.7 | 43.6 | 50.0 | 87.1 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 50.5 | 41.0 | 43.8 | 47.2 | 47.1 | 49.7 | 46.6 | 50.0 | 93.1 |

附表 1-128 沉积物 3 加标 50.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|----------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 34.0 | 35.6 | 34.9 | 38.3 | 36.2 | 44.5 | 37.3 | 50.0 | 74.5 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 34.6 | 36.7 | 36.5 | 40.6 | 37.8 | 45.2 | 38.6 | 50.0 | 77.1 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 36.0 | 38.1 | 37.5 | 41.8 | 35.4 | 43.5 | 38.7 | 50.0 | 77.4 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 36.3 | 38.8 | 37.7 | 42.4 | 35.5 | 42.9 | 38.9 | 50.0 | 77.9 |
| 2-氯苯胺 | ND | 36.0 | 38.9 | 38.1 | 42.4 | 35.2 | 41.2 | 38.6 | 50.0 | 77.3 |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 35.6 | 39.1 | 38.2 | 42.9 | 35.2 | 46.7 | 39.6 | 50.0 | 79.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 36.3 | 39.7 | 38.7 | 43.6 | 36.0 | 42.7 | 39.5 | 50.0 | 79.0 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 37.1 | 41.0 | 40.0 | 45.2 | 36.5 | 43.2 | 40.5 | 50.0 | 81.0 |
| 3-氯苯胺 | ND | 37.1 | 42.1 | 41.5 | 46.9 | 37.2 | 48.9 | 42.3 | 50.0 | 84.6 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | ND | 37.6 | 36.7 | 35.9 | 40.4 | 35.7 | 41.2 | 37.9 | 50.0 | 75.8 |
| 4-氯苯胺 | ND | 37.3 | 36.5 | 35.7 | 40.0 | 35.2 | 41.3 | 37.7 | 50.0 | 75.3 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 30.7 | 33.5 | 34.0 | 39.7 | 39.7 | 34.9 | 35.4 | 50.0 | 70.8 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 32.5 | 37.5 | 34.9 | 33.3 | 34.2 | 39.2 | 35.3 | 50.0 | 70.5 |
| 1-萘胺 | ND | 35.2 | 38.4 | 38.4 | 45.2 | 34.6 | 35.6 | 37.9 | 50.0 | 75.8 |
| 2-萘胺 | ND | 35.4 | 39.2 | 39.5 | 46.1 | 35.5 | 39.6 | 39.2 | 50.0 | 78.4 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 34.1 | 33.3 | 34.4 | 41.4 | 30.0 | 42.7 | 36.0 | 50.0 | 72.0 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 35.6 | 40.9 | 41.6 | 48.5 | 35.9 | 37.2 | 40.0 | 50.0 | 79.9 |
| 联苯胺 | ND | 34.9 | 34.3 | 34.0 | 40.4 | 36.0 | 39.2 | 36.5 | 50.0 | 72.9 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 34.9 | 33.4 | 32.4 | 39.3 | 36.0 | 36.9 | 35.5 | 50.0 | 71.0 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 35.5 | 32.8 | 31.6 | 37.8 | 35.9 | 35.8 | 34.9 | 50.0 | 69.8 |

附表 1-129 沉积物 3 加标 50.0mg/kg 的正确度测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|--------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 苯胺 | ND | 45.6 | 29.6 | 35.5 | 35.3 | 34.8 | 32.7 | 35.6 | 50.0 | 71.2 |
| 4-甲基苯胺 | ND | 32.7 | 44.0 | 37.7 | 36.7 | 36.0 | 33.5 | 36.8 | 50.0 | 73.5 |
| 2-甲基苯胺 | ND | 34.0 | 31.2 | 37.7 | 36.3 | 36.3 | 33.7 | 34.9 | 50.0 | 69.7 |
| 3-甲基苯胺 | ND | 34.3 | 31.5 | 38.2 | 36.9 | 36.8 | 33.9 | 35.3 | 50.0 | 70.5 |
| 2-氯苯胺 | ND | 32.9 | 33.2 | 38.2 | 37.3 | 36.9 | 34.7 | 35.5 | 50.0 | 71.1 |

| 化合物名称 | 样品测定值 (mg/kg) | 加标测定值 (mg/kg) | | | | | | 平均值 (mg/kg) | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率 (%) |
|------------------------------------|---------------|---------------|------|------|------|------|------|-------------|--------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | | |
| 2,4-二甲基苯胺 | ND | 35.3 | 32.8 | 40.4 | 38.4 | 38.2 | 35.3 | 36.7 | 50.0 | 73.5 |
| 2,6-二甲基苯胺 | ND | 36.9 | 34.1 | 41.0 | 39.3 | 39.0 | 36.4 | 37.8 | 50.0 | 75.6 |
| 2-甲氧基苯胺 | ND | 36.5 | 34.0 | 41.7 | 39.6 | 39.3 | 36.8 | 38.0 | 50.0 | 76.0 |
| 3-氯苯胺 | ND | 38.8 | 36.1 | 43.4 | 41.2 | 40.8 | 38.2 | 39.8 | 50.0 | 79.5 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | ND | 37.8 | 38.4 | 40.2 | 38.4 | 38.2 | 37.1 | 38.4 | 50.0 | 76.7 |
| 4-氯苯胺 | ND | 38.6 | 35.7 | 43.0 | 40.9 | 40.6 | 37.7 | 39.4 | 50.0 | 78.8 |
| 2-硝基苯胺 | ND | 30.5 | 31.9 | 36.5 | 34.5 | 34.1 | 32.5 | 33.3 | 50.0 | 66.7 |
| 3-硝基苯胺 | ND | 30.3 | 32.0 | 30.8 | 34.5 | 34.5 | 41.0 | 33.9 | 50.0 | 67.7 |
| 1-萘胺 | ND | 38.0 | 33.6 | 34.7 | 31.6 | 31.9 | 31.1 | 33.5 | 50.0 | 67.0 |
| 2-萘胺 | ND | 36.8 | 37.6 | 43.3 | 39.2 | 39.4 | 36.0 | 38.7 | 50.0 | 77.4 |
| 4-硝基苯胺 | ND | 35.2 | 33.3 | 40.8 | 38.2 | 39.4 | 33.1 | 36.7 | 50.0 | 73.3 |
| 4-氨基联苯胺 | ND | 37.7 | 39.7 | 45.3 | 43.0 | 43.7 | 40.6 | 41.7 | 50.0 | 83.3 |
| 联苯胺 | ND | 31.9 | 34.5 | 40.5 | 36.5 | 38.0 | 33.1 | 35.8 | 50.0 | 71.5 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | ND | 31.2 | 33.3 | 39.3 | 35.1 | 36.9 | 32.4 | 34.7 | 50.0 | 69.4 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | ND | 34.5 | 33.5 | 42.0 | 39.2 | 40.4 | 33.6 | 37.2 | 50.0 | 74.4 |

1.5 校准曲线测试数据

附表 1-130~附表 1-135 为 6 家验证实验室校准曲线目标化合物回归方程测试数据。

附表 1-130 校准曲线回归方程测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 回归方程 | 相关系数 |
|------------------------------------|--------------------|--------|
| 苯胺 | $y=0.9825x-0.0178$ | 0.9969 |
| 4-甲基苯胺 | $y=1.076x-0.1986$ | 0.9991 |
| 2-甲基苯胺 | $y=0.9797x-0.0078$ | 0.9989 |
| 3-甲基苯胺 | $y=0.8722x-0.0497$ | 0.9993 |
| 2-氯苯胺 | $y=0.7905x-0.0847$ | 0.9990 |
| 2,4-二甲基苯胺 | $y=0.7038x-0.1414$ | 0.9993 |
| 2,6-二甲基苯胺 | $y=0.7357x-0.0302$ | 0.9989 |
| 2-甲氧基苯胺 | $y=0.5756x-0.0980$ | 0.9989 |
| 3-氯苯胺 | $y=0.8264x-0.1151$ | 0.9989 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | $y=1.056x-0.0801$ | 0.9993 |
| 4-氯苯胺 | $y=0.834x-0.0705$ | 0.9979 |

| 化合物名称 | 回归方程 | 相关系数 |
|-------------|--------------------|--------|
| 2-硝基苯胺 | $y=0.3911x-0.0407$ | 0.9979 |
| 3-硝基苯胺 | $y=0.4287x-0.1472$ | 0.9989 |
| 1-萘胺 | $y=1.321x-0.2216$ | 0.9987 |
| 2-萘胺 | $y=1.467x-0.1253$ | 0.9991 |
| 4-硝基苯胺 | $y=0.4739x-0.1866$ | 0.9969 |
| 4-氨基联苯胺 | $y=1.666x-0.3142$ | 0.9989 |
| 联苯胺 | $y=1.61x-0.8189$ | 0.9990 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | $y=1.502x-0.6969$ | 0.9991 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | $y=0.8297x-0.3034$ | 0.9995 |

附表 1-131 校准曲线回归方程测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 回归方程 | 相关系数 |
|--------------------|------------------------|--------|
| 苯胺 | $y = 1.002x + 0.0823$ | 0.9993 |
| 4-甲基苯胺 | $y = 1.245x + 0.0864$ | 0.9993 |
| 2-甲基苯胺 | $y = 1.033x + 0.1510$ | 0.9988 |
| 3-甲基苯胺 | $y = 0.9332x + 0.1676$ | 0.9986 |
| 2-氯苯胺 | $y = 0.8791x + 0.0736$ | 0.9994 |
| 2,4-二甲基苯胺 | $y = 0.8055x + 0.0869$ | 0.9991 |
| 2,6-二甲基苯胺 | $y = 0.7864x + 0.1297$ | 0.9986 |
| 2-甲氧基苯胺 | $y = 0.6502x + 0.1212$ | 0.9984 |
| 3-氯苯胺 | $y = 0.2171x + 0.0454$ | 0.9980 |
| 4-氯苯胺- d_2 (替代物) | $y = 1.073x + 0.3504$ | 0.9964 |
| 4-氯苯胺 | $y = 0.8338x + 0.2734$ | 0.9965 |
| 2-硝基苯胺 | $y = 0.4816x + 0.0894$ | 0.9981 |
| 3-硝基苯胺 | $y = 0.3259x + 0.0443$ | 0.9991 |
| 1-萘胺 | $y = 0.9989x + 0.4518$ | 0.9940 |
| 2-萘胺 | $y = 1.073x + 0.5701$ | 0.9925 |
| 4-硝基苯胺 | $y = 0.2499x + 0.0748$ | 0.9974 |
| 4-氨基联苯胺 | $y = 1.202 x + 0.5442$ | 0.9931 |
| 联苯胺 | $y = 1.295x + 0.6012$ | 0.9939 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | $y = 1.259x + 0.4057$ | 0.9966 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | $y = 0.7544x + 0.0259$ | 0.9994 |

附表 1-132 校准曲线回归方程测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022年12月

| 化合物名称 | 回归方程 | 相关系数 |
|--------------------|------------------|--------|
| 苯胺 | $y=0.701x+0.079$ | 0.9997 |
| 4-甲基苯胺 | $y=0.856x+0.001$ | 0.9999 |
| 2-甲基苯胺 | $y=0.744x+0.037$ | 0.9997 |
| 3-甲基苯胺 | $y=0.679x+0.074$ | 0.9997 |
| 2-氯苯胺 | $y=0.702x+0.066$ | 0.9998 |
| 2,4-二甲基苯胺 | $y=0.563x+0.014$ | 0.9999 |
| 2,6-二甲基苯胺 | $y=0.556x+0.067$ | 0.9997 |
| 2-甲氧基苯胺 | $y=0.466x+0.001$ | 0.9999 |
| 3-氯苯胺 | $y=0.154x+0.010$ | 0.9998 |
| 4-氯苯胺- d_2 (替代物) | $y=0.871x+0.137$ | 0.9995 |
| 4-氯苯胺 | $y=0.629x+0.094$ | 0.9996 |
| 2-硝基苯胺 | $y=0.414x-0.173$ | 0.9993 |
| 3-硝基苯胺 | $y=0.289x-0.083$ | 0.9997 |
| 1-萘胺 | $y=1.003x+0.241$ | 0.9985 |
| 2-萘胺 | $y=1.105x+0.352$ | 0.9975 |
| 4-硝基苯胺 | $y=0.251x-0.057$ | 0.9999 |
| 4-氨基联苯胺 | $y=1.184x+0.369$ | 0.9966 |
| 联苯胺 | $y=1.283x-0.346$ | 0.9997 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | $y=1.238x-0.316$ | 0.9996 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | $y=0.673x-0.242$ | 0.9993 |

附表 1-133 校准曲线回归方程测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022年12月

| 化合物名称 | 回归方程 | 相关系数 |
|--------------------|-----------------------|--------|
| 苯胺 | $y=1.1229 x +0.0053$ | 0.9999 |
| 4-甲基苯胺 | $y =1.3442 x -0.1667$ | 0.9996 |
| 2-甲基苯胺 | $y =1.0897 x +0.1502$ | 0.9987 |
| 3-甲基苯胺 | $y =1.0397 x +0.0651$ | 0.9997 |
| 2-氯苯胺 | $y =0.8474 x -0.0807$ | 0.9998 |
| 2,4-二甲基苯胺 | $y =0.8616 x -0.0701$ | 0.9999 |
| 2,6-二甲基苯胺 | $y =0.8555 x +0.0264$ | 0.9996 |
| 2-甲氧基苯胺 | $y =0.6228 x +0.0181$ | 0.9997 |
| 3-氯苯胺 | $y =0.3543 x -0.0020$ | 0.9995 |
| 4-氯苯胺- d_2 (替代物) | $y =1.3305 x -0.0750$ | 0.9996 |

| 化合物名称 | 回归方程 | 相关系数 |
|-------------|--------------------|--------|
| 4-氯苯胺 | $y=1.0370x-0.0873$ | 0.9985 |
| 2-硝基苯胺 | $y=0.4255x-0.2041$ | 0.9968 |
| 3-硝基苯胺 | $y=0.4677x-0.1346$ | 0.9991 |
| 1-萘胺 | $y=1.1223x+0.2884$ | 0.9983 |
| 2-萘胺 | $y=1.2972x+0.3960$ | 0.9979 |
| 4-硝基苯胺 | $y=0.4616x-0.0601$ | 0.9998 |
| 4-氨基联苯胺 | $y=1.2296x+0.6155$ | 0.9934 |
| 联苯胺 | $y=1.5535x+0.3629$ | 0.9967 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | $y=1.5410x+0.6089$ | 0.9941 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | $y=0.9506x+0.1691$ | 0.9974 |

附表 1-134 校准曲线回归方程测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 回归方程 | 相关系数 |
|--------------------|-------------|--------|
| 苯胺 | $y=0.9669x$ | 0.9996 |
| 4-甲基苯胺 | $y=1.179x$ | 0.9995 |
| 2-甲基苯胺 | $y=0.9913x$ | 0.9988 |
| 3-甲基苯胺 | $y=0.9038x$ | 0.9985 |
| 2-氯苯胺 | $y=0.8732x$ | 0.9984 |
| 2,4-二甲基苯胺 | $y=0.7815x$ | 0.9984 |
| 2,6-二甲基苯胺 | $y=0.778x$ | 0.9978 |
| 2-甲氧基苯胺 | $y=0.6158x$ | 0.9975 |
| 3-氯苯胺 | $y=0.1804x$ | 0.9973 |
| 4-氯苯胺- d_2 (替代物) | $y=0.8059x$ | 0.9999 |
| 4-氯苯胺 | $y=0.6151x$ | 0.9999 |
| 2-硝基苯胺 | $y=0.365x$ | 0.9986 |
| 3-硝基苯胺 | $y=0.2595x$ | 0.9980 |
| 1-萘胺 | $y=0.9774x$ | 0.9966 |
| 2-萘胺 | $y=1.059x$ | 0.9959 |
| 4-硝基苯胺 | $y=0.194x$ | 0.9980 |
| 4-氨基联苯胺 | $y=1.248x$ | 0.9929 |
| 联苯胺 | $y=1.304x$ | 0.9989 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | $y=1.289x$ | 0.9976 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | $y=0.715x$ | 0.9935 |

