

项目编号：20212043-T-606

中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

纺织染整助剂中有害物质的测定 第4部分：稠环芳烃化合物（PAHs）的测定

编制说明

（征求意见稿）

上海天祥质量技术服务有限公司

传化智联股份有限公司

2022 年 03 月

《纺织染整助剂中有害物质的测定 第 4 部分：稠环芳烃化合物 (PAHs) 的测定》

国家标准编制说明

1 任务来源

根据国家标准化管理委员会 2020 年 3 月下达的国标委发〔2020〕6 号文《国家标准化管理委员会关于下达 2020 年推荐性国家标准计划（修订）的通知》，《纺织染整助剂中有害物质的测定第 4 部分：稠环芳烃化合物的测定》列入国家标准制定计划（立项计划编号为 20212043-T-606），项目周期 18 个月。由上海天祥质量技术服务有限公司、传化智联股份有限公司等负责起草。该标准由中国石油和化学工业联合会提出，全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会（SAC/TC 134/SC1）归口。

2 制定本标准的意义

2.1 原标准历史沿革

多环芳烃是分子中含有两个或两个以上苯环的碳氢化合物，包括萘、蒽、菲、芘等 150 余种化合物。多环芳烃是原油的天然成分，是炼油的常见残余物。广泛存在于塑料橡胶、原油、润滑油、防锈油、脱膜剂、汽油阻凝剂、矿物油、柏油等石化产品以及下游衍生产品中。

多环芳烃的危害性主要有三个方面：致癌、诱变和致畸。多环芳烃中苯环的平面分子结构可以与细胞中的 DNA 结合，多数生命体可以转化多环芳烃，但是其降解生成物比原先的物质更有害。2005 年 11 月欧盟颁布了指令 2005/69/EC（现 REACH 法规附录 XVII 第 50 项）。该指令指出由于苯并(a)芘和其它七种多环芳烃化合物被归为“致癌的、诱导有机体突变和生殖毒性”的物质，应当尽量减少苯并(a)芘和其它七种多环芳烃被释放到环境中。该指令对八种多环芳烃在填充油、轮胎及轮胎部件的用途进行了限制并且于 2010 年 1 月 1 日生效。此后多环芳烃的问题一直引起业界的关注。2013 年 12 月，欧盟颁布了条例 (EU) No 1272/2013 对 REACH 法规附录 XVII 第 50 项多环芳烃的规定进行了修改。该条例对多环芳烃的禁用扩大至普通的消费产品，要求在正常使用或者可预见的使用情况下，所有长期或者短期与人体皮肤或口腔直接接触的物品的橡胶或者塑料部件包含的八种多环芳烃不得超过规定的限值，包括服装、鞋类产品，其中对儿童玩具和护理用品进行了更为严格的

限制。该条例于 2015 年 12 月 27 日正式生效。2007 年 11 月德国 ZEK 01-08 号文件对 PAHs 作出要求,要求在 GS 标志认证中强制加入 PAHs 测试,该指令中规定了 PAHs 的检测方法。2011 德国 GS 将 PAHs 的检测范围从 16 种扩至 18 种。

2014 年 8 月 4 日,德国产品安全委员会(AfPS)更新 GS 认证中对多环芳烃 PAHs 评估要求,此次更新对 PAHs 的限制进行了调整,新的要求将更加细化和严格。更新的文件于 2015 年 7 月 1 日起代替原有要求 ZEK01.4-08。2020 年,德国产品安全委员会(AfPS)发布了 GS 认证中多环芳香烃(PAHs)评估与测试的新标准 AfPS GS 2019:01 PAK(旧版为 AfPS GS 2014:01 PAK),新标准将于 2020 年 7 月 1 日起实施,同时旧版将于 2020 年 6 月 30 日失效。测试项删减了 Acenaphthylene、Acenaphthene、Fluorene,有原来的 18 项变成 15 项,2019 版分类及限值更严格。为跟进 REACH 法规,STANDARD 100 by OEKO-TEX®对纺织品中的多环芳烃的含量进行限定,并对限定种类进行逐步增加,目前共涉及 24 种多环芳烃被纳入其中,主要法规对 PAHs 的限制见表 1。同时 Bluesign、GOTS 等国际认证以及 ZDHC-MRSL 也对纺织品及纺织染整助剂中的多环芳烃进行了限定。

表 1 各国及法规对 PAHs 的限制

Compounds	CAS No.	REACH	GS AfPS 15 项	LFGB	OEKO-TEX standard 100	GB28481-2012
Acenaphthylene 苊烯	208-96-8			×	×	×
Acenaphthene 苊	83-32-9			×	×	×
Fluorene 芴	86-73-7			×	×	×
Phenanthrene 菲	31055		×	×	×	×
Anthracene 蒽	120-12-7		×	×	×	×
Fluoranthene 荧蒽	206-44-0		×	×	×	×
Pyrene 芘	129-00-0		×	×	×	×
Naphthalene 萘	91-20-3		×	×	×	×
Benzo(a)Anthracene 苯并(a)蒽	56-55-3	×	×	×	×	×
Chrysene 蒽	218-01-9	×	×	×	×	×
Indeno(1,2,3cd)Pyrene 茚并(1,2,3-cd)芘	193-39-5		×	×	×	×
Benzo(b)Fluoranthene 苯并(b)荧蒽	205-99-2	×	×	×	×	×

表 1 续

Compounds	CAS No.	REACH	GS AfPS 15 项	LFGB	OEKO-TEX standard 100	GB28481-2012
Benzo(k)Fluoranthene 苯并(k)荧蒽	207-08-9	×	×	×	×	×
Benzo(a)Pyrene 苯并(a)芘	50-32-8	×	×	×	×	×
Dibenzo(a,h)Anthracene 二苯并(a,h)蒽	53-70-3	×	×	×	×	×
Benzo(g,h,i)Perylene 苯并(g,h,i)花 (二萘嵌苯)	191-24-2		×	×	×	×
Benzo(e)Pyrene 苯并(e)芘	192-97-2	×	×	×	×	
Benzo(j)Fluoranthene 苯并(j)荧蒽	205-82-3	×	×	×	×	
Cyclopenta(c,d)pyrene 环戊烯并(c,d)芘	27208-37-3				×	
Dibenzo(a,l)pyrene 二苯并(a,l)芘	191-30-0				×	
Dibenzo(a,e)pyrene 二苯并(a,e)芘	192-65-4				×	
Dibenzo(a,h)pyrene 二苯并(a,h)芘	189-64-0				×	
Dibenzo(a,i)pyrene 二苯并(a,i)芘	189-55-9				×	
1-Methylpyrene 1-甲基芘	2381-21-7				×	

本标准 2013 版本的制定即是为满足行业对多环芳烃的管控需求和相关法规的要求。该标准建立了对纺织染整助剂中的萘等 16 种多环芳烃的测试方法，填补了当时相关测试标准的空白。然而随着其他种类的多环芳烃化合物越来越多的被应用，多环芳烃化合物对生物和环境的危害越来越受到重视，各国纷纷制定或修订相关规定，逐步严格对多环芳烃化合物的限量和禁用范围，越来越多的多环芳烃化合物在多个国家地区多种类产品被限制使用。

2.2 标准修订的意义

在纺织染整助剂行业中，含有多环芳烃的油品或其衍生物作为纺织染整助剂的原料多有使用，常见于起分散作用的产品及印花产品中。纺织染整助剂作为消费品（纺织品）的生产原料，其有害物质的测定备受关注，本标准制定符合《国务院关于印发深化标准化工作改革方案的通知》（国发〔2015〕13 号）中关于加强保障人身健康、生态环境安全的要求，符合《国家标准化体系建设发展规划（2016-2020 年）》中“三、重点领域-消费品”中关于开展消费品安全标准和配套检验方法的制定与实施、“四、重大工程-消费品安全标准化工程”中“建立完善消费品安全标准体系、促进我国消费品安全水平不断提高；

围绕化学安全等开展消费品安全标准‘筑篱’专项行动”的要求。

本标准的 2013 版本建立了对纺织染整助剂中的 PAHs 的分析方法标准，但是只有 16 种化合物的检测方法，随着法规的更新，有必要尽早修订此标准，扩大标准对相应有害物质的覆盖范围。

2.3 本标准主要修订内容

本项目为修订标准项目。主要修订内容如下：

- 1) 对标准的名称进行修改。为在名称上与同系列其它标准保持一致，删除原标准名称中关于测试方法的描述，对标准名称进行修改。
- 2) 修改了定义，删除了定义部分的注释。
- 3) 修改了多环芳烃（PAHs）标准储备溶液、混合标准中间溶液、内标标准储备溶液、内标混合标准中间溶液与混合标准工作溶液的配制方法。
- 4) 修改了多环芳烃（PAHs）标准储备溶液、混合标准中间溶液、内标标准储备溶液与内标混合标准中间溶液的保存期限。
- 5) 测试对象由 16 种扩充至 24 种，增加了苯并(j)荧蒽、苯并(e)芘、环戊烯(c,d)芘、二苯并(a,e)芘、二苯并(a,h)芘、二苯并(a,i)芘、二苯并(a,l)芘、1-甲基芘 8 种多环芳烃化合物。
- 6) 新增四个化合物的工作曲线为 10µg/L、20µg/L、200µg/L、400µg/L 与 1000µg/L。
- 7) 修改了 GC-MS 仪器分析条件。
- 8) 修改了分析步骤，细分为“定性分析”和“定量分析”。
- 9) 修改了回收率的接受范围。
- 10) 删除了稠环芳烃化合物及内标化合物化合物名称及 CAS 编号列表，并增加序号、分子量、分子式及定量内标作为资料性附录 A。
- 11) 删除了稠环芳烃化合物及内标物的定性离子和定量选择离子的规定，将其作为新增资料性附录 B。
- 12) 删除了原标准附录 A.1 稠环芳烃混合标准溶液总离子流图（TIC），更新稠环芳烃混合标准溶液提取流图（XIC）并作为新增资料性附录 C。

3 标准制定工作简况

为了切实做好《纺织染整助剂中有害物质的测定 第4部分：多环芳烃化合物的测定》标准的编制工作，起草单位专门成立了标准起草工作组，制订了标准起草工作方案，有计划有步骤地开展各项工作。本标准主要工作过程如下：

1) 2019年10月-2019年12月，调研行业对此标准的需求，查阅国内外有关文献和标准。

2) 2020年1月-2020年4月，对国内外的分析检测标准进行对比分析，确定实验方案，对方法的可行性进行了论证。

3) 2020年5月-2021年5月，根据实验方案，进行有关试验方法的条件选择和系统方法确认工作，确定了试验方法，形成标准草案，对标准进行了预审，并对标准及编制说明进一步完善。

4) 2021年3月31日计划下达，按照国标委征求意见的要求进行接收和确认。

5) 2021年6月-2022年03月，经各方的共同努力，对相关实验数据和验证结论进行整理并形成标准征求意见稿和编制说明征求意见稿，发各委员及有关生产单位征求意见。

4 采用国际标准和国外先进标准情况

标准起草小组没有查询到国外相关标准资料，本标准未采用国际标准和国外先进标准。

5 标准制定的基本原则和方法原理

5.1 国内外相关测试方法和标准

随着国内外对多环芳烃化合物的重视程度的不断增加，欧盟、各国政府已经制定了多个多环芳烃化合物检测的标准。标准起草小组没有查询到国外有关纺织染整助剂产品多环芳烃检测相关标准资料，但参考了下述其他产品的检测标准：

[1] ISO16190-2021 Footwear-Critical substances potentially present in footwear and footwear components-Test method to quantitatively determine polycyclic aromatic hydrocarbons(PAHs) in footwear materials

[2] AfPS-GS-2019-01-PAK-EN Testing and assessment of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in the awarding of GS marks

[3] GB/T 40968-2021 乐器产品中多环芳烃的测试方法

[4] GB/T 40971-2021 家具产品及其材料中禁限用物质测定方法 多环芳烃

[5] GB/T 29641-2021 硫化橡胶 多环芳烃含量的测定

[6] GB/T 5009.265-2021 食品中多环芳烃的测定

[7] GB/T 3780.28-2020 炭黑第28部分：多环芳烃含量的测定

- [8] GB/T 36946-2018 皮革 化学试验 多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法
- [9] GB/T 36488-2018 涂料中多环芳烃的测定
- [10] GB/T 33391-2016 鞋类 鞋类和鞋类部件中存在的限量物质 多环芳烃（PAH）的测定
- [11] GB/T 33427-2016 胶鞋 多环芳烃含量试验方法
- [12] GB/T 32952-2016 肥料中多环芳烃含量的测定 气相色谱-质谱法
- [13] GB/T 29784.2-2013 电子电气产品中多环芳烃的测定 第2部分：气相色谱-质谱法
- [14] GB/T 热塑性弹性体 多环芳烃的测定气相色谱-质谱法
- [15] SN/T 3388-2012 进出口纺织品中多环芳烃残留量检测方法
- [16] GB/T 28189-2011 纺织品多环芳烃的测定
- [17] SN/T 2926-2011 鞋材中多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法

5.2 标准制定的方法原理

采用甲苯对试样中的多环芳烃化合物进行超声提取，用气相色谱-质谱联用仪（GC-MS）进行分离和检测，内标法定量。

6 方法研究主要内容

6.1 方法研究的目的

以甲苯作为萃取剂，超声波萃取后，使用气相色谱-质谱联用仪（GC-MS）测定24种多环芳烃化合物，以满足相关要求的方法检出限、定量测定范围，确定方法的精密度、回收率等各项特性。方法包括试样准备、试样前处理、仪器分析、数据处理和验证试验等方面的内容，详细说明实验室材料、试剂、仪器以及具体的操作步骤，并就GC-MS仪器条件和试样前处理方面的内容进行详细的阐述，以便于在分析实施过程中加强管理、保证数据质量。

6.2 关于标准名称的确定

对标准的名称进行修改。修订版标准的测定流程基本与原标准一致，主要是将测定物质的种类由16种增加至24种。然而，为在名称上与同系列其它标准（GB/T 29493.1《纺织染整助剂中有害物质的测定 第1部分：禁限用阻燃剂的测定》和GB/T 29493.2《纺织染整助剂中有害物质的测定 第2部分：全氟化合物（PFCs）的测定》）保持一致，故删除原标准名称中关于测试方法的描述，最新制定的国家标准都采用多环芳烃的描述，故修订版标准最终标准名称确定为“纺织染整助剂中有害物质的测定 第4部分：多环芳烃化合物的测定”。

6.3 关于标准适用范围的确定

标准修订前后其适用范围未发生变化，仍适用于各类纺织染整助剂产品中多环芳烃化合物含量的测定。

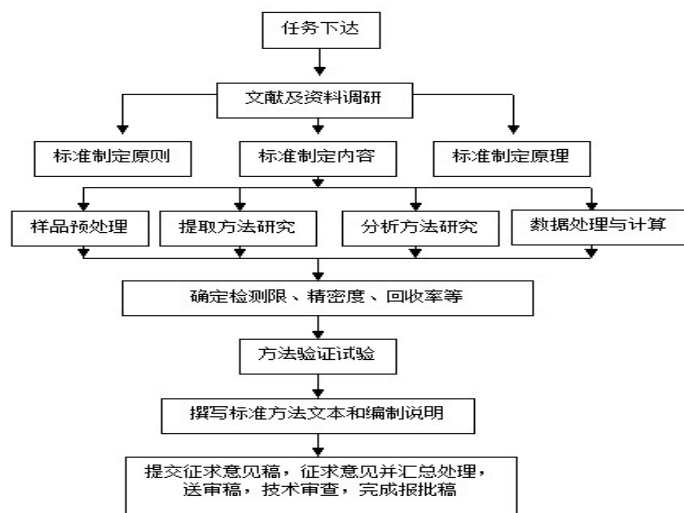
6.4 标准制定的编写格式和原则

根据标准制订计划的要求，标准起草小组收集国内外关于测定多环芳烃化合物的研究现状、相关分析方法及其存在的问题，制定了具体的技术路线，并由专业技术人员对方法进行条件试验、验证工作、撰写方法文本和编制说明。依据GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》中的各项规定，标准编制组力求编写的标准符合规范化和标准化的要求。

本标准编制时参考其它领域最新的方法标准和技术文献，又考虑国内现有的检测机构的能力和实际情况，力求方法标准的科学性、先进性、普遍适用性和可操作性，易于推广应用；并确保所编制的方法检出限和测定范围能满足相关环保标准和法规的要求，经过方法验证确保方法的准确可靠，保证方法能满足纺织染整助剂中多环芳烃化合物含量的测定要求。

6.5 方法技术路线

方法技术路线如图一所示。



图一 技术路线

6.6 试剂和材料

除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂。

6.6.1 甲苯，色谱级。

6.6.2 多环芳烃标准物质：纯度≥99%（质量分数）见表2。

6.6.3 多环芳烃标准储备溶液，1000 mg/L。

6.6.3.1 18种多环芳烃混合标准储备溶液，1000 mg/L：商业上可获取，储存期限请参照相关标样证书。

6.6.3.2 6种多环芳烃单标标准储备溶液，1000 mg/L。

分别准确称取 10mg（精确到 0.1mg）环戊烯(c,d)芘、二苯并(a,e)芘、二苯并(a,h)芘、二苯并(a,i)芘、二苯并(a,l)芘和 1-甲基芘，用甲苯溶解并定容至 10 mL，混匀。
0℃~4℃避光保存，有效期 1 年。