附表 1-135 校准曲线回归方程测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | 回归方程 | 相关系数 |
|--------------------|--------------------|--------|
| 苯胺 | $y=1.2380x-0.0505$ | 0.9993 |
| 4-甲基苯胺 | $y=1.3230x-0.0840$ | 0.9991 |
| 2-甲基苯胺 | $y=1.1403x-0.0400$ | 0.9995 |
| 3-甲基苯胺 | $y=1.0649x-0.0465$ | 0.9993 |
| 2-氯苯胺 | $y=0.8664x-0.0355$ | 0.9995 |
| 2,4-二甲基苯胺 | $y=0.8205x-0.0416$ | 0.9994 |
| 2,6-二甲基苯胺 | $y=0.8196x-0.0270$ | 0.9996 |
| 2-甲氧基苯胺 | $y=0.8913x-0.0416$ | 0.9995 |
| 3-氯苯胺 | $y=0.8396x-0.0377$ | 0.9996 |
| 4-氯苯胺- d_2 (替代物) | $y=1.0766x-0.0186$ | 0.9998 |
| 4-氯苯胺 | $y=0.8284x-0.0133$ | 0.9999 |
| 2-硝基苯胺 | $y=0.5537x-0.0286$ | 0.9996 |
| 3-硝基苯胺 | $y=0.7958x-0.0562$ | 0.9990 |
| 1-萘胺 | $y=1.3568x-0.0017$ | 0.9997 |
| 2-萘胺 | $y=1.4972x-0.0030$ | 0.9999 |
| 4-硝基苯胺 | $y=0.6396x-0.0402$ | 0.9991 |
| 4-氨基联苯胺 | $y=1.5627x+0.0001$ | 0.9995 |
| 联苯胺 | $y=1.5702x-0.3291$ | 0.9991 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | $y=1.4259x-0.1145$ | 0.9994 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | $y=0.7178x-0.0508$ | 0.9991 |

附表 1-136~附表 1-141 为 6 家验证实验室校准曲线中目标化合物相对响应因子测试数据。

附表 1-136 校准曲线相对响应因子测试数据

验证单位：天津市生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | \overline{RRF} | RSD (%) |
|-----------|------------------|---------|
| 苯胺 | 0.9779 | 1.97 |
| 4-甲基苯胺 | 0.9176 | 15.3 |
| 2-甲基苯胺 | 0.9348 | 7.07 |
| 3-甲基苯胺 | 0.7996 | 10.9 |
| 2-氯苯胺 | 0.7207 | 9.01 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.5910 | 17.2 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.6917 | 7.79 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.4935 | 15.7 |

| 化合物名称 | \overline{RRF} | RSD (%) |
|------------------------------------|------------------|---------|
| 3-氯苯胺 | 0.7304 | 12.8 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 0.9694 | 10.4 |
| 4-氯苯胺 | 0.7606 | 11.9 |
| 2-硝基苯胺 | 0.2963 | 25.8 |
| 3-硝基苯胺 | 0.3081 | 26.0 |
| 1-萘胺 | 1.088 | 22.4 |
| 2-萘胺 | 1.251 | 21.4 |
| 4-硝基苯胺 | 0.3228 | 29.8 |
| 4-氨基联苯胺 | 1.303 | 19.4 |
| 联苯胺 | 0.9609 | 28.1 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.9068 | 23.5 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.5538 | 24.7 |

附表 1-137 校准曲线相对响应因子测试数据

验证单位：山东省生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | \overline{RRF} | RSD (%) |
|------------------------------------|------------------|---------|
| 苯胺 | 1.0225 | 1.73 |
| 4-甲基苯胺 | 1.2277 | 5.38 |
| 2-甲基苯胺 | 1.0746 | 2.64 |
| 3-甲基苯胺 | 0.9770 | 4.88 |
| 2-氯苯胺 | 0.8919 | 1.88 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.8053 | 5.69 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.8155 | 3.75 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.6773 | 5.13 |
| 3-氯苯胺 | 0.2288 | 4.39 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 1.2016 | 5.94 |
| 4-氯苯胺 | 0.9426 | 6.47 |
| 2-硝基苯胺 | 0.4873 | 9.26 |
| 3-硝基苯胺 | 0.3282 | 7.80 |
| 1-萘胺 | 1.1724 | 8.80 |
| 2-萘胺 | 1.3171 | 11.1 |
| 4-硝基苯胺 | 0.2760 | 7.44 |
| 4-氨基联苯胺 | 1.5665 | 16.6 |
| 联苯胺 | 1.5588 | 12.4 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 1.4537 | 13.1 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.7855 | 12.2 |

附表 1-138 校准曲线相对响应因子测试数据

验证单位：江苏省淮安环境监测中心

验证时间：2022 年 12

| 化合物名称 | \overline{RRF} | RSD (%) |
|--------------------|------------------|---------|
| 苯胺 | 0.74 | 5.02 |
| 4-甲基苯胺 | 0.84 | 4.25 |
| 2-甲基苯胺 | 0.77 | 4.00 |
| 3-甲基苯胺 | 0.71 | 2.96 |
| 2-氯苯胺 | 0.72 | 2.58 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.55 | 5.23 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.58 | 2.79 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.45 | 5.23 |
| 3-氯苯胺 | 0.16 | 3.28 |
| 4-氯苯胺- d_2 (替代物) | 0.92 | 3.68 |
| 4-氯苯胺 | 0.66 | 3.21 |
| 2-硝基苯胺 | 0.34 | 21.7 |
| 3-硝基苯胺 | 0.22 | 23.6 |
| 1-萘胺 | 1.06 | 4.82 |
| 2-萘胺 | 1.19 | 6.34 |
| 4-硝基苯胺 | 0.21 | 23.3 |
| 4-氨基联苯胺 | 1.22 | 10.9 |
| 联苯胺 | 0.92 | 26.5 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.92 | 22.6 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.50 | 27.3 |

附表 1-139 校准曲线相对响应因子测试数据

验证单位：江苏康达检测技术有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | \overline{RRF} | RSD (%) |
|-----------|------------------|---------|
| 苯胺 | 1.13 | 5.01 |
| 4-甲基苯胺 | 1.26 | 5.51 |
| 2-甲基苯胺 | 1.15 | 5.87 |
| 3-甲基苯胺 | 1.05 | 3.07 |
| 2-氯苯胺 | 0.81 | 4.94 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.82 | 4.66 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.85 | 4.14 |

| 化合物名称 | \overline{RRF} | RSD (%) |
|------------------------------------|------------------|---------|
| 2-甲氧基苯胺 | 0.62 | 3.14 |
| 3-氯苯胺 | 0.36 | 4.98 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 1.30 | 3.75 |
| 4-氯苯胺 | 1.01 | 6.11 |
| 2-硝基苯胺 | 0.30 | 29.4 |
| 3-硝基苯胺 | 0.37 | 21.7 |
| 1-萘胺 | 1.27 | 8.43 |
| 2-萘胺 | 1.52 | 11.1 |
| 4-硝基苯胺 | 0.39 | 17.8 |
| 4-氨基联苯胺 | 1.51 | 11.6 |
| 联苯胺 | 1.61 | 7.11 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 1.74 | 6.95 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.97 | 5.92 |

附表 1-140 校准曲线相对响应因子测试数据

验证单位：广东实朴检测服务有限公司

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物名称 | \overline{RRF} | RSD (%) |
|------------------------------------|------------------|---------|
| 苯胺 | 0.9912 | 3.08 |
| 4-甲基苯胺 | 1.184 | 3.12 |
| 2-甲基苯胺 | 1.045 | 4.38 |
| 3-甲基苯胺 | 0.9443 | 3.67 |
| 2-氯苯胺 | 0.92 | 4.38 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.8139 | 4.08 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.8352 | 5.87 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.6471 | 4.71 |
| 3-氯苯胺 | 0.1934 | 5.75 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 0.8296 | 3.21 |
| 4-氯苯胺 | 0.6354 | 3.77 |
| 2-硝基苯胺 | 0.3536 | 9.12 |
| 3-硝基苯胺 | 0.2649 | 5.38 |
| 1-萘胺 | 1.005 | 6.80 |
| 2-萘胺 | 1.186 | 8.77 |
| 4-硝基苯胺 | 0.2015 | 5.04 |
| 4-氨基联苯胺 | 1.437 | 10.9 |
| 联苯胺 | 1.259 | 9.48 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 1.141 | 17.2 |

| 化合物名称 | \overline{RRF} | RSD (%) |
|------------|------------------|---------|
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.6796 | 11.2 |

附表 1-141 校准曲线相对响应因子测试数据

验证单位：西藏自治区生态环境监测中心

验证时间：2022 年 12 月

| 化合物 | \overline{RRF} | RSD (%) |
|------------------------------------|------------------|---------|
| 苯胺 | 1.125 | 5.72 |
| 4-甲基苯胺 | 1.049 | 13.3 |
| 2-甲基苯胺 | 1.036 | 4.39 |
| 3-甲基苯胺 | 0.936 | 3.99 |
| 2-氯苯胺 | 0.750 | 6.48 |
| 2,4-二甲基苯胺 | 0.696 | 13.7 |
| 2,6-二甲基苯胺 | 0.732 | 5.29 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.734 | 12.6 |
| 3-氯苯胺 | 0.687 | 14.7 |
| 4-氯苯胺- <i>d</i> ₂ (替代物) | 0.926 | 19.9 |
| 4-氯苯胺 | 0.773 | 5.43 |
| 2-硝基苯胺 | 0.418 | 25.0 |
| 3-硝基苯胺 | 0.448 | 25.6 |
| 1-萘胺 | 0.943 | 12.9 |
| 2-萘胺 | 1.047 | 13.1 |
| 4-硝基苯胺 | 0.327 | 26.6 |
| 4-氨基联苯胺 | 1.050 | 17.6 |
| 联苯胺 | 0.524 | 27.9 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.498 | 28.9 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.345 | 24.0 |

2 方法验证数据汇总

2.1 方法检出限、测定下限数据汇总

附表 2-1 为对 6 家实验室方法验证结果中检出限的统计分析，选择 6 家实验室测定的最大检出限作为本方法检出限，结果如下：

附表 2-1 方法检出限与测定下限数据汇总表

| 化合物名称 | 6 家验证实验室检出限 (mg/kg) | | | | | | 检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|-------|---------------------|---|---|---|---|---|-------------|--------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | |

| 化合物名称 | 6家验证实验室检出限 (mg/kg) | | | | | | 检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|----------------------------|--------------------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------|-----------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | | |
| 苯胺 | 0.042 | 0.028 | 0.064 | 0.041 | 0.021 | 0.016 | 0.07 | 0.28 |
| 4-甲基苯胺 | 0.040 | 0.026 | 0.066 | 0.028 | 0.021 | 0.016 | 0.07 | 0.28 |
| 2-甲基苯胺 | 0.046 | 0.020 | 0.057 | 0.035 | 0.027 | 0.016 | 0.06 | 0.24 |
| 3-甲基苯胺 | 0.048 | 0.027 | 0.073 | 0.028 | 0.026 | 0.016 | 0.08 | 0.32 |
| 2-氯苯胺 | 0.035 | 0.019 | 0.066 | 0.038 | 0.030 | 0.022 | 0.07 | 0.28 |
| 2,4-二甲苯胺 | 0.036 | 0.013 | 0.065 | 0.038 | 0.030 | 0.025 | 0.07 | 0.28 |
| 2,6-二甲苯胺 | 0.033 | 0.029 | 0.060 | 0.028 | 0.035 | 0.019 | 0.06 | 0.24 |
| 2-甲氧基苯胺 | 0.039 | 0.019 | 0.073 | 0.035 | 0.029 | 0.013 | 0.08 | 0.32 |
| 3-氯苯胺 | 0.034 | 0.028 | 0.077 | 0.025 | 0.033 | 0.019 | 0.08 | 0.32 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 0.037 | 0.023 | 0.062 | 0.069 | 0.032 | 0.047 | 0.07 | 0.28 |
| 4-氯苯胺 | 0.040 | 0.034 | 0.067 | 0.069 | 0.029 | 0.019 | 0.07 | 0.28 |
| 2-硝基苯胺 | 0.041 | 0.037 | 0.061 | 0.050 | 0.027 | 0.019 | 0.07 | 0.28 |
| 3-硝基苯胺 | 0.047 | 0.022 | 0.041 | 0.082 | 0.034 | 0.060 | 0.09 | 0.36 |
| 1-萘胺 | 0.042 | 0.020 | 0.041 | 0.060 | 0.035 | 0.016 | 0.06 | 0.24 |
| 2-萘胺 | 0.037 | 0.017 | 0.054 | 0.019 | 0.038 | 0.019 | 0.06 | 0.24 |
| 4-硝基苯胺 | 0.050 | 0.037 | 0.028 | 0.053 | 0.040 | 0.047 | 0.06 | 0.24 |
| 4-氨基联苯胺 | 0.041 | 0.040 | 0.040 | 0.069 | 0.041 | 0.019 | 0.07 | 0.28 |
| 联苯胺 | 0.045 | 0.020 | 0.022 | 0.060 | 0.021 | 0.019 | 0.06 | 0.24 |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 0.058 | 0.027 | 0.016 | 0.063 | 0.025 | 0.047 | 0.07 | 0.28 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.052 | 0.043 | 0.040 | 0.072 | 0.030 | 0.047 | 0.08 | 0.32 |

2.2 方法精密度数据汇总

附表 2-2 为对 6 家实验室方法验证结果进行汇总, 附表 2-3 为对 6 家实验室平行测定相对偏差进行汇总, 分别为空白石英砂加标 0.10 mg/kg~0.20 mg/kg、5.00 mg/kg 和 20.0 mg/kg; 西藏自治区土壤 (土壤 1) 加标 1.00 mg/kg, 山西省土壤 (土壤 2) 加标 10.0 mg/kg, 黑龙江省土壤 (土壤 3) 和江苏省土壤 (土壤 4) 加标 50.0 mg/kg, 海洋沉积物 (沉积物 1) 加标 1.00 mg/kg, 长江沉积物 (沉积物 2) 加标 10.0 mg/kg, 湖泊沉积物 (沉积物 3) 加标 50.0 mg/kg, 其数据汇总如下:

附表 2-2 方法精密度数据汇总表

| 化合物名称 | 样品类型 | 加标浓度 (mg/kg) | 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 (mg/kg) | 再现性限 (mg/kg) |
|-------|------|-----------------|----------------|---------------------|---------------------|-----------------|-----------------|
|-------|------|-----------------|----------------|---------------------|---------------------|-----------------|-----------------|

| 化合物名称 | 样品类型 | 加标浓度 (mg/kg) | 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 (mg/kg) | 再现性限 (mg/kg) |
|--------|-------|--------------|-------------|-------------|-------------|--------------|--------------|
| 苯胺 | 空白 | 0.20 | 0.09 | 4.4~16.7 | 21.1 | 0.03 | 0.06 |
| | | 5.00 | 3.97 | 4.2~12.8 | 10.1 | 0.87 | 1.37 |
| | | 20.0 | 15.4 | 2.7~10.1 | 10.9 | 2.64 | 5.29 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 0.74 | 3.1~11.3 | 9.1 | 0.14 | 0.23 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 8.46 | 3.3~8.5 | 12.1 | 1.42 | 3.16 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 41.0 | 3.4~13.4 | 5.6 | 9.49 | 10.8 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 40.3 | 4.1~12.8 | 14.4 | 9.62 | 18.5 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 0.73 | 3.6~12.7 | 6.9 | 0.14 | 0.19 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 7.85 | 3.9~9.5 | 13.8 | 1.58 | 3.36 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 37.6 | 5.2~15.1 | 4.7 | 9.91 | 10.3 |
| 4-甲基苯胺 | 空白 | 0.20 | 0.09 | 3.9~15.8 | 24.6 | 0.03 | 0.07 |
| | | 5.00 | 3.99 | 3.5~12.3 | 11.5 | 0.86 | 1.50 |
| | | 20.0 | 16.1 | 2.0~9.2 | 11.5 | 2.64 | 5.71 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 0.76 | 2.0~11.9 | 5.7 | 0.15 | 0.18 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 8.57 | 3.5~8.4 | 11.3 | 1.38 | 2.98 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 41.9 | 3.8~11.8 | 7.1 | 9.18 | 11.8 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 40.8 | 5.0~12.0 | 15.5 | 9.89 | 19.9 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 0.78 | 3.7~12.7 | 8.8 | 0.16 | 0.24 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 8.04 | 4.6~12.3 | 12.4 | 1.72 | 3.19 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 38.5 | 3.5~10.9 | 4.2 | 8.67 | 9.14 |
| 2-甲基苯胺 | 空白 | 0.20 | 0.12 | 3.8~13.1 | 37.3 | 0.03 | 0.13 |
| | | 5.0 | 4.06 | 3.6~14.0 | 10.0 | 0.95 | 1.43 |
| | | 20.0 | 15.8 | 3.1~9.4 | 10.5 | 2.62 | 5.21 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.78 | 2.6~10.0 | 6.7 | 0.15 | 0.20 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 8.66 | 2.5~8.3 | 10.9 | 1.38 | 2.93 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 41.6 | 2.1~12.0 | 4.6 | 9.36 | 10.1 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 42.6 | 2.8~10.5 | 11.6 | 9.39 | 16.3 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.76 | 3.0~12.5 | 7.8 | 0.14 | 0.21 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 8.02 | 5.3~11.4 | 13.6 | 1.77 | 3.46 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 38.5 | 4.3~8.9 | 6.2 | 7.71 | 9.72 |
| 3-甲基苯胺 | 空白 | 0.20 | 0.09 | 5.2~20.4 | 25.7 | 0.03 | 0.07 |
| | | 5.0 | 4.04 | 3.4~13.3 | 9.8 | 0.96 | 1.41 |
| | | 20.0 | 16.0 | 3.3~8.5 | 11.0 | 2.60 | 5.46 |