表 2 24 种多环芳烃化合物基本信息列表

序号	化合物	本文件使用标准物质CAS编号	本文件使用标准物质分子量	本文件使用标准物质分子式	定量内标
1	萘 Naphthalene	91-20-3	128.1	C ₁₀ H ₈	氘代萘 (IS1)
2	苊 Acenaphthylene	208-96-8	152.19	C ₁₂ H ₈	氘代苊 (IS2)
3	1,2-二氢苊 Acenaphthene	83-32-9	154.21	C ₁₂ H ₁₀	
4	芴 Fluorene	86-73-7	166.2	C ₁₃ H ₁₀	
5	菲 Phenanthrene	85-01-8	178.23	C ₁₄ H ₁₀	
6	蒽 Anthracene	120-12-7	178.23	C ₁₄ H ₁₀	
7	荧蒽 Fluoranthene	206-44-0	202.25	C ₁₆ H ₁₀	
8	芘 Pyrene	129-00-0	202.25	C ₁₆ H ₁₀	
9	1-甲基芘 1-Methylpyrene	2381-21-7	216.28	C ₁₇ H ₁₂	
10	苯并(a)蒽 Benzo[a]anthracene	56-55-3	228.29	C ₁₈ H ₁₂	

表 2 (续)

序号	化合物	本文件使用标准物质 CAS 编号	本文件使用标准物质分子量	本文件使用标准物质分子式	定量内标
11	环戊烯(c,d)芘 Cyclopenta[c,d]pyrene	27208-37-3	226.27	C ₁₈ H ₁₀	氘代芘 (IS2)
12	蒽 Chrysene	218-01-9	228.29	C ₁₈ H ₁₂	
13	苯并(b)荧蒹 Benzo[b]fluoranthene	205-99-2	252.31	C ₂₀ H ₁₂	氘代苯并[a]芘 (IS3)
14	苯并(k)荧蒹 Benzo[k]fluoranthene	207-08-9	252.3	C ₂₀ H ₁₂	
15	苯并(j)荧蒹 Benzo[j]fluoranthene	205-82-3	252.3	C ₂₀ H ₁₂	
16	苯并(e)芘 Benzo[e]pyrene	192-97-2	252.31	C ₂₀ H ₁₂	
17	苯并(a)芘 Benzo[a]pyrene	50-32-8	252.31	C ₂₀ H ₁₂	
18	茚并(1,2,3-cd)芘 Indeno[1,2,3-cd]pyrene	193-39-5	276.3	C ₂₂ H ₁₂	
19	二苯并(a,h)蒽 Dibenzo[a,h]anthracene	53-70-3	278.35	C ₂₂ H ₁₄	
20	苯并(g,h,i)芘 Benzo[ghi]perylene	191-24-2	276.33	C ₂₂ H ₁₂	
21	二苯并(a,l)芘 Dibenzo[a,l]pyrene	191-30-0	302.37	C ₂₄ H ₁₄	
22	二苯并(a,e)芘 Dibenzo[a,e]pyrene	192-65-4	302.37	C ₂₄ H ₁₄	
23	二苯并(a,i)芘 Dibenzo[a,i]pyrene	189-55-9	302.37	C ₂₄ H ₁₄	
24	二苯并(a,h)芘 Dibenzo[a,h]pyrene	189-64-0	302.37	C ₂₄ H ₁₄	

6.6.4 24种多环芳烃化合物一级混合标准中间溶液，10mg/L 、40 mg/L。

分别移取 100 μL 18 种多环芳烃混合标准储备溶液和环戊烯(c,d)芘、1-甲基芘单标标准储备液，400 μL 苯并(a,e)芘、二苯并(a,h)芘、二苯并(a,i)芘、二苯并(a,l)芘单标标准储备液于同一 10 mL 容量瓶中，用甲苯定容至刻度，浓度分别为 10mg/L 、40 mg/L 。0℃~4℃避光保存，有效期 3 个月。

6.6.5 24种多环芳烃化合物二级混合标准中间溶液，1mg/L、4 mg/L。

准确移取多环芳烃化合物一级混合标准中间溶液 1 mL 到 10 mL 容量瓶中，甲苯定容至刻度，混匀，浓度分别为 1mg/L、4 mg/L。0℃~4℃避光保存，有效期 3 个月。

6.6.6 内标标准物质：纯度≥99%（质量分数）见表3。

表 3 多环芳烃内标化合物基本信息列表

序号	化合物	本文件使用标准物质CAS编号	本文件使用标准物质分子量	本文件使用标准物质分子式
IS1	氘代萘 Naphthalene-d8	1146-65-2	136.22	C ₁₀ D ₈
IS2	氘代芘 Pyrene-d10	1718-52-1	212.31	C ₁₆ D ₁₀
IS3	氘代苯并[a]芘 benzo(a)pyrene-d12	63466-71-7	306.4	C ₂₀ D ₁₂

6.6.7 混合内标储备溶液，1000 mg/L。

分别准确称取表 2 各内标标准物质 100 mg（精确至 0.1 mg），用甲苯溶解并定容至 100 mL，混匀。0℃~4℃避光保存，有效期 1 年。

6.6.8 混合内标中间浓度溶液，10 mg/L。

准确移取 1000 μL 稠环芳烃内标化合物标准储备溶液至 100 mL 容量瓶中，甲苯定容至刻度，混匀。0℃~4℃避光保存，有效期 3 个月。

6.6.9 多环芳烃化合物混合标准工作溶液（2.5/10 μg/L，5/20 μg/L，50/200 μg/L，100/400 μg/L，250/1000 μg/L），内标浓度为100 μg/L，溶剂为甲苯，配置见表4，现配现用。

表 4 多环芳烃化合物混合标准工作溶液

24种多环芳烃化合物二级混合标准中间溶液（6.5.5）的移取体积（μL）	24种多环芳烃化合物一级混合标准中间溶液（6.6.4）的移取体积（μL）	内标化合物混合标准中间溶液（6.6.8）的移取体积（mL）	定容体积（mL）	20种多环芳烃最终浓度（μg/L）	4种二苯并芘最终浓度（μg/L）	内标最终浓度（μg/L）
25	-	0.1	10	2.5	10	100
50	-	0.1	10	5	20	100
-	50	0.1	10	50	200	100
-	100	0.1	10	100	400	100
-	250	0.1	10	250	1000	100

6.7 仪器和设备

6.7.1 气相色谱-质谱联用仪（GC-MS），配有质量选择型检测器。

6.7.2 分析天平，感量0.1 mg。

6.7.3 螺盖试管，50 mL。

6.7.4 0.45 μm尼龙过滤头。

6.7.5 超声波发生器：工作频率40 kHz，60 °C时控温精度为±5 °C。

6.8 试样前处理

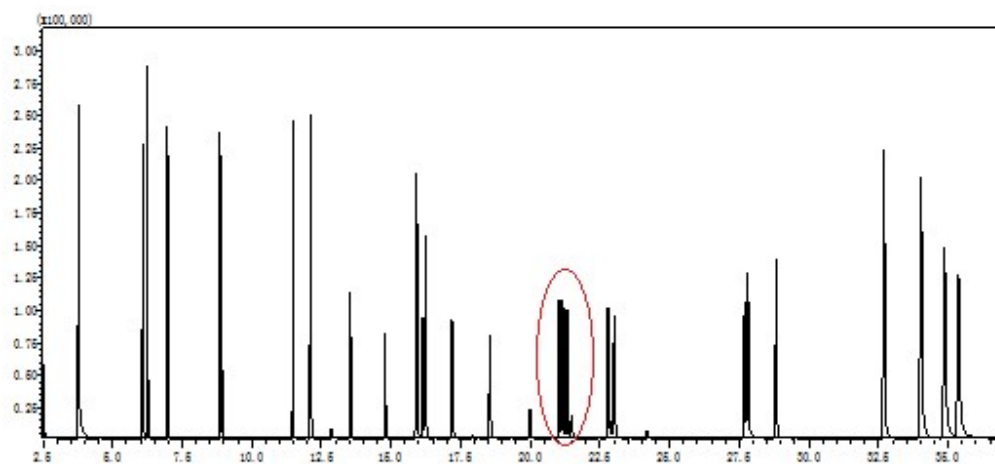
由于纺织染整助剂试样基质复杂、沸点高、难气化，为了使检测更加准确、可靠，需要在分析之前对样品进行一定的处理。目前，有多环芳烃化合物的前处理技术主要有索氏提取法、超声萃取法、液-液萃取法、微波萃取法和固相萃取法等。其中，索氏提取法回收率高，但是提取时间较长，消耗溶剂量大，使用玻璃器皿多，操作繁琐。超声萃取法同时具有操作简单、萃取效率高、萃取时间短、设备普及率高、对溶剂和目标萃取物的性质（如极性）关系不大、目标萃取物范围广泛等优点。考虑到方法的普遍适用性，本标准在样品的前处理方法仍沿用了2013版的前处理方法——超声提取法。