| 化合物名称 | 样品类型 | 加标浓度 (mg/kg) | 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 (mg/kg) | 再现性限 (mg/kg) |
|---------------|-------|--------------|-------------|-------------|-------------|--------------|--------------|
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.75 | 1.3~10.1 | 7.5 | 0.14 | 0.21 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 8.60 | 3.3~8.5 | 10.8 | 1.39 | 2.90 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 41.8 | 3.6~11.3 | 5.4 | 8.91 | 10.3 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 41.2 | 1.5~11.0 | 14.1 | 8.65 | 18.1 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.76 | 3.1~13.1 | 5.7 | 0.14 | 0.18 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 8.07 | 4.0~10.5 | 12.5 | 1.76 | 3.26 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 38.2 | 4.1~8.3 | 4.4 | 7.39 | 8.23 |
| 2-氯苯胺 | 空白 | 0.20 | 0.12 | 2.2~17.4 | 37.5 | 0.03 | 0.13 |
| | | 5.0 | 4.09 | 3.4~16.3 | 9.8 | 0.96 | 1.41 |
| | | 20.0 | 15.9 | 3.1~9.4 | 11.0 | 2.60 | 5.46 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.80 | 2.9~10.0 | 7.5 | 0.14 | 0.21 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 8.68 | 3.2~8.0 | 10.8 | 1.39 | 2.90 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 41.6 | 3.9~12.1 | 5.4 | 8.91 | 10.3 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 43.0 | 3.4~9.0 | 14.1 | 8.65 | 18.1 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.77 | 3.4~12.2 | 5.7 | 0.14 | 0.18 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 8.04 | 3.4~13.7 | 12.5 | 1.76 | 3.26 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 38.7 | 4.0~11.3 | 4.4 | 7.39 | 8.23 |
| 2,4-二甲 基苯胺 | 空白 | 0.20 | 0.12 | 3.0~14.8 | 35.5 | 0.03 | 0.12 |
| | | 5.0 | 4.02 | 3.7~11.1 | 12.4 | 0.89 | 1.61 |
| | | 20.0 | 16.2 | 2.8~8.4 | 12.9 | 2.57 | 6.29 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.77 | 3.2~10.1 | 6.8 | 0.15 | 0.20 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 8.72 | 2.7~8.3 | 12.2 | 1.32 | 3.21 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 42.5 | 2.3~12.2 | 6.2 | 9.41 | 11.3 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 43.0 | 1.6~12.8 | 13.4 | 9.64 | 18.4 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.76 | 3.6~13.8 | 4.7 | 0.16 | 0.18 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 8.27 | 5.1~10.8 | 13.1 | 1.77 | 3.44 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 39.4 | 5.5~11.2 | 6.2 | 9.13 | 10.8 |
| 2,6-二甲 基苯胺 | 空白 | 0.20 | 0.09 | 5.7~14.4 | 21.9 | 0.03 | 0.06 |
| | | 5.0 | 4.08 | 3.8~14.1 | 10.1 | 0.95 | 1.44 |
| | | 20.0 | 15.8 | 2.8~8.3 | 12.1 | 2.48 | 5.82 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.80 | 3.9~9.8 | 6.1 | 0.15 | 0.19 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 8.72 | 2.6~8.4 | 12.6 | 1.37 | 3.31 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 41.8 | 4.8~12.2 | 5.1 | 9.51 | 10.6 |

| 化合物名称 | 样品类型 | 加标浓度 (mg/kg) | 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 (mg/kg) | 再现性限 (mg/kg) |
|------------------------------------|-------|-----------------|----------------|---------------------|---------------------|-----------------|-----------------|
| | 土壤 4 | 50.0 | 43.7 | 3.4~10.9 | 11.1 | 9.69 | 16.4 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.76 | 3.2~12.8 | 6.9 | 0.14 | 0.20 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 8.24 | 2.4~11.3 | 12.9 | 1.86 | 3.42 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 39.7 | 4.8~9.0 | 7.9 | 8.16 | 11.5 |
| 2-甲氧基 苯胺 | 空白 | 0.20 | 0.13 | 3.6~16.2 | 35.3 | 0.03 | 0.13 |
| | | 5.0 | 4.22 | 3.3~10.7 | 10.9 | 0.85 | 1.50 |
| | | 20.0 | 16.5 | 2.9~7.9 | 13.0 | 2.61 | 6.44 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.79 | 2.2~10.7 | 6.6 | 0.16 | 0.21 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 8.92 | 3.2~8.8 | 11.0 | 1.40 | 3.04 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 43.7 | 2.1~9.1 | 4.9 | 8.62 | 9.92 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 43.8 | 3.2~11.9 | 11.6 | 10.1 | 16.9 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.78 | 3.2~14.3 | 5.4 | 0.16 | 0.19 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 8.37 | 4.8~11.9 | 13.7 | 1.75 | 3.59 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 40.7 | 5.5~8.9 | 8.0 | 8.16 | 11.8 |
| 3-氯苯胺 | 空白 | 0.20 | 0.09 | 4.3~19.4 | 18.5 | 0.03 | 0.06 |
| | | 5.0 | 4.16 | 3.1~11.3 | 10.2 | 0.81 | 1.40 |
| | | 20.0 | 16.6 | 3.6~7.8 | 13.8 | 2.71 | 6.89 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.82 | 3.4~11.0 | 5.3 | 0.16 | 0.19 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 8.96 | 2.9~7.7 | 9.9 | 1.26 | 2.74 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 43.0 | 2.1~9.2 | 5.7 | 8.76 | 10.5 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 44.1 | 3.4~11.7 | 8.9 | 11.2 | 15.0 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.81 | 4.0~16.2 | 5.1 | 0.19 | 0.21 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 8.52 | 4.0~10.9 | 13.8 | 1.66 | 3.62 |
| 沉积物 3 | 50.0 | 40.0 | 5.9~11.5 | 6.3 | 9.46 | 11.1 | |
| 4-氯苯胺 -d ₂ (替代 物) | 空白 | 0.20 | 0.14 | 4.1~13.7 | 32.1 | 0.04 | 0.13 |
| | | 5.0 | 4.33 | 3.1~11.8 | 19.1 | 0.83 | 2.44 |
| | | 20.0 | 15.8 | 2.3~11.4 | 12.1 | 3.17 | 6.06 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.79 | 2.0~10.3 | 9.0 | 0.14 | 0.24 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 8.46 | 2.8~12.9 | 14.9 | 1.44 | 3.76 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 42.2 | 2.2~9.3 | 4.8 | 8.40 | 9.56 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 41.8 | 3.3~10.0 | 13.0 | 9.37 | 17.5 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.82 | 4.1~14.1 | 8.5 | 0.19 | 0.26 |
| 沉积物 2 | 10.0 | 8.00 | 3.0~12.8 | 7.1 | 2.11 | 2.49 | |

| 化合物名称 | 样品类型 | 加标浓度 (mg/kg) | 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 (mg/kg) | 再现性限 (mg/kg) |
|------------|-------|-----------------|----------------|---------------------|---------------------|-----------------|-----------------|
| | 沉积物 3 | 50.0 | 40.0 | 2.7~10.6 | 4.8 | 7.94 | 8.99 |
| 4-氯苯胺 | 空白 | 0.20 | 0.12 | 6.5~16.6 | 39.1 | 0.04 | 0.14 |
| | | 5.0 | 4.10 | 3.3~12.0 | 9.5 | 0.76 | 1.29 |
| | | 20.0 | 15.9 | 2.3~7.0 | 13.2 | 2.42 | 6.26 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.79 | 1.9~9.8 | 9.8 | 0.14 | 0.25 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 8.84 | 2.7~7.9 | 12.1 | 1.32 | 3.22 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 42.5 | 6.7~9.3 | 4.4 | 9.43 | 10.1 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 42.2 | 3.3~10.0 | 10.8 | 9.47 | 15.4 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.78 | 5.1~13.7 | 4.9 | 0.19 | 0.21 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 8.28 | 4.9~13.1 | 15.3 | 1.82 | 3.91 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 39.3 | 3.7~9.5 | 5.0 | 8.06 | 9.17 |
| 2-硝基苯 胺 | 空白 | 0.20 | 0.12 | 6.1~14.7 | 42.3 | 0.03 | 0.15 |
| | | 5.0 | 4.44 | 2.4~10.9 | 9.4 | 0.94 | 1.45 |
| | | 20.0 | 17.6 | 3.7~9.2 | 13.0 | 3.22 | 7.02 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.86 | 2.7~13.3 | 15.7 | 0.21 | 0.42 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 9.47 | 0.9~8.4 | 13.3 | 1.52 | 3.79 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 44.0 | 4.2~10.0 | 10.4 | 8.77 | 15.1 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 46.6 | 3.2~11.5 | 12.3 | 10.6 | 18.7 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.78 | 2.2~12.9 | 11.5 | 0.19 | 0.31 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 8.61 | 3.8~11.2 | 16.8 | 1.92 | 4.41 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 37.9 | 3.2~10.8 | 11.7 | 8.87 | 14.9 |
| 3-硝基苯 胺 | 空白 | 0.20 | 0.14 | 4.5~15.3 | 34.5 | 0.05 | 0.14 |
| | | 5.0 | 4.57 | 2.4~13.2 | 13.1 | 0.92 | 1.88 |
| | | 20.0 | 17.7 | 4.4~8.7 | 17.6 | 2.85 | 9.08 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.79 | 3.3~11.0 | 10.9 | 0.16 | 0.28 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 8.19 | 3.7~11.1 | 26.3 | 1.84 | 6.26 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 44.1 | 4.2~8.1 | 10.3 | 7.51 | 14.5 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 44.1 | 1.8~10.8 | 12.8 | 8.61 | 17.7 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.79 | 4.9~14.9 | 6.1 | 0.20 | 0.23 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 8.51 | 3.0~13.6 | 15.7 | 2.07 | 4.19 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 37.1 | 3.2~11.6 | 9.2 | 8.53 | 12.4 |
| 1-萘胺 | 空白 | 0.20 | 0.10 | 6.4~13.6 | 26.4 | 0.03 | 0.08 |
| | | 5.0 | 4.21 | 3.4~6.8 | 13.9 | 0.65 | 1.74 |

| 化合物名称 | 样品类型 | 加标浓度 (mg/kg) | 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 (mg/kg) | 再现性限 (mg/kg) |
|---------|-------|--------------|-------------|-------------|-------------|--------------|--------------|
| | | 20.0 | 16.2 | 3.4~6.9 | 15.1 | 2.16 | 7.12 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.77 | 5.3~10.0 | 7.9 | 0.16 | 0.23 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 7.39 | 3.3~15.6 | 27.2 | 1.84 | 5.88 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 42.6 | 3.4~7.7 | 11.3 | 7.69 | 15.2 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 42.5 | 2.3~13.8 | 13.5 | 9.28 | 18.2 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.76 | 4.8~10.4 | 9.7 | 0.16 | 0.25 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 7.51 | 5.8~10.7 | 11.2 | 1.81 | 2.88 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 37.7 | 3.3~13.4 | 6.9 | 10.2 | 11.8 |
| 2-萘胺 | 空白 | 0.20 | 0.10 | 3.7~12.7 | 36.7 | 0.03 | 0.11 |
| | | 5.0 | 4.21 | 3.1~6.5 | 12.3 | 0.65 | 1.57 |
| | | 20.0 | 16.2 | 3.5~6.9 | 15.4 | 2.21 | 7.25 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.78 | 2.8~10.1 | 10.0 | 0.15 | 0.26 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 7.76 | 3~12.6 | 22.1 | 1.73 | 5.05 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 42.2 | 3.8~8.8 | 9.4 | 7.96 | 13.3 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 41.2 | 2.3~12.4 | 15.3 | 9.18 | 19.5 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.79 | 3.9~14.6 | 10.7 | 0.19 | 0.30 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 7.52 | 4.8~8.4 | 6.2 | 1.37 | 1.80 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 39.5 | 3.3~14.9 | 2.3 | 9.95 | 11.9 |
| 4-硝基苯胺 | 空白 | 0.20 | 0.15 | 5.5~17.5 | 38.5 | 0.04 | 0.17 |
| | | 5.0 | 4.66 | 2.2~9.9 | 14.5 | 0.90 | 2.06 |
| | | 20.0 | 17.8 | 4.6~10.8 | 16.7 | 3.56 | 8.90 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.84 | 1.6~11.5 | 12.2 | 0.18 | 0.33 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 9.62 | 2.6~8.5 | 10.8 | 1.53 | 3.23 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 45.4 | 2.6~8.7 | 5.8 | 8.13 | 10.4 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 45.7 | 2.6~14.8 | 6.2 | 9.77 | 11.9 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.84 | 3.4~14.5 | 12.8 | 0.21 | 0.36 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 8.89 | 2.9~9.8 | 15.3 | 1.57 | 4.07 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 39.8 | 3.7~13.8 | 11.3 | 9.98 | 15.5 |
| 4-氨基联苯胺 | 空白 | 0.20 | 0.14 | 7.5~12.9 | 29.2 | 0.04 | 0.12 |
| | | 5.0 | 4.50 | 2.5~7.8 | 13.4 | 0.70 | 1.81 |
| | | 20.0 | 16.9 | 3.5~7.4 | 17.2 | 2.32 | 8.42 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.78 | 3.5~13.2 | 8.9 | 0.21 | 0.27 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 9.54 | 2.4~8.4 | 12.1 | 1.51 | 3.51 |

| 化合物名称 | 样品类型 | 加标浓度 (mg/kg) | 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 (mg/kg) | 再现性限 (mg/kg) |
|-----------------|-------|--------------|-------------|-------------|-------------|--------------|--------------|
| | 土壤 3 | 50.0 | 44.6 | 3.1~10.0 | 4.0 | 8.00 | 8.87 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 42.3 | 3.2~13.1 | 12.2 | 9.36 | 16.8 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.94 | 5.4~11.4 | 11.2 | 0.23 | 0.36 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 8.25 | 3.5~9.3 | 12.0 | 1.37 | 3.05 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 42.0 | 3.5~12.2 | 6.7 | 9.76 | 11.9 |
| 联苯胺 | 空白 | 0.20 | 0.10 | 6.0~12.8 | 45.8 | 0.03 | 0.13 |
| | | 5.0 | 3.95 | 4.2~14.6 | 15.8 | 1.03 | 1.98 |
| | | 20.0 | 17.1 | 3.1~12.4 | 15.1 | 3.73 | 7.99 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.75 | 5.2~13.4 | 5.4 | 0.22 | 0.23 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 6.84 | 5.7~15.8 | 15.2 | 2.18 | 3.53 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 41.9 | 4.4~9.8 | 8.5 | 8.41 | 12.6 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 38.9 | 2.9~18.2 | 10.2 | 10.7 | 14.8 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.79 | 9.6~18.4 | 3.5 | 0.31 | 0.34 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 7.30 | 5.4~12.1 | 4.8 | 1.52 | 1.70 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 40.3 | 5.3~11.4 | 9.3 | 9.97 | 13.9 |
| 3,3'-二甲 基联苯胺 | 空白 | 0.20 | 0.11 | 6.2~16.3 | 41.2 | 0.04 | 0.13 |
| | | 5.0 | 3.97 | 3.7~17.5 | 12.1 | 1.07 | 1.66 |
| | | 20.0 | 17.5 | 3.3~13.2 | 15.3 | 3.91 | 8.30 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.76 | 4.1~16.8 | 8.6 | 0.21 | 0.27 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 6.73 | 5.5~16.7 | 12.9 | 2.24 | 3.18 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 40.4 | 4.7~13.6 | 7.6 | 10.3 | 12.8 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 39.2 | 4.5~16.8 | 13.4 | 10.2 | 17.4 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.73 | 8.1~20.7 | 8.3 | 0.29 | 0.31 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 7.36 | 4.1~13.8 | 8.7 | 1.87 | 2.48 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 38.6 | 5.8~13.9 | 11.5 | 10.1 | 15.4 |
| 3,3'-二氯 联苯胺 | 空白 | 0.20 | 0.14 | 7.3~14.1 | 25.9 | 0.05 | 0.11 |
| | | 5.0 | 4.22 | 3.8~12.7 | 11.9 | 1.04 | 1.70 |
| | | 20.0 | 17.8 | 3.9~11.7 | 11.8 | 3.85 | 6.89 |
| | 土壤 1 | 1.0 | 0.88 | 1.9~15.1 | 12.7 | 0.22 | 0.37 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 8.79 | 1.7~12.1 | 5.7 | 1.85 | 2.19 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 41.2 | 3.4~12.1 | 6.5 | 10.1 | 11.9 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 41.4 | 5.1~13.1 | 6.4 | 9.13 | 11.2 |
| | 沉积物 1 | 1.0 | 0.91 | 4.6~19.6 | 14.5 | 0.27 | 0.44 |

| 化合物名称 | 样品类型 | 加标浓度 (mg/kg) | 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 (mg/kg) | 再现性限 (mg/kg) |
|-------|-------|-----------------|----------------|---------------------|---------------------|-----------------|-----------------|
| | 沉积物 2 | 10.0 | 8.21 | 4.8~16.1 | 12.3 | 1.88 | 3.31 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 40.0 | 4.4~11.0 | 10.9 | 9.77 | 15.1 |