6.9 仪器及参数选择

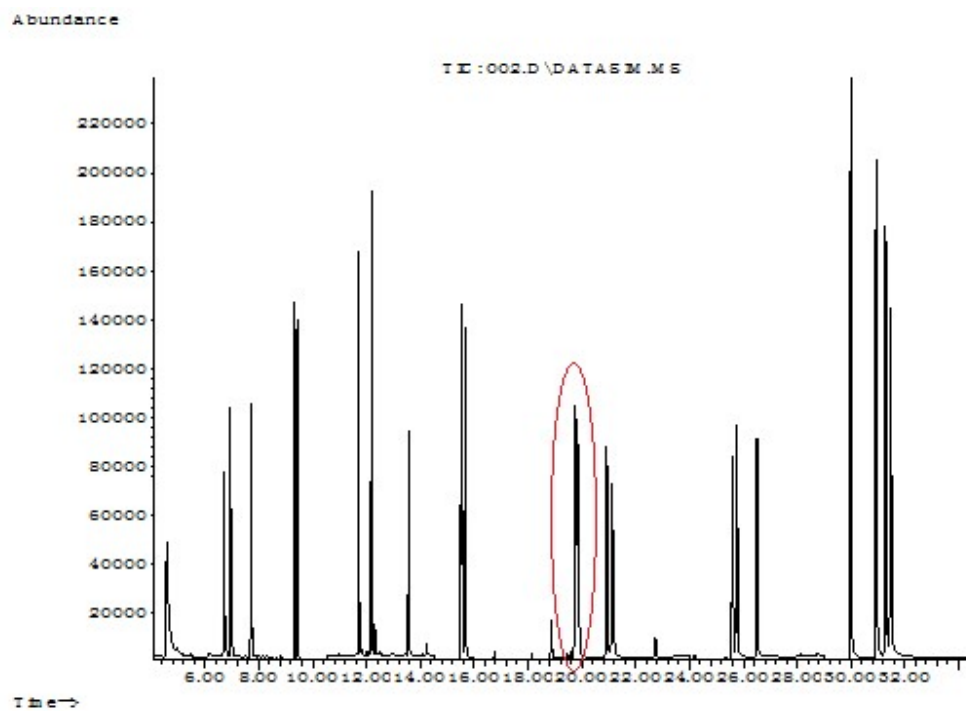
多环芳烃化合物种类繁多，性质各不相同。目前，标准方法和文献中涉及的多环芳烃化合物测定方法主要有液相色谱-荧光检测法（LC-FLD）、液相色谱-紫外检测法（LC-UV）等、气相色谱-质谱法（GC-MS）、液相色谱-质谱法（LC-MS）等。其中，由于气相色谱-质谱法（GC-MS）法定性准确、检出限低、能有效降低背景干扰、价格实惠，具有普遍性及适用性。

6.9.1 色谱柱的选择

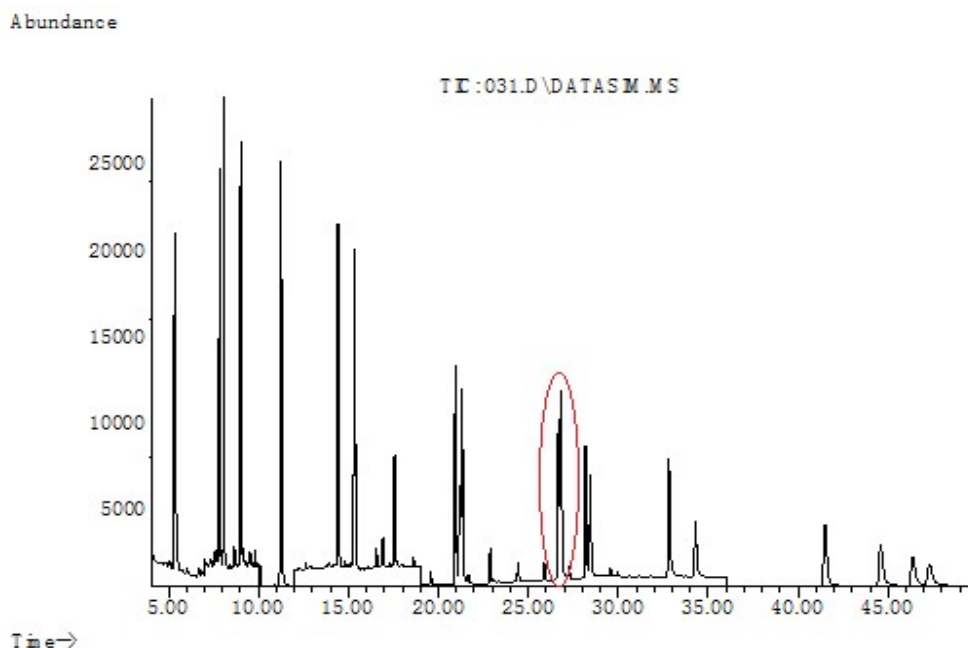
24种多环芳烃化合物(PAHs)存在着多种同分异构体，具有极性差异小、色谱分离困难的特点。因此，合适的色谱柱是对24种PAHs进行有效分离和准确定性、定量的关键。分别用DB-5MS、DB-35MS和DB-EUPAH色谱柱对24种PAHs进行分离，调节色谱分离条件，考察不同色谱柱对24种PAHs的分离效果。结果见图二、三、四，图中红色圈住的部分是苯并(b)荧蒹、苯并(k)荧蒹与苯并(j)荧蒹。在使用DB-5MS、DB-35MS色谱柱时，调整色谱柱升温程序，都难以实现苯并(b)荧蒹、苯并(k)荧蒹与苯并(j)荧蒹之间的有效分离；而在使用DB-EUPAH色谱柱时，提供优化进样口温度、柱流速、升温程序等参数，可实现24种PAHs的有效分离，且峰性对称、尖锐，因此选择DB-EUPAH色谱柱作为24种PAHs的色谱分离柱。



图二 24 种多环芳烃在 DB-EUPAH 色谱柱运行选择离子流色谱图



图三 24 种多环芳烃在 DB-5MS 色谱柱运行选择离子流色谱图



图四 24 种多环芳烃在 DB-35MS 色谱柱运行选择离子流色谱图

6.9.2 色谱柱升温程序的优化

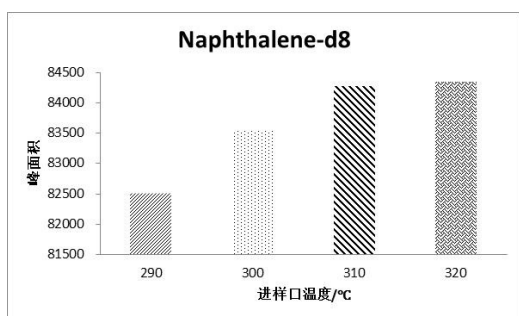
色谱柱温度是影响分析时间和分离效果的重要因素。在气相色谱分析中，色谱柱的温度控制方式有恒温 and 程序升温两种。PAHs 性质相近，选择程序升温，能使各组分良好分离并得到尖锐的峰型，缩短分析时间。有 4 对色谱峰对（菲与蒽，环戊烯(c,d)芘与蒽，并（b）荧蒹、苯并（k）荧蒹与苯并（j）荧蒹，茚并(1,2,3-cd)芘与二苯并（a,h）蒹）是化学结构十分相近的同分异构体。要获得完全的分离效果必须使用较缓的升温速率，使分析时间大大延长，造成后出峰的化合物一定程度上拖尾，综合考虑到分析时间和分析效果的平衡，经过实验室长期积累的经验并参考安捷伦的应用文章《用于环境分析的气相色谱柱系列产品》中关于多环芳烃方法的描述，最终确认的程序升温条件见表 5。

表 5 程序升温条件

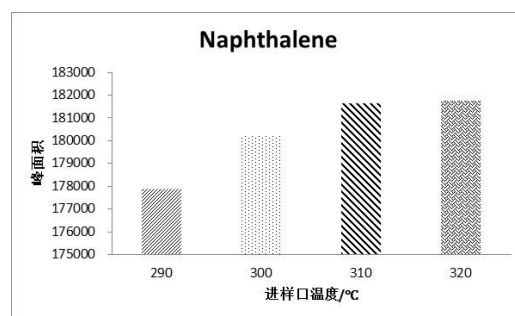
	升温速度 (°C/min)	温度 (°C)	保持时间 (min)	运行时间 (min)
初始温度	-	100	2	2
升温速率1	20	180	0	6
升温速率2	10	240	0	12
升温速率3	3	266	0	20.67
升温速率4	5	300	0	27.47
升温速率5	10	320	8	37.47

6.9.3 进样口温度的优化

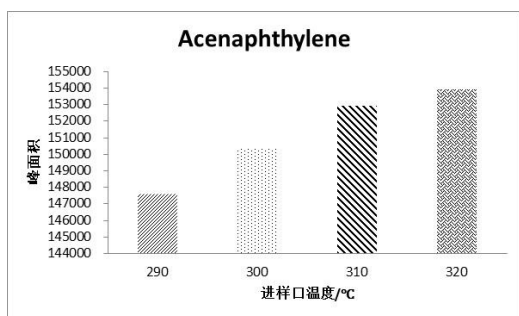
进样口温度是气相色谱的一个重要参数。实验分别考察了 290 °C、300 °C、320 °C 和 下进样口温度对 PAHs (250/1000 µg/L) 峰面积的影响, 结果见图五~图三十一。结果表明, 随着进样口温度的升高, 各多环芳烃的响应趋势基本一致。当进样口温度由 290 °C 升高至 320 °C 时, 各多环芳烃的峰面积明显增大, 由于色谱柱能够长时间保持的最高温度为 320 °C 且在此温度下重现性与标准曲线的线性满足要求。因此, 标准选用的进样口温度为 320 °C。



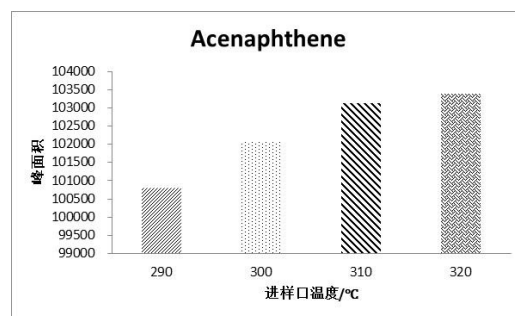
图五 Naphthalene-d8 进样口温度与响应关系图



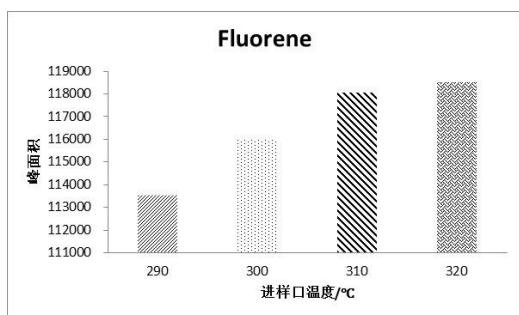
图六 Naphthalene 进样口温度与响应关系图



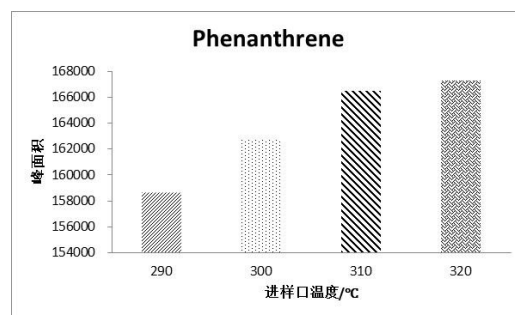
图七 Acenaphthylene 进样口温度与响应关系图



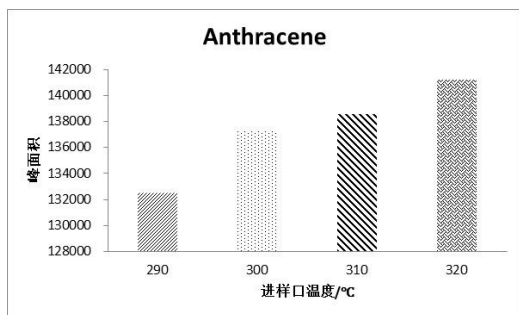
图八 Acenaphthene 进样口温度与响应关系图



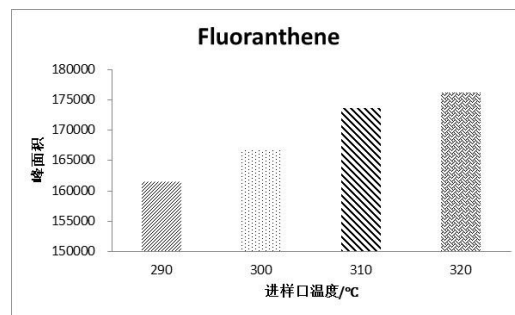
图九 Fluorene 进样口温度与响应关系图



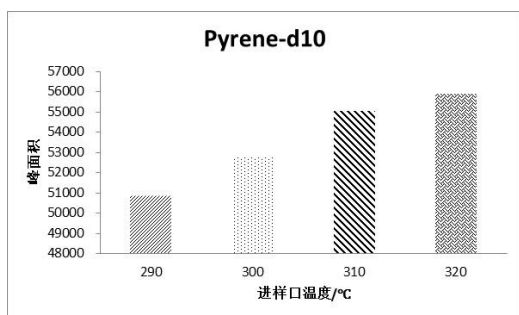
图十 Phenanthrene 进样口温度与响应关系图



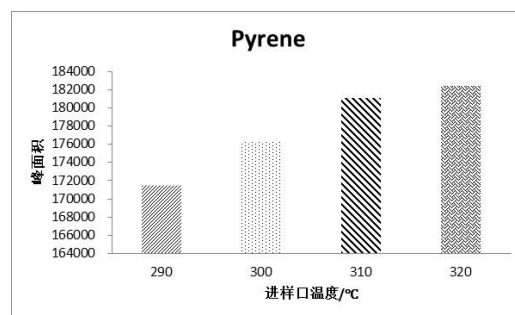
图十一 Anthracene 进样口温度与响应关系图



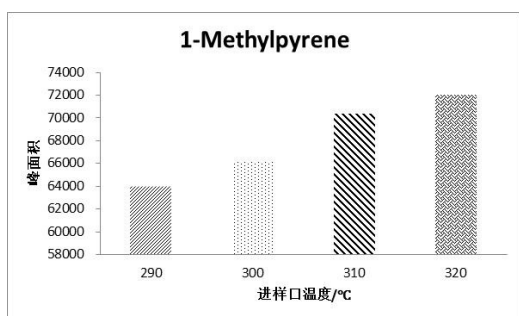
图十二 Fluoranthene 进样口温度与响应关系图



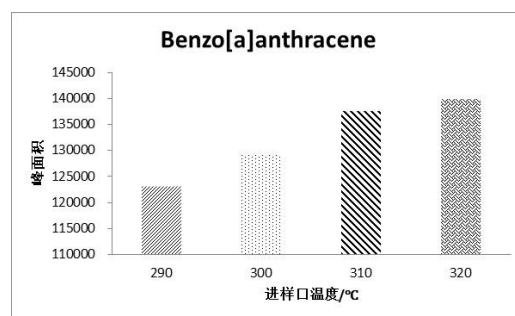
图十三 Pyrene-d10 进样口温度与响应关系图



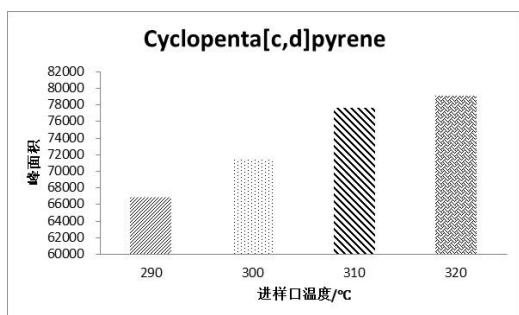
图十四 Pyrene 进样口温度与响应关系图



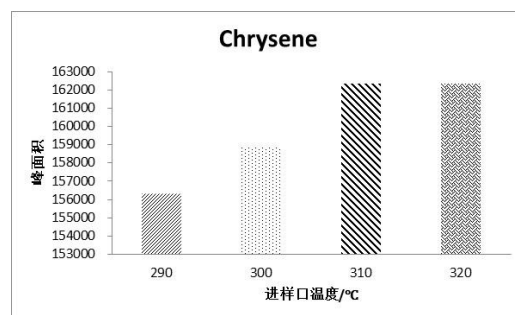
图十五 1-Methylpyrene 进样口温度与响应关系图



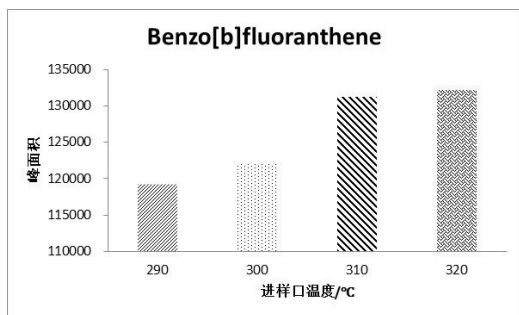
图十六 Benzo[a]anthracene 进样口温度与响应关系图