附表 2-3 平行测定相对偏差汇总表

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 |
|-------|----------|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 |
| 苯胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.40 | 12.7 | 0.76 | 6.95 | 37.3 | 34.6 | 0.66 | 6.87 | 30.8 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.93 | 14.6 | 0.84 | 7.78 | 42.4 | 38.6 | 0.72 | 7.64 | 38.2 |
| | | 相对偏差 (%) | 7.2 | 7.0 | 5.3 | 5.6 | 6.4 | 5.5 | 4.3 | 5.3 | 10.7 |
| | 2 | 最小值 (mg/kg) | 4.04 | 12.9 | 0.64 | 9.83 | 37.4 | 43.6 | 0.65 | 6.98 | 35.6 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.74 | 15.7 | 0.71 | 10.6 | 50.5 | 55.8 | 0.87 | 8.38 | 40.6 |
| | | 相对偏差 (%) | 8.0 | 9.8 | 5.2 | 3.8 | 14.9 | 12.3 | 14.6 | 9.1 | 6.6 |
| | 3 | 最小值 (mg/kg) | 3.30 | 15.0 | 0.64 | 7.53 | 40.5 | 37.0 | 0.68 | 6.23 | 36.8 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.64 | 15.9 | 0.70 | 8.69 | 44.6 | 41.5 | 0.81 | 7.34 | 41.3 |
| | | 相对偏差 (%) | 4.9 | 2.9 | 4.5 | 7.2 | 4.8 | 5.7 | 8.7 | 8.2 | 5.8 |
| | 4 | 最小值 (mg/kg) | 3.98 | 15.7 | 0.80 | 7.53 | 39.8 | 33.5 | 0.75 | 7.77 | 37.3 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.79 | 18.9 | 0.88 | 8.66 | 45.3 | 40.9 | 0.83 | 8.77 | 47.8 |
| | | 相对偏差 (%) | 9.2 | 9.2 | 4.8 | 7.0 | 6.5 | 9.9 | 5.1 | 6.0 | 12.3 |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 3.15 | 13.4 | 0.62 | 7.29 | 32.4 | 32.6 | 0.68 | 6.81 | 34.0 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.20 | 15.4 | 0.82 | 8.92 | 48.1 | 46.0 | 0.79 | 8.53 | 44.5 |
| | | 相对偏差 (%) | 14.3 | 6.9 | 13.9 | 10.1 | 19.5 | 17.0 | 7.5 | 11.2 | 13.4 |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 3.91 | 16.4 | 0.57 | 8.15 | 33.4 | 34.8 | 0.66 | 8.64 | 29.6 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.84 | 18.6 | 0.79 | 10.1 | 40.8 | 39.1 | 0.74 | 10.6 | 45.6 |
| | | 相对偏差 (%) | 10.6 | 6.3 | 16.2 | 10.7 | 10.0 | 5.8 | 5.8 | 10.2 | 21.3 |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 |
|--------|----------|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 |
| 4-甲基苯胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.41 | 13.1 | 0.76 | 7.03 | 37.6 | 36.0 | 0.71 | 6.67 | 31.3 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.71 | 15.3 | 0.86 | 7.87 | 44.2 | 41.6 | 0.80 | 7.60 | 38.9 |
| | | 相对偏差 (%) | 4.2 | 7.7 | 6.7 | 5.6 | 8.1 | 7.2 | 6.0 | 6.5 | 10.8 |
| | 2 | 最小值 (mg/kg) | 4.04 | 13.8 | 0.68 | 9.77 | 38.1 | 44.4 | 0.84 | 7.40 | 36.8 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.85 | 16.6 | 0.76 | 10.6 | 50.4 | 57.0 | 1.13 | 9.06 | 40.5 |
| | | 相对偏差 (%) | 9.1 | 9.2 | 5.6 | 4.1 | 13.9 | 12.4 | 14.6 | 10.1 | 4.8 |
| | 3 | 最小值 (mg/kg) | 3.43 | 16.5 | 0.74 | 8.14 | 43.5 | 38.2 | 0.69 | 6.70 | 39.8 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.86 | 17.3 | 0.78 | 9.17 | 48.7 | 43.3 | 0.84 | 7.66 | 45.0 |
| | | 相对偏差 (%) | 5.9 | 2.4 | 2.6 | 6.0 | 5.6 | 6.3 | 9.8 | 6.7 | 6.1 |
| | 4 | 最小值 (mg/kg) | 4.18 | 15.8 | 0.77 | 7.62 | 39.9 | 32.3 | 0.73 | 7.62 | 36.1 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.93 | 18.7 | 0.84 | 8.90 | 45.3 | 38.6 | 0.81 | 8.71 | 44.8 |
| | | 相对偏差 (%) | 8.2 | 8.4 | 4.3 | 7.7 | 6.3 | 8.9 | 5.2 | 6.7 | 10.8 |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 3.20 | 13.5 | 0.62 | 7.17 | 34.6 | 34.2 | 0.68 | 6.27 | 34.6 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.44 | 15.6 | 0.80 | 8.61 | 49.5 | 47.3 | 0.80 | 8.80 | 45.2 |
| | | 相对偏差 (%) | 16.2 | 7.2 | 12.7 | 9.1 | 17.7 | 16.1 | 8.1 | 16.8 | 13.3 |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 3.97 | 17.4 | 0.58 | 8.26 | 33.9 | 33.1 | 0.66 | 8.84 | 32.7 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.97 | 19.9 | 0.78 | 10.2 | 40.6 | 38.5 | 0.74 | 10.6 | 44.0 |
| | | 相对偏差 (%) | 11.2 | 6.7 | 14.5 | 10.5 | 9.0 | 7.5 | 5.7 | 9.1 | 14.7 |
| 2-甲基苯胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.42 | 12.7 | 0.74 | 7.01 | 36.8 | 35.8 | 0.66 | 6.60 | 31.1 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.71 | 14.8 | 0.85 | 7.79 | 43.6 | 42.0 | 0.72 | 7.53 | 39.3 |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 | |
|----------|----------|--------------|-------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | |
| | 2 | 相对偏差 (%) | 4.1 | 7.6 | 6.8 | 5.3 | 8.5 | 8.0 | 4.3 | 6.6 | 11.6 | |
| | | 最小值 (mg/kg) | 4.07 | 13.3 | 0.69 | 9.86 | 37.4 | 42.8 | 0.65 | 6.55 | 36.3 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.92 | 16.2 | 0.77 | 10.5 | 49.5 | 56.0 | 0.87 | 8.07 | 41.0 | |
| | | 相对偏差 (%) | 9.5 | 9.8 | 5.5 | 3.1 | 13.9 | 13.4 | 14.5 | 10.4 | 6.1 | |
| | 3 | 最小值 (mg/kg) | 3.44 | 15.0 | 0.72 | 7.88 | 41.3 | 41.4 | 0.70 | 6.70 | 38.3 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.84 | 16.3 | 0.78 | 8.99 | 44.0 | 44.2 | 0.84 | 8.07 | 43.0 | |
| | | 相对偏差 (%) | 5.5 | 4.2 | 4.0 | 6.6 | 3.2 | 3.3 | 9.1 | 9.3 | 5.8 | |
| | 4 | 最小值 (mg/kg) | 4.16 | 16.3 | 0.83 | 7.78 | 40.2 | 36.4 | 0.78 | 7.97 | 38.8 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.84 | 19.4 | 0.93 | 9.03 | 45.6 | 42.7 | 0.85 | 9.06 | 48.8 | |
| | | 相对偏差 (%) | 7.6 | 8.7 | 5.7 | 7.4 | 6.3 | 8.0 | 4.3 | 6.4 | 11.4 | |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 3.24 | 14.0 | 0.65 | 7.78 | 35.5 | 40.1 | 0.72 | 6.57 | 35.4 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.47 | 15.8 | 0.85 | 9.36 | 50.9 | 48.5 | 0.86 | 8.88 | 43.5 | |
| | | 相对偏差 (%) | 16.0 | 6.0 | 13.3 | 9.2 | 17.8 | 9.5 | 8.9 | 15.0 | 10.3 | |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 3.90 | 16.3 | 0.61 | 8.26 | 35.5 | 34.8 | 0.70 | 9.00 | 31.2 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.84 | 18.3 | 0.80 | 10.2 | 44.1 | 42.9 | 0.79 | 10.8 | 37.7 | |
| | | 相对偏差 (%) | 10.8 | 5.8 | 13.5 | 10.5 | 10.8 | 10.4 | 6.4 | 9.1 | 9.4 | |
| | 3-甲基苯胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.45 | 12.8 | 0.73 | 6.99 | 37.0 | 35.7 | 0.69 | 6.68 | 31.2 |
| | | | 最大值 (mg/kg) | 3.74 | 14.9 | 0.85 | 7.81 | 43.9 | 42.0 | 0.75 | 7.34 | 39.7 |
| 相对偏差 (%) | | | 4.0 | 7.6 | 7.6 | 5.5 | 8.5 | 8.1 | 4.2 | 4.7 | 12.0 | |
| | | 最小值 (mg/kg) | 3.79 | 13.8 | 0.71 | 9.73 | 37.2 | 42.6 | 0.68 | 7.03 | 36.8 | |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 | |
|-------------|----------|--------------|-------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.98 | 16.5 | 0.79 | 10.6 | 48.9 | 56.4 | 0.91 | 8.66 | 41.4 | |
| | | 相对偏差 (%) | 13.6 | 8.9 | 5.3 | 4.3 | 13.6 | 13.9 | 14.9 | 10.4 | 5.9 | |
| | 3 | 最小值 (mg/kg) | 3.39 | 14.8 | 0.67 | 7.64 | 41.1 | 37.4 | 0.68 | 6.70 | 38.3 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.80 | 16.2 | 0.69 | 8.64 | 45.7 | 39.5 | 0.82 | 8.83 | 42.7 | |
| | | 相对偏差 (%) | 5.7 | 4.5 | 1.6 | 6.1 | 5.3 | 2.7 | 9.3 | 13.7 | 5.4 | |
| | 4 | 最小值 (mg/kg) | 4.20 | 16.6 | 0.79 | 7.76 | 40.5 | 34.7 | 0.76 | 7.89 | 36.7 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.91 | 19.8 | 0.88 | 8.99 | 46.0 | 40.4 | 0.83 | 9.06 | 45.5 | |
| | | 相对偏差 (%) | 7.8 | 8.8 | 5.4 | 7.3 | 6.4 | 7.6 | 4.4 | 6.9 | 10.7 | |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 3.27 | 14.0 | 0.66 | 7.71 | 36.4 | 41.0 | 0.73 | 7.27 | 35.5 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.40 | 15.9 | 0.87 | 9.34 | 51.2 | 48.6 | 0.85 | 9.03 | 42.9 | |
| | | 相对偏差 (%) | 14.7 | 6.4 | 13.7 | 9.6 | 16.9 | 8.5 | 7.6 | 10.8 | 9.4 | |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 3.94 | 16.7 | 0.58 | 8.21 | 34.2 | 35.9 | 0.70 | 8.86 | 31.5 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.90 | 18.7 | 0.73 | 10.1 | 40.7 | 37.1 | 0.76 | 10.6 | 38.2 | |
| | | 相对偏差 (%) | 10.9 | 5.6 | 11.4 | 10.3 | 8.7 | 1.6 | 4.3 | 8.9 | 9.6 | |
| | 2-氯苯胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.49 | 12.9 | 0.79 | 6.95 | 36.5 | 36.9 | 0.70 | 6.69 | 30.9 |
| | | | 最大值 (mg/kg) | 3.77 | 15.2 | 0.90 | 7.79 | 44.0 | 44.3 | 0.77 | 7.32 | 40.2 |
| | | | 相对偏差 (%) | 3.9 | 8.2 | 6.4 | 5.7 | 9.3 | 9.1 | 4.8 | 4.5 | 13.1 |
| | | 2 | 最小值 (mg/kg) | 4.12 | 13.4 | 0.69 | 10.0 | 38.6 | 45.2 | 0.64 | 5.94 | 33.4 |
| 最大值 (mg/kg) | | | 4.98 | 16.3 | 0.77 | 10.7 | 51.3 | 56.3 | 0.86 | 8.01 | 37.9 | |
| 相对偏差 (%) | | | 9.5 | 9.8 | 5.5 | 3.4 | 14.1 | 10.9 | 14.9 | 14.8 | 6.3 | |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 |
|---------------|----------|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 |
| | 3 | 最小值 (mg/kg) | 3.31 | 14.9 | 0.76 | 8.02 | 41.2 | 40.9 | 0.69 | 7.20 | 39.5 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.76 | 16.2 | 0.83 | 8.94 | 46.1 | 44.2 | 0.82 | 7.81 | 44.5 |
| | | 相对偏差 (%) | 6.4 | 4.2 | 4.4 | 5.4 | 5.6 | 3.9 | 8.6 | 4.1 | 6.0 |
| | 4 | 最小值 (mg/kg) | 4.15 | 16.3 | 0.85 | 7.73 | 39.7 | 33.8 | 0.76 | 8.10 | 38.6 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.92 | 19.5 | 0.97 | 9.06 | 46.2 | 42.4 | 0.85 | 9.20 | 52.4 |
| | | 相对偏差 (%) | 8.5 | 8.9 | 6.6 | 7.9 | 7.6 | 11.3 | 5.6 | 6.4 | 15.2 |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 3.30 | 14.2 | 0.64 | 7.71 | 35.1 | 39.8 | 0.73 | 6.72 | 35.2 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.92 | 16.2 | 0.85 | 9.32 | 50.3 | 48.5 | 0.82 | 8.83 | 42.4 |
| | | 相对偏差 (%) | 19.7 | 6.6 | 14.1 | 9.5 | 17.8 | 9.9 | 5.8 | 13.6 | 9.3 |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 3.81 | 16.2 | 0.69 | 8.45 | 35.8 | 36.9 | 0.75 | 9.38 | 32.9 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.76 | 18.1 | 0.85 | 10.3 | 41.9 | 43.4 | 0.82 | 11.1 | 38.2 |
| | | 相对偏差 (%) | 11.1 | 5.5 | 10.3 | 9.9 | 7.9 | 8.1 | 4.6 | 8.4 | 7.5 |
| 2,4-二甲基 苯胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.41 | 13.0 | 0.74 | 6.99 | 36.7 | 36.4 | 0.69 | 6.60 | 31.2 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.75 | 15.5 | 0.88 | 7.88 | 44.6 | 44.3 | 0.78 | 7.63 | 40.6 |
| | | 相对偏差 (%) | 4.7 | 8.8 | 8.1 | 6.0 | 9.7 | 9.8 | 6.1 | 7.2 | 13.1 |
| | 2 | 最小值 (mg/kg) | 3.79 | 12.8 | 0.71 | 10.1 | 39.8 | 46.3 | 0.64 | 7.14 | 34.6 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.90 | 15.4 | 0.79 | 10.8 | 51.8 | 56.8 | 0.90 | 8.62 | 42.0 |
| | | 相对偏差 (%) | 12.8 | 9.2 | 5.3 | 3.3 | 13.1 | 10.2 | 16.8 | 9.4 | 9.7 |
| | 3 | 最小值 (mg/kg) | 3.45 | 16.2 | 0.65 | 8.43 | 44.2 | 41.6 | 0.69 | 7.60 | 40.5 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.86 | 17.4 | 0.71 | 9.36 | 46.5 | 44.5 | 0.84 | 9.70 | 45.8 |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 | |
|----------|---------------|--------------|-------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | |
| | 4 | 相对偏差 (%) | 5.6 | 3.6 | 4.4 | 5.2 | 2.5 | 3.4 | 9.8 | 12.1 | 6.1 | |
| | | 最小值 (mg/kg) | 4.24 | 16.5 | 0.81 | 7.74 | 39.5 | 35.5 | 0.74 | 7.73 | 39.6 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.94 | 19.6 | 0.90 | 9.10 | 45.0 | 41.4 | 0.82 | 8.78 | 48.9 | |
| | | 相对偏差 (%) | 7.6 | 8.6 | 5.3 | 8.1 | 6.5 | 7.7 | 5.1 | 6.4 | 10.5 | |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 3.02 | 13.7 | 0.65 | 7.52 | 35.6 | 34.1 | 0.72 | 6.81 | 35.2 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.07 | 15.6 | 0.86 | 8.65 | 51.1 | 49.2 | 0.82 | 8.85 | 46.7 | |
| | | 相对偏差 (%) | 14.8 | 6.5 | 13.9 | 7.0 | 17.9 | 18.1 | 6.5 | 13.0 | 14.0 | |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 4.01 | 17.4 | 0.68 | 8.39 | 36.1 | 38.2 | 0.72 | 9.43 | 32.8 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.96 | 19.6 | 0.83 | 10.3 | 43.1 | 39.7 | 0.89 | 11.1 | 40.4 | |
| | | 相对偏差 (%) | 10.6 | 5.9 | 9.7 | 10.2 | 8.8 | 1.9 | 10.4 | 8.1 | 10.4 | |
| | 2,6-二甲基 苯胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.43 | 12.8 | 0.77 | 6.88 | 36.0 | 36.4 | 0.69 | 7.00 | 30.8 |
| | | | 最大值 (mg/kg) | 3.78 | 15.1 | 0.90 | 7.72 | 43.9 | 44.8 | 0.75 | 7.43 | 40.8 |
| 相对偏差 (%) | | | 4.9 | 8.2 | 7.9 | 5.8 | 9.9 | 10.3 | 4.2 | 3.0 | 14.0 | |
| 2 | | 最小值 (mg/kg) | 4.01 | 12.5 | 0.73 | 10.3 | 39.3 | 45.1 | 0.65 | 6.82 | 34.3 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.89 | 15.0 | 0.81 | 10.9 | 50.9 | 56.4 | 0.87 | 8.73 | 41.9 | |
| | | 相对偏差 (%) | 9.9 | 9.1 | 5.2 | 2.8 | 12.9 | 11.1 | 14.5 | 12.3 | 10.0 | |
| 3 | | 最小值 (mg/kg) | 3.36 | 14.8 | 0.74 | 7.93 | 41.0 | 41.2 | 0.67 | 7.18 | 38.1 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.77 | 15.9 | 0.83 | 8.83 | 46.9 | 44.7 | 0.81 | 9.30 | 42.5 | |
| | | 相对偏差 (%) | 5.8 | 3.6 | 5.7 | 5.4 | 6.7 | 4.1 | 9.5 | 12.9 | 5.5 | |