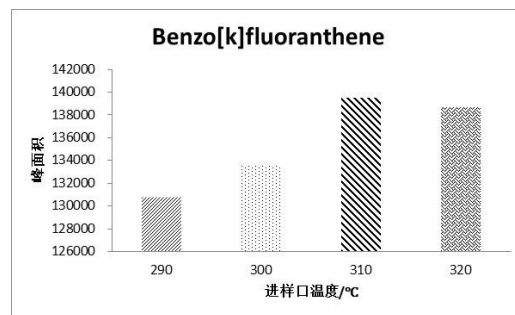
图十七 Cyclopenta[c,d]pyrene 进样口温度与响应关系图



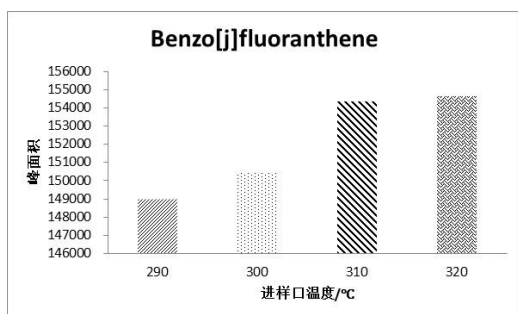
图十八 Chrysene 进样口温度与响应关系图



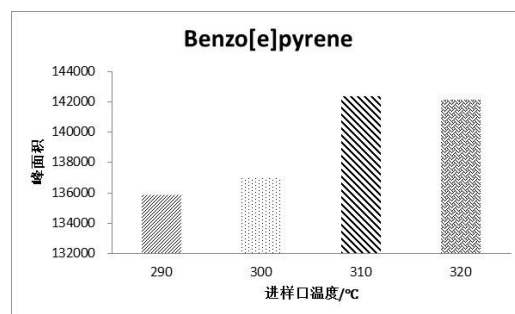
图十九 Benzo[b]fluoranthene 进样口温度与响应关系图



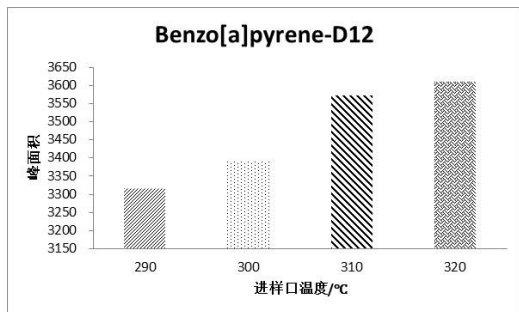
图二十 Benzo[k]fluoranthene 进样口温度与响应关系图



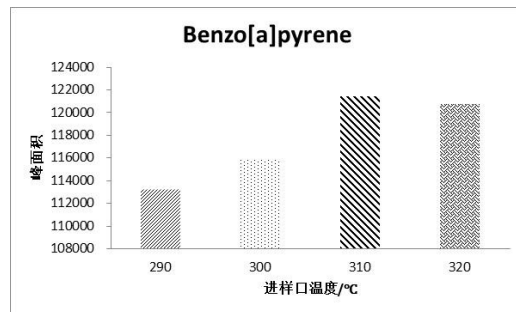
图二十一 Benzo[j]fluoranthene 进样口温度与响应关系图



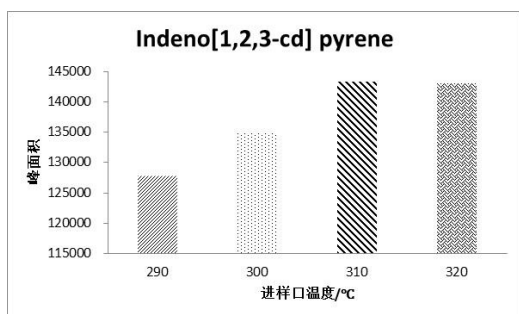
图二十二 Benzo[e]pyrene 进样口温度与响应关系图



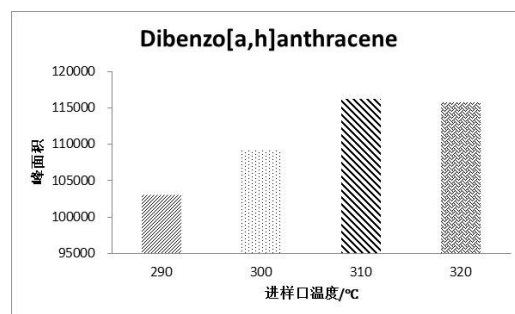
图二十三 Benzo[a]pyrene-D12 进样口温度与响应关系图



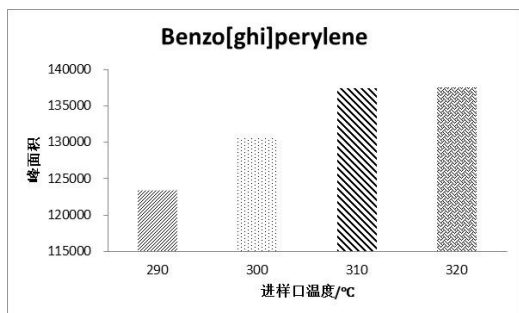
图二十四 Benzo[a]pyrene 进样口温度与响应关系图



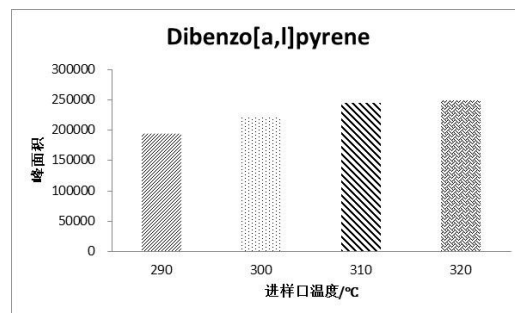
图二十五 Indeno[1,2,3-cd] pyrene 进样口温度与响应关系图



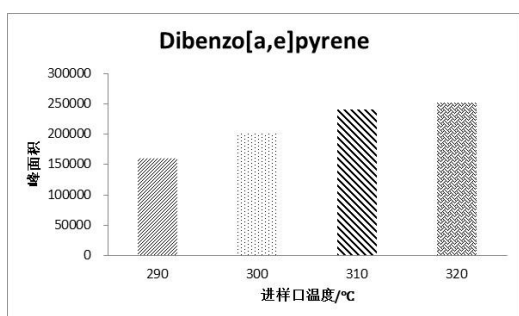
图二十六 Dibenzo[a,h]anthracene 进样口温度与响应关系图



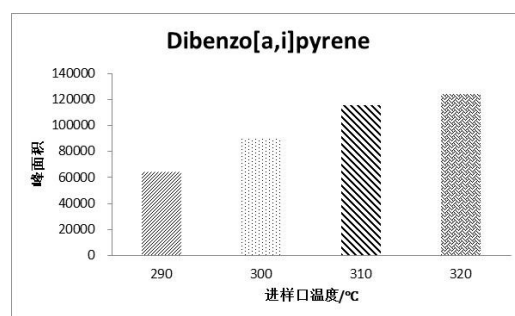
图二十七 Benzo[ghi]perylene 进样口温度与响应关系图



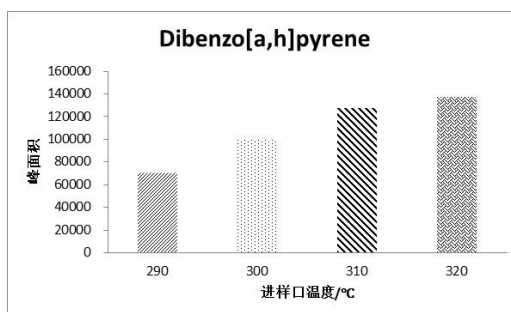
图二十八 Dibenzo[a,l]pyrene 进样口温度与响应关系图



图二十九 Dibenzo[a,e]pyrene 进样口温度与响应关系图



图三十 Dibenzo[a,i]pyrene 进样口温度与响应关系图



图三十一 Dibenzo[a,h]pyrene 进样口温度与响应关系图

6.9.4 质谱条件的优化

与全扫描（SCAN）模式相比，选择离子扫描检测灵敏度高、选择性好等特点，在有許多干扰离子存在时，利用全扫描（SCAN）模式所得的信号值可能很小，噪音可能很大，单用选择离子扫描方式，只选择特征离子，噪音会变得很小，信噪比大大提高。

内标物及原标准已有的16种多环芳烃采用GB/T 29493.4-2013表3的定性及定量离子，新增的8种多环芳烃本标准采用选择离子扫描模式（SIM）进行测定。在试验过程中，首先通

过全扫描方式（SCAN）绘制出总离子流图（TIC），由于多环芳烃比较稳定，质谱图中丰度相对较高、分子质量较大的碎片离子是其分子离子峰，因此本文选择分子离子峰为定量离子，分子离子峰附件的同位素峰及丰度相对较高的离子作为定性离子，多环芳烃化合物及内标的定量、定性离子具体信息见表6。

表 6 PAHs 及内标的定量和定性选择离子信息

序号	待测物名称	定量离子	定性离子	丰度比
1*	氘代萘（Naphthalene-d8）	136	137,134,108	100: 11: 9: 9
1	萘（Naphthalene）	128	129,127,102	100: 11: 12: 7
2*	氘代芘（Pyrene-d10）	212	208,213	100: 17: 17
2	芘（Acenaphthylene）	152	151,153,126	100: 19: 13: 3
3	1,2-二氢芘（Acenaphthene）	154	153,152,126	100: 99: 46: 4
4	芴（Fluorene）	166	165,139,115	100: 89: 6: 4
5	菲（Phenanthrene）	178	176,179,152	100: 18: 15: 9
6	蒽（Anthracene）	178	176,179,152	100: 18: 15: 8
7	荧蒽（Fluoranthene）	202	200,203,101	100: 20: 17: 17
8	芘（Pyrene）	202	200,203,101	100: 20: 17: 21
9	1-甲基芘（1-Methylpyrene）	216	215,189,95	100: 69: 14: 8
10	苯并（a）蒽（Benzo[a]anthracene）	228	226,229,114	100: 27: 19: 17
11	环戊烯(c,d)芘 （Cyclopenta[c,d]pyrene）	226	224,113,99	100: 20: 25: 5
12	蒾（Chrysene）	228	226,229,114	100: 14: 19: 14
3*	氘代苯并[a]芘 （Benzo(a)pyrene-d12）	264	265, 260	100: 23: 17
13	苯并（b）荧蒽 （Benzo[b]fluoranthene）	252	250,126,113	100: 21: 18: 11
14	苯并（k）荧蒽 （Benzo[k]fluoranthene）	252	250,126,113	100: 23: 21: 7
15	苯并(j)荧蒽 （Benzo[j]fluoranthene）	252	250,126,113	100: 28: 17: 8
16	苯并（e）芘（Benzo[e]pyrene）	252	250,126,113	100: 29: 17: 9
17	苯并（a）芘（Benzo[a]pyrene）	252	250,126,113	100: 24: 20: 11
18	茚并(1,2,3-cd)芘 （Indeno[1,2,3-cd] pyrene）	276	277,138,137	100: 23: 27: 17

表 6 （续）

序号	待测物名称	定量离子	定性离子	丰度比
19	二苯并(a,h)蒽 (Dibenzo[a,h]anthracene)	278	279,139	100: 23: 24
20	苯并(g,h,i)芘 (Benzo[ghi]perylene)	276	277,138,137	100: 23: 27: 21
21	二苯并(a,l)芘 (Dibenzo[a,l]pyrene)	302	300,151,303	100: 41: 19: 25
22	二苯并(a,e)芘 (Dibenzo[a,e]pyrene)	302	300,151,303	100: 26: 27: 28
23	二苯并(a,i)芘 (Dibenzo[a,i]pyrene)	302	300,151,303	100: 19: 28: 25
24	二苯并(a,h)芘 (Dibenzo[a,h]pyrene)	302	300,151,303	100: 18: 28: 24
注：*指内标化合物				

6.10 标准曲线绘制

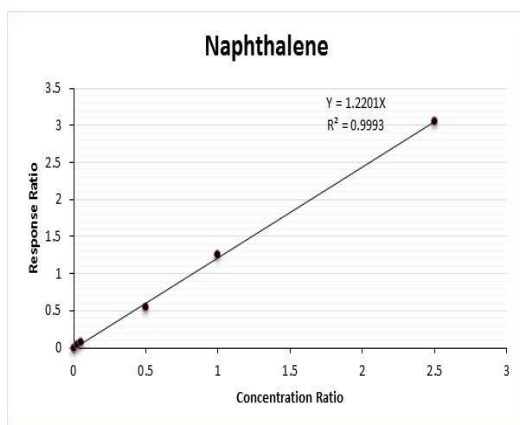
在已所确定的仪器条件下，对内标浓度为 100 µg/L，多环芳烃浓度为 2.5/10 µg/L、5/20 µg/L、50/200 µg/L、100/400 µg/L 和 250/1000 µg/L 等 24 种多环芳烃标准工作溶液进行分析测定，以目标化合物含量与内标物含量的比值（Concentration Ratio）为横坐标，以目标化合物的响应值与内标物响应值的比值（Response Ratio）为纵坐标进行线性回归，结果见表 7。实验表明，在表 7 所述浓度范围内，待测组分有良好的线性关系，线性相关系数的平方均大于 0.9950。各多环芳烃化合物标准工作曲线见图三十二~图五十五。

表 7 多环芳烃 GC-MS 校正工作曲线方程及相关系数

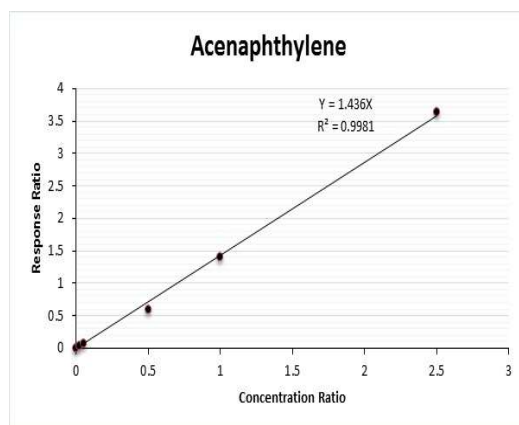
序号	化合物名称	标准工作溶液浓度 (µg/L)					拟合曲线	R ²	所用内标
		2.5	5	50	100	250			
1	Naphthalene	4520	8556	72337	155066	385833	Y = 1.2201X	0.9993	Naphthalene-d8
2	Acenaphthylene	3207	6371	55472	119836	306734	Y = 1.436 X	0.9981	Pyrene-d10
3	Acenaphthene	2470	4609	36920	76779	194279	Y = 0.9134 X	0.9991	
4	Fluorene	2518	4744	41577	88644	220916	Y = 1.0373 X	0.9989	
5	Phenanthrene	3764	6314	52104	117434	286892	Y = 1.3500X	0.9982	
6	Anthracene	3323	6655	59627	119230	307893	Y = 1.4414 X	0.9988	
7	Fluoranthene	3356	6609	57334	122510	305221	Y = 1.4347X	0.9986	
8	Pyrene	3560	6866	61071	129347	315006	Y = 1.4880 X	0.999	
9	1-Methylpyrene	1285	2466	24781	46513	116306	Y = 0.5500 X	0.9999	
10	Benzo[a]anthracene	3076	5905	54811	116615	294420	Y = 1.3807 X	0.9986	
11	Cyclopenta[c,d]pyrene	1980	3317	31989	69999	184995	Y = 0.8620 X	0.9965	
12	Chrysene	3299	6185	57883	121575	285306	Y = 1.3574 X	0.9990	
13	Benzo[b]fluoranthene	2684	5032	55189	113763	279207	Y = 14.4580 X	0.9988	Benzo(a)pyrene-d12
14	Benzo[k]fluoranthene	2746	5494	53438	112588	309254	Y = 15.7130X	0.9975	
15	Benzo[j]fluoranthene	2928	6276	57889	111441	280521	Y = 14.4960 X	0.9996	
16	Benzo[e]pyrene	2854	5206	52011	110589	276758	Y = 14.2690 X	0.9988	
17	Benzo[a]pyrene	3057	5591	54034	113773	282737	Y = 14.6000 X	0.9988	
18	Indeno[1,2,3-cd] pyrene	3031	5678	58177	120927	308207	Y = 15.8540 X	0.9991	
19	Dibenzo[a,h]anthracene	2601	5014	49114	102717	261976	Y = 13.4720 X	0.9990	
20	Benzo[ghi]perylene	2599	5318	50853	105580	273385	Y = 14.0270 X	0.9990	

表 7 (续)