| | | | 最小值 (mg/kg) | 4.24 | 16.7 | 0.84 | 7.72 | 39.0 | 37.2 | 0.77 | 7.80 | 42.5 |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 |
|-------------|-------------|--------------|-------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.91 | 19.8 | 0.96 | 9.00 | 44.3 | 43.1 | 0.85 | 8.85 | 52.5 |
| | | 相对偏差 (%) | 7.3 | 8.5 | 6.7 | 7.7 | 6.4 | 7.3 | 4.9 | 6.3 | 10.5 |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 3.32 | 14.2 | 0.68 | 7.94 | 35.6 | 36.5 | 0.75 | 6.91 | 36.0 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.63 | 16.1 | 0.89 | 9.44 | 51.0 | 49.2 | 0.87 | 8.95 | 43.6 |
| | | 相对偏差 (%) | 16.5 | 6.3 | 13.4 | 8.6 | 17.8 | 14.8 | 7.4 | 12.9 | 9.5 |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 3.93 | 16.4 | 0.66 | 8.35 | 36.6 | 38.6 | 0.72 | 9.37 | 34.1 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.83 | 18.3 | 0.78 | 10.3 | 43.4 | 44.6 | 0.84 | 11.1 | 41.0 |
| | | 相对偏差 (%) | 10.3 | 5.5 | 8.7 | 10.5 | 8.5 | 7.2 | 7.6 | 8.5 | 9.2 |
| | 2-甲氧基苯 胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.47 | 12.8 | 0.76 | 7.00 | 36.7 | 37.0 | 0.69 | 6.72 |
| 最大值 (mg/kg) | | | 3.74 | 15.4 | 0.89 | 7.83 | 45.8 | 46.0 | 0.79 | 7.58 | 42.1 |
| 相对偏差 (%) | | | 3.7 | 9.2 | 8.0 | 5.6 | 11.0 | 10.8 | 6.8 | 6.0 | 13.8 |
| 2 | | 最小值 (mg/kg) | 4.12 | 12.9 | 0.72 | 10.0 | 39.1 | 44.8 | 0.66 | 6.87 | 35.0 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.88 | 15.4 | 0.80 | 10.8 | 50.1 | 55.8 | 0.95 | 8.57 | 41.4 |
| | | 相对偏差 (%) | 8.4 | 8.8 | 5.3 | 3.8 | 12.3 | 10.9 | 17.6 | 11.0 | 8.4 |
| 3 | | 最小值 (mg/kg) | 3.53 | 16.4 | 0.72 | 8.59 | 45.1 | 42.6 | 0.72 | 7.89 | 41.8 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.93 | 17.7 | 0.76 | 9.37 | 47.5 | 46.1 | 0.87 | 8.95 | 47.3 |
| | | 相对偏差 (%) | 5.4 | 3.8 | 2.7 | 4.3 | 2.6 | 3.9 | 9.4 | 6.3 | 6.2 |
| 4 | | 最小值 (mg/kg) | 4.31 | 16.7 | 0.81 | 7.65 | 40.6 | 35.7 | 0.78 | 7.80 | 42.1 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.02 | 19.7 | 0.94 | 9.09 | 45.8 | 41.3 | 0.85 | 8.94 | 50.7 |
| | | 相对偏差 (%) | 7.6 | 8.2 | 7.4 | 8.6 | 6.0 | 7.3 | 4.3 | 6.8 | 9.3 |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 |
|-------|----------|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 3.69 | 14.7 | 0.69 | 8.49 | 39.8 | 36.1 | 0.74 | 6.92 | 36.5 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.78 | 17.0 | 0.91 | 9.95 | 52.6 | 50.8 | 0.87 | 9.38 | 45.2 |
| | | 相对偏差 (%) | 12.9 | 7.3 | 13.8 | 7.9 | 13.9 | 16.9 | 8.1 | 15.1 | 10.6 |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 4.04 | 17.5 | 0.60 | 8.29 | 37.1 | 37.5 | 0.73 | 9.62 | 34.0 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.95 | 20.0 | 0.79 | 10.3 | 44.3 | 43.1 | 0.83 | 11.2 | 41.7 |
| | | 相对偏差 (%) | 10.1 | 6.7 | 13.3 | 10.8 | 8.8 | 6.9 | 6.4 | 7.6 | 10.2 |
| 3-氯苯胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.48 | 12.8 | 0.74 | 6.96 | 37.3 | 37.4 | 0.70 | 6.55 | 32.5 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.79 | 15.4 | 0.90 | 7.91 | 46.7 | 47.1 | 0.79 | 7.72 | 43.5 |
| | | 相对偏差 (%) | 4.3 | 9.2 | 9.5 | 6.4 | 11.2 | 11.5 | 6.0 | 8.2 | 14.5 |
| | 2 | 最小值 (mg/kg) | 4.07 | 13.2 | 0.77 | 9.60 | 35.5 | 41.6 | 0.71 | 7.21 | 32.7 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.89 | 15.6 | 0.86 | 10.4 | 45.5 | 56.3 | 1.07 | 8.95 | 39.0 |
| | | 相对偏差 (%) | 9.2 | 8.3 | 5.5 | 4.0 | 12.3 | 15.0 | 20.2 | 10.8 | 8.8 |
| | 3 | 最小值 (mg/kg) | 3.49 | 15.6 | 0.70 | 8.65 | 44.5 | 41.9 | 0.74 | 7.87 | 41.1 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.92 | 17.2 | 0.77 | 9.39 | 46.9 | 45.9 | 0.89 | 8.78 | 47.4 |
| | | 相对偏差 (%) | 5.8 | 4.9 | 4.8 | 4.1 | 2.6 | 4.6 | 9.2 | 5.5 | 7.1 |
| | 4 | 最小值 (mg/kg) | 3.97 | 18.3 | 0.79 | 7.97 | 37.5 | 36.9 | 0.79 | 8.27 | 35.5 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.35 | 21.6 | 0.91 | 9.10 | 43.8 | 45.6 | 0.96 | 9.26 | 45.7 |
| | | 相对偏差 (%) | 4.6 | 8.3 | 7.1 | 6.6 | 7.7 | 10.5 | 9.7 | 5.6 | 12.6 |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 3.81 | 14.8 | 0.69 | 8.67 | 40.7 | 37.4 | 0.80 | 7.30 | 37.1 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.14 | 17.4 | 0.96 | 9.93 | 53.7 | 52.0 | 0.89 | 9.53 | 48.9 |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 |
|-------------------------------|----------|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 |
| | 6 | 相对偏差 (%) | 14.9 | 8.1 | 16.4 | 6.8 | 13.8 | 16.3 | 5.3 | 13.3 | 13.7 |
| | | 最小值 (mg/kg) | 4.04 | 17.3 | 0.79 | 8.79 | 38.2 | 39.4 | 0.76 | 9.83 | 36.1 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.89 | 19.4 | 0.91 | 10.6 | 45.6 | 45.4 | 0.85 | 11.3 | 43.4 |
| | | 相对偏差 (%) | 9.5 | 5.7 | 6.6 | 9.3 | 8.8 | 7.1 | 5.6 | 7.0 | 9.2 |
| 4-氯苯胺-d ₂ (替代物) | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.52 | 12.7 | 0.74 | 6.99 | 37.3 | 37.1 | 0.70 | 6.14 | 33.2 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.90 | 15.4 | 0.88 | 7.90 | 47.2 | 47.5 | 0.78 | 7.82 | 44.5 |
| | | 相对偏差 (%) | 5.1 | 9.6 | 8.1 | 6.1 | 11.7 | 12.3 | 5.4 | 12.0 | 14.5 |
| | 2 | 最小值 (mg/kg) | 4.12 | 13.0 | 0.76 | 10.2 | 38.7 | 43.8 | 0.75 | 7.46 | 38.4 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.89 | 15.0 | 0.85 | 10.9 | 49.3 | 54.9 | 1.05 | 8.04 | 42.5 |
| | | 相对偏差 (%) | 8.5 | 7.1 | 5.6 | 3.3 | 12.0 | 11.2 | 16.7 | 3.7 | 5.1 |
| | 3 | 最小值 (mg/kg) | 3.37 | 15.2 | 0.66 | 8.04 | 41.4 | 37.8 | 0.69 | 7.30 | 38.8 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.81 | 16.1 | 0.70 | 8.83 | 44.0 | 41.3 | 0.83 | 9.42 | 44.2 |
| | | 相对偏差 (%) | 6.1 | 2.9 | 2.9 | 4.7 | 3.0 | 4.4 | 9.2 | 12.7 | 6.5 |
| | 4 | 最小值 (mg/kg) | 4.07 | 17.6 | 0.81 | 7.70 | 36.7 | 32.0 | 0.82 | 8.32 | 38.0 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.40 | 20.8 | 0.93 | 8.90 | 42.0 | 40.9 | 0.98 | 9.70 | 51.5 |
| | | 相对偏差 (%) | 3.9 | 8.3 | 6.9 | 7.2 | 6.7 | 12.2 | 8.9 | 7.7 | 15.1 |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 3.54 | 14.4 | 0.65 | 8.21 | 38.5 | 38.6 | 0.69 | 6.41 | 35.7 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.56 | 16.3 | 0.85 | 9.87 | 50.6 | 46.9 | 0.85 | 9.43 | 41.2 |
| | | 相对偏差 (%) | 12.6 | 6.2 | 13.3 | 9.2 | 13.6 | 9.7 | 10.4 | 19.1 | 7.2 |
| | | 最小值 (mg/kg) | 5.32 | 14.7 | 0.75 | 6.13 | 37.9 | 36.1 | 0.86 | 6.89 | 37.1 |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 |
|-------|----------|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 6.41 | 19.2 | 0.85 | 8.29 | 41.9 | 42.7 | 0.99 | 9.83 | 40.2 |
| | | 相对偏差 (%) | 9.3 | 13.3 | 6.1 | 15.0 | 5.0 | 8.4 | 7.2 | 17.6 | 4.0 |
| 4-氯苯胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.47 | 12.7 | 0.72 | 6.86 | 37.1 | 37.1 | 0.68 | 6.04 | 32.8 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.85 | 15.2 | 0.88 | 7.84 | 46.7 | 47.2 | 0.78 | 7.77 | 43.7 |
| | | 相对偏差 (%) | 5.2 | 9.0 | 9.8 | 6.7 | 11.5 | 12.0 | 6.8 | 12.5 | 14.2 |
| | 2 | 最小值 (mg/kg) | 4.21 | 12.8 | 0.76 | 10.1 | 38.6 | 43.5 | 0.74 | 6.65 | 35.0 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.79 | 14.9 | 0.83 | 10.8 | 48.8 | 54.3 | 1.03 | 7.93 | 38.7 |
| | | 相对偏差 (%) | 6.4 | 7.6 | 4.4 | 3.3 | 11.7 | 11.0 | 16.4 | 8.8 | 5.0 |
| | 3 | 最小值 (mg/kg) | 3.36 | 15.0 | 0.65 | 7.98 | 38.7 | 37.9 | 0.70 | 7.23 | 38.7 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.80 | 15.9 | 0.68 | 8.78 | 47.5 | 41.3 | 0.84 | 8.35 | 44.5 |
| | | 相对偏差 (%) | 6.1 | 2.9 | 2.3 | 4.8 | 10.2 | 4.3 | 9.1 | 7.2 | 7.0 |
| | 4 | 最小值 (mg/kg) | 4.05 | 17.7 | 0.82 | 7.71 | 35.9 | 35.2 | 0.77 | 8.16 | 38.1 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.38 | 20.8 | 0.95 | 8.75 | 41.7 | 42.5 | 0.94 | 9.85 | 49.5 |
| | | 相对偏差 (%) | 3.9 | 8.1 | 7.3 | 6.3 | 7.5 | 9.4 | 9.9 | 9.4 | 13.0 |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 3.53 | 14.3 | 0.65 | 8.26 | 38.5 | 35.5 | 0.69 | 6.33 | 35.2 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.58 | 16.3 | 0.84 | 9.91 | 50.4 | 46.8 | 0.84 | 9.37 | 41.3 |
| | | 相对偏差 (%) | 12.9 | 6.5 | 12.8 | 9.1 | 13.4 | 13.7 | 9.8 | 19.4 | 8.0 |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 4.05 | 16.3 | 0.75 | 8.72 | 38.6 | 38.4 | 0.69 | 9.60 | 35.7 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.84 | 18.3 | 0.86 | 10.6 | 45.4 | 43.9 | 0.85 | 11.2 | 43.0 |
| | | 相对偏差 (%) | 8.9 | 5.8 | 6.5 | 9.7 | 8.1 | 6.7 | 10.1 | 7.7 | 9.3 |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 |
|--------|----------|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 |
| 2-硝基苯胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.52 | 12.6 | 0.80 | 7.23 | 35.5 | 40.1 | 0.61 | 6.61 | 35.0 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.77 | 16.2 | 1.09 | 8.55 | 46.3 | 53.4 | 0.82 | 8.66 | 48.6 |
| | | 相对偏差 (%) | 3.4 | 12.5 | 15.2 | 8.4 | 13.2 | 14.2 | 14.9 | 13.4 | 16.3 |
| | 2 | 最小值 (mg/kg) | 4.15 | 14.9 | 0.72 | 11.2 | 47.0 | 52.8 | 0.63 | 6.82 | 40.9 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.98 | 18.3 | 0.89 | 12.0 | 56.9 | 61.9 | 0.88 | 9.11 | 43.9 |
| | | 相对偏差 (%) | 9.1 | 10.2 | 10.6 | 3.4 | 9.5 | 7.9 | 16.6 | 14.4 | 3.5 |
| | 3 | 最小值 (mg/kg) | 3.79 | 16.8 | 1.03 | 8.62 | 37.3 | 43.3 | 0.76 | 7.56 | 31.8 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.96 | 18.6 | 1.10 | 8.80 | 42.1 | 46.5 | 0.94 | 9.05 | 35.1 |
| | | 相对偏差 (%) | 13.4 | 5.1 | 3.3 | 1.0 | 6.0 | 3.6 | 10.6 | 9.0 | 4.9 |
| | 4 | 最小值 (mg/kg) | 4.40 | 18.3 | 0.80 | 7.80 | 38.2 | 32.0 | 0.84 | 7.37 | 35.3 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.28 | 22.5 | 0.98 | 9.54 | 50.3 | 45.2 | 1.03 | 8.27 | 47.8 |
| | | 相对偏差 (%) | 9.1 | 10.3 | 10.1 | 10.0 | 13.7 | 17.1 | 10.2 | 5.8 | 15.0 |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 4.08 | 15.4 | 0.57 | 8.62 | 44.0 | 38.6 | 0.62 | 6.92 | 30.7 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.13 | 17.3 | 0.76 | 9.93 | 50.8 | 48.7 | 0.77 | 9.11 | 39.7 |
| | | 相对偏差 (%) | 11.4 | 5.8 | 14.3 | 7.1 | 7.2 | 11.6 | 10.8 | 13.7 | 12.8 |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 4.02 | 17.7 | 0.75 | 9.26 | 39.4 | 44.3 | 0.77 | 10.6 | 30.5 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.84 | 20.6 | 0.82 | 11.6 | 44.8 | 49.9 | 0.82 | 11.8 | 36.5 |
| | | 相对偏差 (%) | 9.3 | 7.6 | 4.6 | 11.2 | 6.4 | 5.9 | 3.3 | 5.4 | 9.0 |
| 3-硝基苯胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.31 | 12.6 | 0.82 | 7.04 | 39.5 | 40.1 | 0.70 | 6.91 | 33.4 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.54 | 14.6 | 0.89 | 8.44 | 43.6 | 42.2 | 0.88 | 7.71 | 41.8 |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 | |
|----------|----------|--------------|-------------|------|------|------|------|------|------|-------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | |
| | 2 | 相对偏差 (%) | 3.4 | 7.4 | 4.2 | 9.0 | 4.9 | 2.6 | 11.3 | 5.5 | 11.2 | |
| | | 最小值 (mg/kg) | 4.44 | 14.3 | 0.72 | 10.3 | 44.3 | 50.4 | 0.72 | 7.88 | 37.3 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.78 | 17.4 | 0.85 | 11.3 | 53.5 | 58.1 | 1.04 | 11.70 | 40.3 | |
| | | 相对偏差 (%) | 3.7 | 9.8 | 8.3 | 4.6 | 9.4 | 7.1 | 18.2 | 19.5 | 3.9 | |
| | 3 | 最小值 (mg/kg) | 3.93 | 16.9 | 0.70 | 6.61 | 34.9 | 36.4 | 0.76 | 7.71 | 32.0 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.52 | 18.8 | 0.79 | 7.12 | 41.0 | 42.3 | 0.86 | 9.08 | 35.6 | |
| | | 相对偏差 (%) | 16.8 | 5.3 | 6.1 | 3.7 | 8.0 | 7.5 | 6.0 | 8.2 | 5.3 | |
| | 4 | 最小值 (mg/kg) | 4.77 | 18.7 | 0.80 | 6.54 | 43.5 | 36.0 | 0.79 | 7.46 | 35.2 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.14 | 21.9 | 1.06 | 9.08 | 48.8 | 46.6 | 0.96 | 8.09 | 47.0 | |
| | | 相对偏差 (%) | 3.7 | 7.9 | 14.0 | 16.3 | 5.7 | 12.8 | 9.7 | 4.1 | 14.4 | |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 4.29 | 15.2 | 0.56 | 8.38 | 45.6 | 37.6 | 0.65 | 6.74 | 32.5 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.38 | 18.1 | 0.79 | 9.84 | 50.9 | 50.6 | 0.81 | 8.83 | 39.2 | |
| | | 相对偏差 (%) | 11.3 | 8.7 | 17.0 | 8.0 | 5.5 | 14.7 | 11.0 | 13.4 | 9.3 | |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 4.41 | 20.5 | 0.68 | 8.02 | 39.2 | 41.2 | 0.71 | 8.47 | 30.3 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.19 | 23.3 | 0.75 | 10.6 | 48.0 | 44.7 | 0.82 | 9.68 | 41.0 | |
| | | 相对偏差 (%) | 8.1 | 6.4 | 5.4 | 13.9 | 10.1 | 4.1 | 6.7 | 6.7 | 15.0 | |
| | 1-萘胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.39 | 12.9 | 0.71 | 6.00 | 34.2 | 38.8 | 0.68 | 8.46 | 32.2 |
| | | | 最大值 (mg/kg) | 3.66 | 14.2 | 0.87 | 7.69 | 38.0 | 41.1 | 0.81 | 9.61 | 39.4 |
| 相对偏差 (%) | | | 3.8 | 4.8 | 9.7 | 12.3 | 5.3 | 2.9 | 9.1 | 6.4 | 10.1 | |
| | | 最小值 (mg/kg) | 4.18 | 13.3 | 0.71 | 10.3 | 42.9 | 45.3 | 0.60 | 7.11 | 37.0 | |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 |
|-------------|----------|--------------|-------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.74 | 15.5 | 0.83 | 11.1 | 52.4 | 55.0 | 0.80 | 8.59 | 40.1 |
| | | 相对偏差 (%) | 6.3 | 7.6 | 7.8 | 3.7 | 10.0 | 9.7 | 14.3 | 9.4 | 4.0 |
| | 3 | 最小值 (mg/kg) | 3.15 | 14.7 | 0.63 | 7.86 | 35.0 | 40.0 | 0.65 | 6.30 | 33.6 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.70 | 16.2 | 0.74 | 8.69 | 41.4 | 43.7 | 0.74 | 7.63 | 44.2 |
| | | 相对偏差 (%) | 8.0 | 4.9 | 8.0 | 5.0 | 8.4 | 4.4 | 6.2 | 9.5 | 13.6 |
| | 4 | 最小值 (mg/kg) | 4.18 | 18.7 | 0.72 | 5.55 | 42.2 | 31.4 | 0.71 | 6.09 | 35.2 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.59 | 21.6 | 0.90 | 8.15 | 46.4 | 45.6 | 0.88 | 7.56 | 48.8 |
| | | 相对偏差 (%) | 4.7 | 7.2 | 11.1 | 19.0 | 4.7 | 18.4 | 10.7 | 10.8 | 16.2 |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 4.08 | 14.8 | 0.68 | 8.24 | 42.7 | 39.7 | 0.72 | 6.96 | 34.6 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.95 | 16.8 | 0.92 | 9.61 | 51.5 | 51.2 | 0.92 | 8.80 | 45.2 |
| | | 相对偏差 (%) | 9.6 | 6.3 | 15.0 | 7.7 | 9.3 | 12.7 | 12.2 | 11.7 | 13.3 |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 4.27 | 17.2 | 0.63 | 6.41 | 38.9 | 35.5 | 0.81 | 5.88 | 31.1 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.05 | 19.2 | 0.72 | 8.13 | 46.9 | 41.5 | 0.92 | 7.94 | 38.0 |
| | | 相对偏差 (%) | 8.4 | 5.5 | 6.9 | 11.8 | 9.3 | 7.8 | 5.9 | 14.9 | 10.0 |
| | 2-萘胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.40 | 13.1 | 0.61 | 6.60 | 36.0 | 38.0 | 0.61 | 6.54 |
| 最大值 (mg/kg) | | | 3.71 | 14.4 | 0.76 | 8.14 | 44.4 | 40.6 | 0.77 | 7.43 | 42.1 |
| 相对偏差 (%) | | | 4.4 | 4.7 | 10.5 | 10.4 | 10.4 | 3.3 | 11.5 | 6.4 | 9.5 |
| 2 | | 最小值 (mg/kg) | 4.09 | 13.2 | 0.72 | 10.3 | 41.5 | 44.2 | 0.73 | 6.92 | 37.2 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.78 | 15.3 | 0.84 | 11.1 | 50.8 | 53.3 | 1.04 | 8.20 | 40.0 |
| | | 相对偏差 (%) | 7.8 | 7.4 | 7.7 | 3.7 | 10.1 | 9.3 | 17.5 | 8.5 | 3.6 |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 |
|--------|----------|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 |
| | 3 | 最小值 (mg/kg) | 3.30 | 14.7 | 0.73 | 8.69 | 36.4 | 37.7 | 0.62 | 6.43 | 37.1 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.88 | 16.2 | 0.79 | 9.41 | 39.8 | 40.3 | 0.71 | 7.70 | 44.1 |
| | | 相对偏差 (%) | 8.1 | 4.9 | 3.9 | 4.0 | 4.5 | 3.3 | 6.8 | 9.0 | 8.6 |
| | 4 | 最小值 (mg/kg) | 4.25 | 18.6 | 0.70 | 5.69 | 41.8 | 31.2 | 0.77 | 7.15 | 34.6 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.64 | 21.7 | 0.83 | 7.73 | 46.6 | 43.1 | 0.95 | 8.01 | 50.2 |
| | | 相对偏差 (%) | 4.4 | 7.7 | 8.5 | 15.2 | 5.4 | 16.0 | 10.5 | 5.7 | 18.4 |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 4.12 | 14.5 | 0.69 | 8.02 | 43.0 | 39.0 | 0.75 | 6.92 | 35.4 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.86 | 16.6 | 0.94 | 9.38 | 51.9 | 52.3 | 0.95 | 8.56 | 46.1 |
| | | 相对偏差 (%) | 8.2 | 6.8 | 15.3 | 7.8 | 9.4 | 14.6 | 11.8 | 10.6 | 13.1 |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 4.29 | 17.3 | 0.86 | 6.29 | 34.3 | 33.6 | 0.83 | 7.23 | 36.0 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.01 | 19.1 | 0.95 | 8.75 | 41.1 | 38.4 | 0.93 | 8.44 | 43.3 |
| | | 相对偏差 (%) | 7.7 | 4.9 | 5.0 | 16.4 | 9.0 | 6.7 | 5.5 | 7.7 | 9.2 |
| 4-硝基苯胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.48 | 12.7 | 0.78 | 7.93 | 41.6 | 40.7 | 0.64 | 7.96 | 35.5 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.72 | 14.9 | 1.01 | 8.90 | 51.1 | 45.6 | 0.79 | 8.71 | 45.6 |
| | | 相对偏差 (%) | 3.3 | 8.0 | 12.8 | 5.8 | 10.2 | 5.7 | 10.3 | 4.5 | 12.5 |
| | 2 | 最小值 (mg/kg) | 4.06 | 13.8 | 0.69 | 10.9 | 40.4 | 46.3 | 0.72 | 7.43 | 39.1 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.88 | 17.9 | 0.87 | 11.8 | 48.4 | 51.9 | 1.03 | 9.85 | 42.6 |
| | | 相对偏差 (%) | 9.2 | 12.9 | 11.5 | 4.0 | 9.0 | 5.7 | 17.7 | 14.0 | 4.3 |
| | 3 | 最小值 (mg/kg) | 3.93 | 17.1 | 0.99 | 8.82 | 40.1 | 45.4 | 0.92 | 8.24 | 34.2 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.10 | 19.5 | 1.03 | 9.52 | 43.0 | 48.7 | 1.09 | 9.32 | 39.1 |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 | |
|----------|-------------|--------------|-------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | |
| | 4 | 相对偏差 (%) | 13.0 | 6.6 | 2.0 | 3.8 | 3.5 | 3.5 | 8.5 | 6.2 | 6.7 | |
| | | 最小值 (mg/kg) | 5.21 | 19.6 | 0.83 | 8.53 | 43.5 | 35.9 | 0.86 | 7.88 | 39.4 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.49 | 22.3 | 0.91 | 9.79 | 47.8 | 45.3 | 1.02 | 9.04 | 52.5 | |
| | | 相对偏差 (%) | 2.6 | 6.4 | 4.6 | 6.9 | 4.7 | 11.6 | 8.5 | 6.9 | 14.3 | |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 4.50 | 15.1 | 0.58 | 7.93 | 45.9 | 37.2 | 0.68 | 6.32 | 30.0 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 6.02 | 19.6 | 0.81 | 9.83 | 51.3 | 54.2 | 0.91 | 8.30 | 42.7 | |
| | | 相对偏差 (%) | 14.4 | 13.0 | 16.5 | 10.7 | 5.6 | 18.6 | 14.5 | 13.5 | 17.5 | |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 4.46 | 19.4 | 0.73 | 9.30 | 42.0 | 44.7 | 0.77 | 10.8 | 33.1 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.16 | 22.8 | 0.81 | 11.4 | 50.2 | 49.0 | 0.84 | 11.8 | 40.8 | |
| | | 相对偏差 (%) | 7.3 | 8.1 | 5.2 | 10.1 | 8.9 | 4.6 | 4.7 | 4.4 | 10.4 | |
| | 4-氨基联苯 胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.62 | 13.0 | 0.71 | 7.68 | 41.0 | 38.0 | 0.74 | 7.62 | 35.2 |
| | | | 最大值 (mg/kg) | 3.93 | 14.7 | 0.94 | 8.65 | 48.2 | 43.4 | 0.87 | 8.39 | 44.3 |
| 相对偏差 (%) | | | 4.1 | 6.1 | 13.6 | 5.9 | 8.1 | 6.6 | 7.7 | 4.8 | 11.4 | |
| 2 | | 最小值 (mg/kg) | 4.02 | 13.8 | 0.69 | 11.2 | 42.1 | 43.5 | 0.94 | 6.94 | 39.5 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.29 | 16.3 | 0.87 | 11.9 | 49.8 | 51.0 | 1.26 | 8.16 | 42.7 | |
| | | 相对偏差 (%) | 3.2 | 8.3 | 11.5 | 3.0 | 8.4 | 7.9 | 14.5 | 8.1 | 3.9 | |
| 3 | | 最小值 (mg/kg) | 3.70 | 16.3 | 0.65 | 8.38 | 40.9 | 37.0 | 0.92 | 7.80 | 38.9 | |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.34 | 17.9 | 0.72 | 9.52 | 45.9 | 40.4 | 1.06 | 8.70 | 42.9 | |
| | | 相对偏差 (%) | 8.0 | 4.7 | 5.1 | 6.4 | 5.8 | 4.4 | 7.1 | 5.5 | 4.9 | |
| | | | 最小值 (mg/kg) | 4.59 | 20.6 | 0.74 | 8.66 | 44.2 | 32.9 | 0.77 | 7.33 | 39.5 |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 |
|-------------|----------|--------------|-------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.14 | 23.1 | 0.87 | 9.63 | 48.6 | 41.1 | 0.99 | 8.12 | 51.7 |
| | | 相对偏差 (%) | 5.7 | 5.7 | 8.1 | 5.3 | 4.7 | 11.1 | 12.5 | 5.1 | 13.4 |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 4.60 | 14.7 | 0.69 | 8.01 | 38.7 | 39.8 | 0.78 | 6.38 | 35.6 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.77 | 17.0 | 0.99 | 9.64 | 51.3 | 56.4 | 1.05 | 8.38 | 48.5 |
| | | 相对偏差 (%) | 11.3 | 7.3 | 17.9 | 9.2 | 14.0 | 17.3 | 14.8 | 13.6 | 15.3 |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 4.47 | 17.7 | 0.68 | 9.26 | 38.9 | 38.3 | 0.92 | 9.08 | 37.7 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.24 | 19.5 | 0.78 | 11.4 | 45.9 | 41.3 | 1.15 | 10.7 | 45.3 |
| | | 相对偏差 (%) | 7.9 | 4.8 | 7.0 | 10.4 | 8.3 | 3.8 | 11.1 | 8.2 | 9.2 |
| | 联苯胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.42 | 13.9 | 0.72 | 7.45 | 39.7 | 33.7 | 0.67 | 7.20 |
| 最大值 (mg/kg) | | | 3.85 | 15.6 | 0.89 | 8.94 | 48.5 | 41.0 | 0.91 | 8.23 | 44.5 |
| 相对偏差 (%) | | | 5.9 | 5.8 | 10.4 | 9.1 | 10.0 | 9.8 | 15.7 | 6.7 | 14.1 |
| 2 | | 最小值 (mg/kg) | 3.24 | 12.8 | 0.72 | 6.52 | 34.7 | 40.0 | 0.66 | 7.07 | 40.8 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.69 | 18.0 | 1.00 | 9.25 | 44.0 | 44.7 | 0.91 | 8.15 | 47.1 |
| | | 相对偏差 (%) | 6.5 | 16.9 | 15.9 | 17.3 | 11.8 | 5.5 | 16.3 | 7.1 | 7.2 |
| 3 | | 最小值 (mg/kg) | 2.91 | 17.1 | 0.60 | 6.21 | 38.0 | 42.3 | 0.63 | 6.60 | 38.2 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.38 | 18.5 | 0.82 | 7.27 | 43.9 | 46.0 | 0.87 | 7.91 | 44.5 |
| | | 相对偏差 (%) | 20.2 | 3.9 | 15.6 | 7.9 | 7.2 | 4.2 | 16.0 | 9.0 | 7.6 |
| 4 | | 最小值 (mg/kg) | 4.08 | 19.3 | 0.69 | 6.74 | 41.5 | 33.0 | 0.67 | 6.65 | 39.8 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.61 | 21.7 | 0.79 | 8.25 | 47.2 | 39.6 | 0.86 | 7.63 | 53.0 |
| | | 相对偏差 (%) | 6.1 | 5.9 | 6.8 | 10.1 | 6.4 | 9.1 | 12.1 | 6.9 | 14.2 |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 |
|-----------------|----------|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 2.87 | 13.2 | 0.64 | 5.31 | 42.8 | 32.5 | 0.65 | 5.73 | 34.0 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.19 | 17.4 | 0.84 | 7.92 | 49.9 | 51.2 | 1.05 | 8.03 | 40.4 |
| | | 相对偏差 (%) | 18.7 | 13.7 | 13.2 | 19.7 | 7.7 | 22.3 | 23.5 | 16.7 | 8.6 |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 4.33 | 17.7 | 0.60 | 6.24 | 33.9 | 30.6 | 0.70 | 7.02 | 31.9 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.60 | 21.9 | 0.83 | 8.54 | 40.0 | 39.7 | 0.97 | 8.15 | 40.5 |
| | | 相对偏差 (%) | 12.8 | 10.6 | 16.0 | 15.6 | 8.3 | 12.9 | 16.1 | 7.4 | 11.9 |
| 3,3'-二甲基 联苯胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.44 | 14.2 | 0.73 | 6.00 | 34.6 | 31.7 | 0.63 | 6.30 | 32.3 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.80 | 15.8 | 0.92 | 7.13 | 45.0 | 39.8 | 0.79 | 7.61 | 40.0 |
| | | 相对偏差 (%) | 5.0 | 5.3 | 11.5 | 8.6 | 13.1 | 11.3 | 11.3 | 9.4 | 10.7 |
| | 2 | 最小值 (mg/kg) | 3.43 | 13.4 | 0.64 | 7.65 | 34.2 | 40.9 | 0.60 | 7.61 | 42.1 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.90 | 19.9 | 0.90 | 8.81 | 44.2 | 45.1 | 0.82 | 8.77 | 50.1 |
| | | 相对偏差 (%) | 6.4 | 19.5 | 16.9 | 7.0 | 12.8 | 4.9 | 15.5 | 7.1 | 8.7 |
| | 3 | 最小值 (mg/kg) | 3.09 | 17.3 | 0.62 | 6.92 | 37.2 | 44.7 | 0.54 | 7.64 | 34.4 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.31 | 18.8 | 0.79 | 8.88 | 42.8 | 49.9 | 0.72 | 8.58 | 40.4 |
| | | 相对偏差 (%) | 16.5 | 4.2 | 11.9 | 12.4 | 7.0 | 5.5 | 14.3 | 5.8 | 8.0 |
| | 4 | 最小值 (mg/kg) | 4.12 | 19.5 | 0.81 | 5.87 | 44.0 | 29.2 | 0.61 | 5.91 | 37.0 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.70 | 22.0 | 0.92 | 8.62 | 49.7 | 38.8 | 0.88 | 7.69 | 53.7 |
| | | 相对偏差 (%) | 6.6 | 6.0 | 6.4 | 19.0 | 6.1 | 14.1 | 17.8 | 13.1 | 18.4 |
| | 5 | 最小值 (mg/kg) | 2.90 | 12.8 | 0.69 | 6.11 | 37.5 | 32.2 | 0.60 | 5.65 | 32.4 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.45 | 16.3 | 0.82 | 8.43 | 47.0 | 49.8 | 1.05 | 8.30 | 39.3 |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 |
|----------------|-------------|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 |
| | 6 | 相对偏差 (%) | 21.1 | 12.0 | 8.4 | 16.0 | 11.2 | 21.5 | 27.3 | 19.0 | 9.6 |
| | | 最小值 (mg/kg) | 4.10 | 18.4 | 0.56 | 6.20 | 30.8 | 34.5 | 0.73 | 6.05 | 31.2 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.24 | 22.8 | 0.80 | 8.68 | 42.8 | 39.7 | 0.93 | 8.13 | 39.3 |
| | | 相对偏差 (%) | 12.2 | 10.7 | 18.3 | 16.7 | 16.3 | 7.0 | 11.6 | 14.7 | 11.5 |
| 3,3'-二氯联 苯胺 | 1 | 最小值 (mg/kg) | 3.57 | 14.5 | 0.76 | 7.85 | 37.4 | 35.2 | 0.73 | 7.04 | 31.8 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.95 | 16.0 | 1.08 | 9.22 | 48.2 | 45.3 | 0.93 | 8.32 | 42.2 |
| | | 相对偏差 (%) | 5.1 | 4.9 | 17.6 | 8.0 | 12.6 | 12.5 | 12.0 | 8.3 | 14.1 |
| | 2 | 最小值 (mg/kg) | 3.46 | 15.6 | 0.71 | 8.47 | 34.1 | 41.0 | 0.77 | 7.66 | 39.4 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 3.82 | 21.1 | 1.04 | 10.2 | 44.1 | 47.4 | 1.02 | 9.24 | 49.8 |
| | | 相对偏差 (%) | 4.9 | 15.0 | 18.6 | 9.3 | 12.8 | 7.2 | 14.0 | 9.3 | 11.7 |
| | 3 | 最小值 (mg/kg) | 3.28 | 17.2 | 1.05 | 7.90 | 39.9 | 41.7 | 1.08 | 7.94 | 38.1 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.63 | 19.1 | 1.11 | 8.31 | 43.8 | 48.2 | 1.21 | 9.38 | 42.9 |
| | | 相对偏差 (%) | 17.1 | 5.2 | 2.8 | 2.5 | 4.7 | 7.2 | 5.7 | 8.3 | 5.9 |
| | 4 | 最小值 (mg/kg) | 3.95 | 19.6 | 0.81 | 7.99 | 42.3 | 39.5 | 0.77 | 7.58 | 41.0 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 4.65 | 22.1 | 0.96 | 9.04 | 46.4 | 46.8 | 0.96 | 8.98 | 50.5 |
| | | 相对偏差 (%) | 8.1 | 6.0 | 8.5 | 6.2 | 4.6 | 8.5 | 11.0 | 8.5 | 10.4 |
| 5 | 最小值 (mg/kg) | 3.77 | 13.8 | 0.70 | 7.37 | 32.0 | 32.2 | 0.67 | 5.92 | 31.6 | |
| | 最大值 (mg/kg) | 5.39 | 17.9 | 0.80 | 10.0 | 43.6 | 46.4 | 1.09 | 8.83 | 37.8 | |
| | 相对偏差 (%) | 17.7 | 12.9 | 6.8 | 15.1 | 15.3 | 18.1 | 23.9 | 19.7 | 8.9 | |

| 化合物名称 | 实验 室号 | 样品类型 | 空白1 | 空白2 | 土壤1 | 土壤2 | 土壤3 | 土壤4 | 沉积物1 | 沉积物2 | 沉积物3 |
|-------|----------|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 加标浓度 (mg/kg) | 5.00 | 20.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 | 50.0 | 1.00 | 10.0 | 50.0 |
| | 6 | 最小值 (mg/kg) | 4.29 | 17.6 | 0.80 | 8.61 | 36.6 | 35.0 | 0.86 | 9.36 | 33.5 |
| | | 最大值 (mg/kg) | 5.23 | 21.9 | 0.93 | 10.5 | 46.8 | 41.8 | 0.96 | 10.6 | 42.0 |
| | | 相对偏差 (%) | 9.9 | 10.9 | 7.7 | 9.9 | 12.2 | 8.9 | 5.3 | 6.2 | 11.3 |

2.3 方法正确度数据汇总

附表 2-4 为对 6 家实验室方法验证结果进行汇总，分别为空白石英砂加标 0.10 mg/kg~0.20 mg/kg、5.00 mg/kg 和 20.0 mg/kg；西藏自治区土壤（土壤 1）加标 1.00 mg/kg，山西省土壤（土壤 2）加标 10.0 mg/kg，黑龙江省土壤（土壤 3）和江苏省土壤（土壤 4）加标 50.0 mg/kg，海洋沉积物（沉积物 1）加标 1.00 mg/kg，长江沉积物（沉积物 2）加标 10.0 mg/kg，湖泊沉积物（沉积物 3）加标 50.0 mg/kg，其正确度数据汇总如下：

附表 2-4 方法正确度数据汇总表

| 化合物名称 | 样品类型 | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率范 围 (%) | \bar{P} (%) | $2S_P$ (%) | $\bar{P}\pm 2S_P$ (%) |
|--------|-------|-----------------|-----------------|---------------|------------|-----------------------|
| 苯胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 63.5~93.3 | 79.9 | 21.1 | 79.9±21.1 |
| | | 5.00 | 68.8~87.4 | 79.5 | 16.0 | 79.5±16.0 |
| | | 20.0 | 68.3~88.9 | 77.0 | 16.8 | 77.0±16.8 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 67.5~84.2 | 74.0 | 13.4 | 74.0±13.4 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 73.1~103 | 84.6 | 20.5 | 84.6±20.5 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 75.5~88.6 | 82.1 | 9.2 | 82.1±9.2 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 72.5~103 | 80.5 | 23.2 | 80.5±23.2 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 68.8~80.7 | 73.3 | 10.2 | 73.3±10.2 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 67.5~98.2 | 78.5 | 21.7 | 78.5±21.7 |
| 沉积物 3 | 50.0 | 71.2~81.3 | 75.2 | 7.1 | 75.2±7.1 | |
| 4-甲基苯胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 64.2~95.5 | 76.9 | 20.6 | 76.9±20.6 |
| | | 5.00 | 70.7~89.3 | 79.8 | 18.3 | 79.8±18.3 |
| | | 20.0 | 71.6~95.1 | 80.7 | 18.5 | 80.7±18.5 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 71.1~80.8 | 75.6 | 8.6 | 75.6±8.6 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 73.7~102 | 85.8 | 19.5 | 85.8±19.5 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 74.6~91.4 | 83.8 | 11.9 | 83.8±11.9 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 69.1~104 | 81.7 | 25.3 | 81.7±25.3 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 69.3~89.7 | 77.7 | 13.6 | 77.7±13.6 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 71.3~98.4 | 80.4 | 19.9 | 80.4±19.9 |
| 沉积物 3 | 50.0 | 73.5~82.9 | 77.1 | 6.5 | 77.1±6.5 | |
| 2-甲基苯胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 66.2~91.8 | 82.3 | 19.8 | 82.3±19.8 |
| | | 5.00 | 71.1~89.4 | 81.2 | 16.2 | 81.2±16.2 |
| | | 20.0 | 69.5~89.5 | 78.9 | 16.5 | 78.9±16.5 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 73.0~86.8 | 77.6 | 10.3 | 77.6±10.3 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 73.6~102 | 86.6 | 18.8 | 86.6±18.8 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 77.2~87.2 | 83.2 | 7.6 | 83.2±7.6 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 77.3~102 | 85.1 | 19.7 | 85.1±19.7 |

| 化合物名称 | 样品类型 | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率范 围 (%) | \bar{P} (%) | $2S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|---------------|-------|-----------------|-----------------|---------------|--------------------|--------------------------------|
| | 沉积物 1 | 1.00 | 68.7~82.8 | 75.5 | 11.8 | 75.5±11.8 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 71.4~100 | 80.2 | 21.9 | 80.2±21.9 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 69.7~83.5 | 77.0 | 9.6 | 77.0±9.6 |
| 3-甲基苯胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 66.5~94.3 | 79.1 | 23.1 | 79.1±23.1 |
| | | 5.00 | 71.5~89.3 | 80.7 | 15.9 | 80.7±15.9 |
| | | 20.0 | 70.2~91.0 | 80.0 | 17.6 | 80.0±17.6 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 68.7~82.3 | 75.2 | 11.2 | 75.2±11.2 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 73.5~101 | 86.0 | 18.8 | 86.0±18.8 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 75.3~86.7 | 83.5 | 9.0 | 83.5±9.0 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 73.2~102 | 82.5 | 23.3 | 82.5±23.3 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 71.7~81.0 | 75.8 | 8.6 | 75.8±8.6 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 69.4~98.6 | 80.7 | 20.2 | 80.7±20.2 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 70.5~79.2 | 76.5 | 6.7 | 76.5±6.7 |
| 2-氯苯胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 64.4~94.0 | 81.7 | 21.2 | 81.7±21.2 |
| | | 5.00 | 70.6~90.1 | 81.8 | 16.6 | 81.8±16.6 |
| | | 20.0 | 71.1~89.8 | 79.4 | 15.3 | 79.4±15.3 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 73.0~89.2 | 80.5 | 11.5 | 80.5±11.5 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 73.3~103 | 86.8 | 20.0 | 86.8±20.0 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 75.4~90.2 | 83.2 | 10.1 | 83.2±10.1 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 75.3~105 | 86.0 | 21.6 | 86.0±21.6 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 69.3~82.2 | 76.7 | 9.3 | 76.7±9.3 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 69.3~103 | 80.4 | 25.1 | 80.4±25.1 |
| 沉积物 3 | 50.0 | 71.1~87.6 | 77.4 | 13.2 | 77.4±13.2 | |
| 2,4-二甲基苯 胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 63.1~99.3 | 81.2 | 23.9 | 81.2±23.9 |
| | | 5.00 | 70.1~89.7 | 80.3 | 19.8 | 80.3±19.8 |
| | | 20.0 | 69.9~94.8 | 80.9 | 20.8 | 80.9±20.8 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 68.5~83.8 | 77.3 | 10.5 | 77.3±10.5 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 73.9~105 | 87.3 | 21.4 | 87.3±21.4 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 79.0~91.8 | 85.0 | 10.5 | 85.0±10.5 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 75.5~107 | 86.0 | 23.1 | 86.0±23.1 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 70.5~79.7 | 76.1 | 7.1 | 76.1±7.1 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 71.8~104 | 82.7 | 21.7 | 82.7±21.7 |
| 沉积物 3 | 50.0 | 73.5~84.9 | 78.8 | 9.8 | 78.8±9.8 | |
| 2,6-二甲基苯 | 空白 | 0.10~0.20 | 62.3~91.2 | 78.3 | 22.8 | 78.3±22.8 |
| | | 5.00 | 71.2~89.3 | 81.7 | 16.4 | 81.7±16.4 |

| 化合物名称 | 样品类型 | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率范 围 (%) | \bar{P} (%) | $2S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|-------------------|-------|-----------------|-----------------|---------------|--------------------|--------------------------------|
| 胺 | | 20.0 | 68.2~91.8 | 78.8 | 19.2 | 78.8±19.2 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 74.1~87.5 | 80.2 | 9.8 | 80.2±9.8 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 73.2~106 | 87.2 | 21.9 | 87.2±21.9 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 78.9~90.5 | 83.7 | 8.6 | 83.7±8.6 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 78.8~105 | 87.5 | 19.5 | 87.5±19.5 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 69.1~83.0 | 76.3 | 10.5 | 76.3±10.5 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 72.9~103 | 82.4 | 21.2 | 82.4±21.2 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 74.1~91.3 | 79.3 | 12.5 | 79.3±12.5 |
| 2-甲氧基苯胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 60.8~104 | 86.8 | 29.4 | 86.8±29.4 |
| | | 5.00 | 71.6~91.5 | 84.3 | 18.4 | 84.3±18.4 |
| | | 20.0 | 69.5~96.1 | 82.4 | 21.4 | 82.4±21.4 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 72.5~85.0 | 78.7 | 10.4 | 78.7±10.4 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 74.3~104 | 89.2 | 19.7 | 89.2±19.7 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 81.4~92.6 | 87.4 | 8.6 | 87.4±8.6 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 76.3~104 | 87.6 | 20.3 | 87.6±20.3 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 73.5~83.2 | 78.5 | 8.5 | 78.5±8.5 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 71.3~105 | 83.7 | 23.0 | 83.7±23.0 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 76.0~90.7 | 81.3 | 13.0 | 81.3±13.0 |
| 3-氯苯胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 59.7~102 | 83.7 | 33.4 | 83.7±33.4 |
| | | 5.00 | 72.8~91.8 | 83.2 | 17.0 | 83.2±17.0 |
| | | 20.0 | 70.0~98.2 | 83.0 | 23.0 | 83.0±23.0 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 74.7~86.8 | 82.5 | 8.7 | 82.5±8.7 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 74.7~99.6 | 89.6 | 17.7 | 89.6±17.7 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 81.2~92.5 | 86.0 | 9.8 | 86.0±9.8 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 79.5~99.7 | 88.2 | 15.6 | 88.2±15.6 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 73.7~84.7 | 81.2 | 8.3 | 81.2±8.3 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 71.0~107 | 85.2 | 23.5 | 85.2±23.5 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 72.8~86.8 | 80.0 | 10.1 | 80.0±10.1 |
| 4-氯苯胺-d2 (替代物) | 空白 | 0.10~0.20 | 61.1~95.8 | 87.4 | 26.7 | 87.4±26.7 |
| | | 5.00 | 71.6~118 | 86.5 | 33.1 | 86.5±33.1 |
| | | 20.0 | 69.0~95.2 | 78.8 | 19.0 | 78.8±19.0 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 67.7~89.0 | 78.9 | 14.3 | 78.9±14.3 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 72.6~106 | 85.1 | 23.9 | 85.1±23.9 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 78.7~88.6 | 84.5 | 8.2 | 84.5±8.2 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 70.7~103 | 83.6 | 21.8 | 83.6±21.8 |

| 化合物名称 | 样品类型 | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率范 围 (%) | \bar{P} (%) | $2S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|--------|-------|-----------------|-----------------|---------------|--------------------|--------------------------------|
| | 沉积物 1 | 1.00 | 7.03~92.6 | 81.9 | 13.9 | 81.9±13.9 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 71.2~88.2 | 80.0 | 11.3 | 80.0±11.3 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 75.8~86.5 | 79.9 | 7.6 | 79.9±7.6 |
| 4-氯苯胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 61.1~95.0 | 83.2 | 30.1 | 83.2±30.1 |
| | | 5.00 | 71.4~89.8 | 81.9 | 15.6 | 81.9±15.6 |
| | | 20.0 | 68.3~95.3 | 79.3 | 20.9 | 79.3±20.9 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 67.0~90.5 | 78.8 | 15.5 | 78.8±15.5 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 74.2~104 | 88.4 | 21.3 | 88.4±21.3 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 78.3~88.0 | 84.9 | 7.6 | 84.9±7.6 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 74.8~101 | 84.5 | 18.2 | 84.5±18.2 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 71.7~82.8 | 78.2 | 7.6 | 78.2±7.6 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 70.6~105 | 82.8 | 25.3 | 82.8±25.3 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 73.3~84.0 | 78.6 | 7.8 | 78.6±7.8 |
| 2-硝基苯胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 59.1~104 | 82.9 | 32.0 | 82.9±32 |
| | | 5.00 | 73.4~97.6 | 88.9 | 16.8 | 88.9±16.8 |
| | | 20.0 | 73.3~104 | 87.8 | 22.8 | 87.8±22.8 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 68.8~107 | 86.4 | 27.1 | 86.4±27.1 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 80.6~116 | 94.7 | 25.2 | 94.7±25.2 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 78.4~102 | 87.9 | 18.3 | 87.9±18.3 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 78.0~113 | 93.2 | 22.8 | 93.2±22.8 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 68.3~91.8 | 78.4 | 18.0 | 78.4±18.0 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 74.9~115 | 86.1 | 28.9 | 86.1±28.9 |
| 沉积物 3 | 50.0 | 66.2~85.1 | 75.8 | 17.8 | 75.8±17.8 | |
| 3-硝基苯胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 62.5~95.0 | 83.6 | 25.2 | 83.6±25.2 |
| | | 5.00 | 68.4~100 | 91.4 | 24.0 | 91.4±24.0 |
| | | 20.0 | 69.1~111 | 88.3 | 31.1 | 88.3±31.1 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 70.2~92.2 | 78.8 | 17.3 | 78.8±17.3 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 69.3~108 | 86.2 | 26.5 | 86.2±26.5 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 73.0~97.3 | 88.1 | 18.2 | 88.1±18.2 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 77.4~109 | 88.3 | 22.7 | 88.3±22.7 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 71.3~85.0 | 79.0 | 9.7 | 79.0±9.7 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 72.7~109 | 85.1 | 26.7 | 85.1±26.7 |
| 沉积物 3 | 50.0 | 66.7~83.2 | 74.3 | 13.7 | 74.3±13.7 | |
| 1-萘胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 60.3~106 | 82.3 | 31.3 | 82.3±31.3 |
| | | 5.00 | 68.2~95.4 | 84.1 | 23.4 | 84.1±23.4 |

| 化合物名称 | 样品类型 | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率范 围 (%) | \bar{P} (%) | $2S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P}\pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|---------|-------|-----------------|-----------------|---------------|--------------------|-------------------------------|
| | | 20.0 | 68.6~99.7 | 81.0 | 24.4 | 81.0±24.4 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 68.4~82.5 | 76.6 | 12.1 | 76.6±12.1 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 67.1~106 | 80.7 | 31.0 | 80.7±31.0 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 72.1~95.3 | 85.1 | 19.2 | 85.1±19.2 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 84.0~99.4 | 85.1 | 23.0 | 85.1±23.0 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 66.9~87.8 | 76.2 | 14.8 | 76.2±14.8 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 67.8~88.8 | 75.1 | 16.8 | 75.1±16.8 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 67.0~83.0 | 75.3 | 10.4 | 75.3±10.4 |
| 2-萘胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 61.0~107 | 80.4 | 37.3 | 80.4±37.3 |
| | | 5.00 | 71.3~95.8 | 84.3 | 20.8 | 84.3±20.8 |
| | | 20.0 | 69.0~100 | 80.8 | 24.9 | 80.8±24.9 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 66.0~89.0 | 78.3 | 15.6 | 78.3±15.6 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 68.6~106 | 83.3 | 29.3 | 83.3±29.3 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 76.0~93.2 | 84.4 | 15.8 | 84.4±15.8 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 72.6~103 | 82.5 | 25.2 | 82.5±25.2 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 67.8~88.9 | 78.8 | 16.8 | 78.8±16.8 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 69.3~79.9 | 75.2 | 9.3 | 75.2±9.3 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 77.4~81.9 | 79.0 | 3.7 | 79.0±3.7 |
| 4-硝基苯胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 64.9~115 | 91.0 | 37.8 | 91.0±37.8 |
| | | 5.00 | 71.5~107 | 93.2 | 27.0 | 93.2±27.0 |
| | | 20.0 | 70.1~106 | 88.8 | 29.6 | 88.8±29.6 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 73.5~101 | 84.3 | 20.6 | 84.3±20.6 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 84.7~113 | 96.2 | 20.7 | 96.2±20.7 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 82.2~97.2 | 90.8 | 10.5 | 90.8±10.5 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 70.1~101 | 91.4 | 11.4 | 91.4±11.4 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 71.3~101 | 84.1 | 21.5 | 84.1±21.5 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 74.2~114 | 88.9 | 27.2 | 88.9±27.2 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 72.0~94.5 | 79.6 | 17.9 | 79.6±17.9 |
| 4-氨基联苯胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 61.0~110 | 83.6 | 34.9 | 83.6±34.9 |
| | | 5.00 | 75.0~104 | 89.9 | 24.1 | 89.9±24.1 |
| | | 20.0 | 69.3~109 | 84.4 | 29.1 | 84.4±29.1 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 68.7~87.7 | 78.3 | 14.0 | 78.3±14.0 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 82.9~114 | 95.3 | 22.9 | 95.3±22.9 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 84.4~93.2 | 89.1 | 7.2 | 89.1±7.2 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 75.7~98.3 | 84.6 | 20.7 | 84.6±20.7 |

| 化合物名称 | 样品类型 | 加标浓度 (mg/kg) | 加标回收率范 围 (%) | \bar{P} (%) | $2S_{\bar{P}}$ (%) | $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%) |
|-----------------|-------|-----------------|-----------------|---------------|--------------------|--------------------------------|
| | 沉积物 1 | 1.00 | 80.9~105 | 93.8 | 21.0 | 93.8±21 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 75.5~102 | 82.5 | 19.9 | 82.5±19.9 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 79.9~95.0 | 84.0 | 11.3 | 84.0±11.3 |
| 联苯胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 46.3~90.7 | 66.3 | 34.3 | 66.3±34.3 |
| | | 5.00 | 70.4~101 | 79.0 | 24.9 | 79.0±24.9 |
| | | 20.0 | 73.4~101 | 85.6 | 25.8 | 85.6±25.8 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 70.6~80.4 | 75.4 | 8.2 | 75.4±8.2 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 66.8~80.6 | 73.3 | 10.9 | 73.3±10.9 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 75.5~91.4 | 83.9 | 14.3 | 83.9±14.3 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 68.3~88.1 | 77.9 | 15.9 | 77.9±15.9 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 75.9~82.7 | 78.8 | 5.6 | 78.8±5.6 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 67.9~77.1 | 73.0 | 7.0 | 73.0±7.0 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 71.5~90.9 | 80.7 | 15.0 | 80.7±15.0 |
| 3,3'-二甲基联 苯胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 51.8~96.2 | 70.6 | 32.5 | 70.6±32.5 |
| | | 5.00 | 72.4~94.9 | 79.3 | 19.2 | 79.3±19.2 |
| | | 20.0 | 70.2~102 | 87.3 | 26.8 | 87.3±26.8 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 69.8~86.3 | 76.4 | 13.1 | 76.4±13.1 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 68.2~82.1 | 74.3 | 11.2 | 74.3±11.2 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 76.2~92.6 | 80.9 | 12.3 | 80.9±12.3 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 66.0~94.1 | 78.3 | 21.0 | 78.3±21.0 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 66.7~81.5 | 73.4 | 12.2 | 73.4±12.2 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 67.6~82.2 | 73.6 | 12.8 | 73.6±12.8 |
| | 沉积物 3 | 50.0 | 69.4~89.5 | 77.1 | 17.7 | 77.1±17.7 |
| 3,3'-二氯联苯 胺 | 空白 | 0.10~0.20 | 61.8~91.7 | 75.9 | 22.9 | 75.9±22.9 |
| | | 5.0 | 72.8~97.6 | 84.4 | 20.1 | 84.4±20.1 |
| | | 20.0 | 76.8~102 | 89.2 | 21.1 | 89.2±21.1 |
| | 土壤 1 | 1.00 | 74.8~108 | 88.2 | 22.5 | 88.2±22.5 |
| | 土壤 2 | 10.0 | 81.0~96.1 | 87.9 | 10.0 | 87.9±10.0 |
| | 土壤 3 | 50.0 | 76.3~89.4 | 82.3 | 10.8 | 82.3±10.8 |
| | 土壤 4 | 50.0 | 77.1~88.5 | 82.9 | 10.7 | 82.9±10.7 |
| | 沉积物 1 | 1.00 | 81.0~116 | 90.6 | 26.3 | 90.6±26.3 |
| | 沉积物 2 | 10.0 | 69.5~100 | 82.1 | 20.2 | 82.1±20.2 |
| | 沉积物 3 | 50.00 | 69.8~93.1 | 79.9 | 17.4 | 79.9±17.4 |

3 方法验证结论

(1) 本课题组在进行方法验证报告数据统计时, 所有数据全部采用, 未进行取舍。

(2) 本次验证中所有加标样均用于统计重复性限、再现性限、加标回收率最终值。

(3) 6家实验室验证结果表明, 方法检出限为 0.06 mg/kg~0.09 mg/kg, 测定下限为 0.24 mg/kg~0.36 mg/kg。

6家实验室分别对加标浓度为 0.10 mg/kg~0.20mg/kg、5.00 mg/kg、20.0 mg/kg 的石英砂样品进行了 6次重复测定: 实验室内相对标准偏差分别为 2.2%~17.4%、2.2%~17.5%和 2.0%~13.2%; 实验室间相对标准偏差分别为 18.5%~45.8%、9.4%~19.1%和 9.6%~17.6%; 重复性限分别为 0.03 mg/kg~0.05 mg/kg、0.65 mg/kg~1.07 mg/kg 和 2.16 mg/kg~3.91 mg/kg; 再现性限为 0.06 mg/kg~0.17 mg/kg、1.29 mg/kg~2.44 mg/kg 和 4.93 mg/kg~9.08 mg/kg, 加标回收率范围为 46.3%~115%、68.2%~118%和 68.2%~111%; 加标回收率最终值分别为 66.3%±34.3%~91.0%±37.8%、79.0%±24.9%~93.0%±27.0%和 77.0%±16.8%~89.2%±21.1%。

6家实验室分别对加标浓度为 1.00 mg/kg、10.0 mg/kg、50.0 mg/kg 的实际土壤样品进行 6次重复测定: 实验室内相对标准偏差分别为 1.3%~16.8%、0.9%~16.7%和 2.1%~13.6%; 实验室间相对标准偏差分别为 5.3%~15.7%、5.7%~27.2%和 4.0%~11.3%; 重复性限分别为 0.14 mg/kg~0.22 mg/kg、1.26 mg/kg~2.24 mg/kg 和 7.51 mg/kg~10.35 mg/kg; 再现性限为 0.18 mg/kg~0.42 mg/kg、2.19 mg/kg~6.26 mg/kg 和 8.87 mg/kg~15.17 mg/kg, 加标回收率范围为 66.0%~108%、66.8%~116%和 66.0%~113%; 加标回收率最终值分别为 74.0%±13.4%~88.2%±22.5%、73.3%±10.9%~96.2%±20.7%和 80.9%±12.3%~90.8%±10.5%。

6家实验室分别对加标浓度为 1.00 mg/kg、10.0 mg/kg、50.0 mg/kg 的实际沉积物样品进行 6次重复测定: 实验室内相对标准偏差分别为 2.2%~20.7%、3.0%~16.1%和 2.7%~15.1%; 实验室间相对标准偏差分别为 3.5%~14.5%、4.8%~16.8%和 2.3%~11.7%; 重复性限为 0.13 mg/kg~0.31 mg/kg、1.37 mg/kg~2.11 mg/kg 和 7.39 mg/kg~10.21 mg/kg; 再现性限为 0.18 mg/kg~0.44 mg/kg、1.70 mg/kg~4.41 mg/kg 和 8.23 mg/kg~15.51 mg/kg, 加标回收率范围为 66.7%~116%、67.5%~115%和 66.2%~95.0%; 加标回收率最终值分别为 73.3%±10.2%~93.8%±21.0%、73.0%±7.0%~88.9%±27.2%和 74.3%±13.7%~84.0%±11.3%。

(4) 6家实验室建立标准曲线时目标化合物相对响应因子的相对标准偏差均≤30%, 回归方程相关系数均≥0.990, 均满足一般气相色谱-质谱联用法的控制要求。

6家实验室实际样品加标实验室内最大平行样偏差范围在 2.0%~27.3%, 满足平行样的相对偏差应在±30%以内的要求。

(4) 从方法验证结果可以看出, 方法的各项特性指标能达到预期要求, 其中苯胺和 3,3'-二氯联苯胺两种目标物的方法检出限均远低于《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准(试行)》(GB 36600-2018)中第一类用地的筛选值及管控值要求。此外, 也能满足河北省《建设用地土壤污染风险筛选值》(DB 13/T 5216-2020)、深圳市《建设用地土壤污染风险筛选值和管制值》(DB 4403/T 67-2020)、江西省《建设用地土壤污染风险管控标准(试行)》(DB 36/1282-2020)和四川省《四川省建设用地土壤污染风险管控标准》(DB51/

2978-2023) 提出的对 4-硝基苯胺、4-氯苯胺、2-硝基苯胺、苯胺和 3,3'-二氯联苯胺的管控要求。