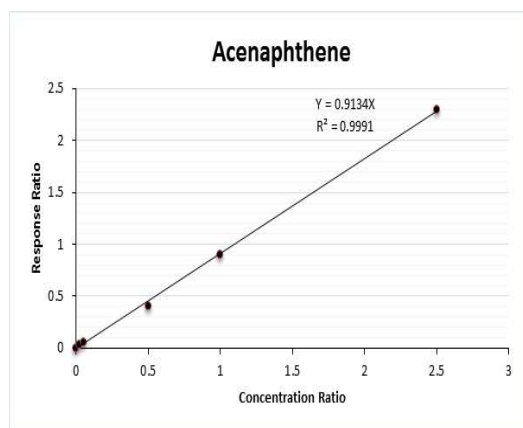
序号	化合物名称	标准工作溶液浓度 (µg/L)					拟合曲线	R ²	所用内标
		10	20	200	400	1000			
21	Dibenzo[a,l]pyrene	5842	12738	125634	272450	736783	Y = 7.6607 X	0.9988	Benzo(a)pyrene-d12
22	Dibenzo[a,e]pyrene	4287	7312	123066	269126	756762	Y = 9.3737 X	0.9975	
23	Dibenzo[a,i]pyrene	6210	9674	118450	256545	668954	Y = 8.5603 X	0.9983	
24	Dibenzo[a,h]pyrene	6205	10823	109399	231713	597119	Y = 9.5663 X	0.9958	
25	Naphthalene-d8 (内标 1)	119393	122504	130649	124026	126557	-	-	-
26	Pyrene-d10 (内标 2)	91016	88640	93305	85748	84523	-	-	-
27	Benzo(a)pyrene-d12 (内标 3)	7397	7572	8291	7455	7769	-	-	-



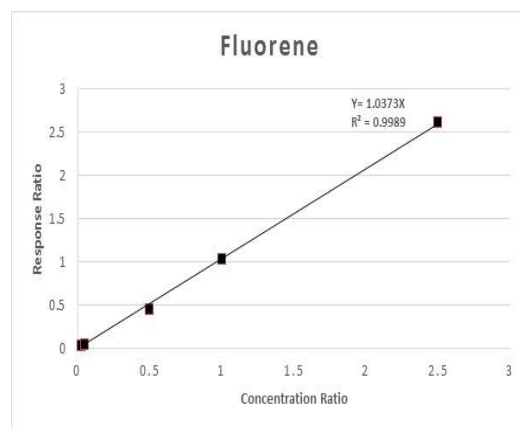
图三十二 Naphthalene 标准溶液工作曲线



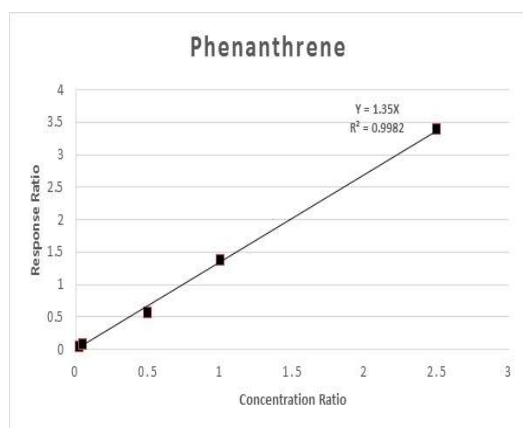
图三十三 Acenaphthylene 标准溶液工作曲线



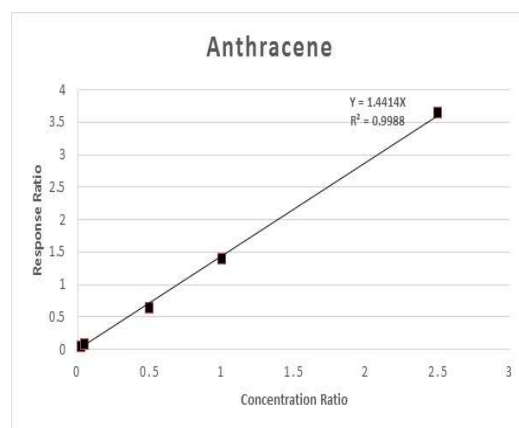
图三十四 Acenaphthene 标准溶液工作曲线



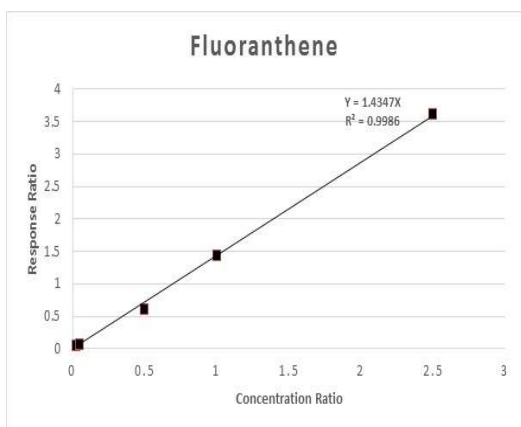
图三十五 Fluorene 标准溶液工作曲线



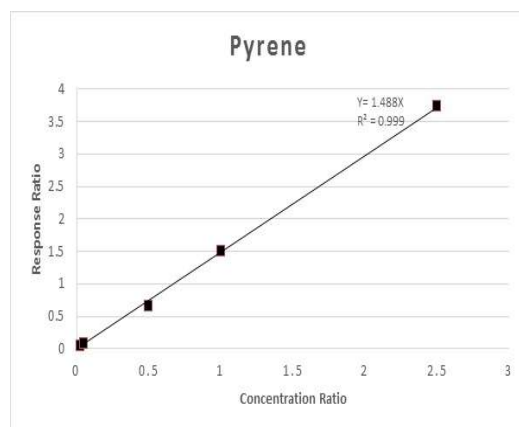
图三十六 Phenanthrene 标准溶液工作曲线



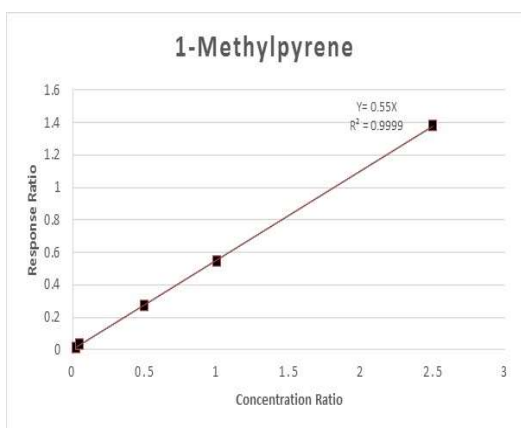
图三十七 Anthracene 标准溶液工作曲线



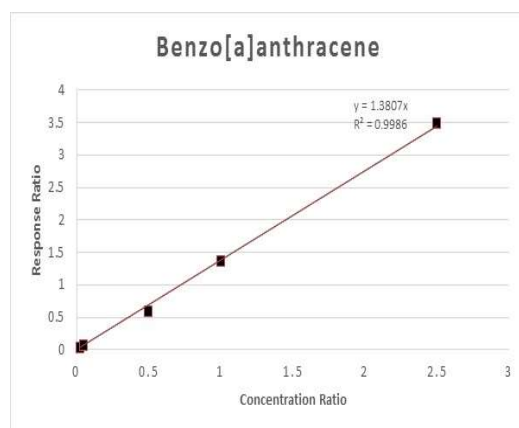
图三十八 Fluoranthene 标准溶液工作曲线



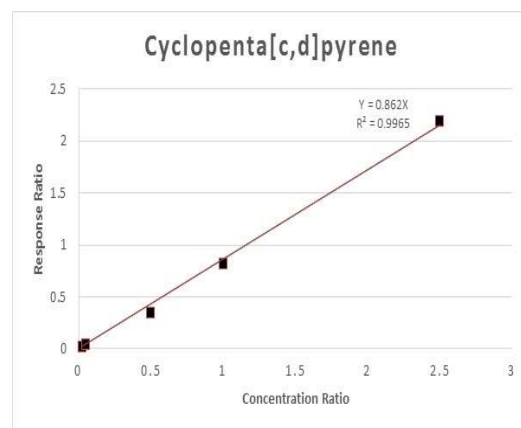
图三十九 Pyrene 标准溶液工作曲线



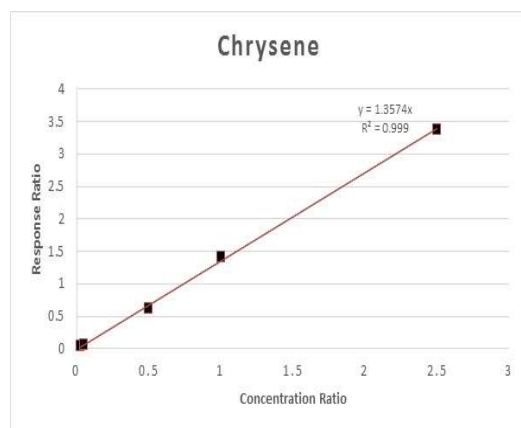
图四十 1-Methylpyrene 标准溶液工作曲线



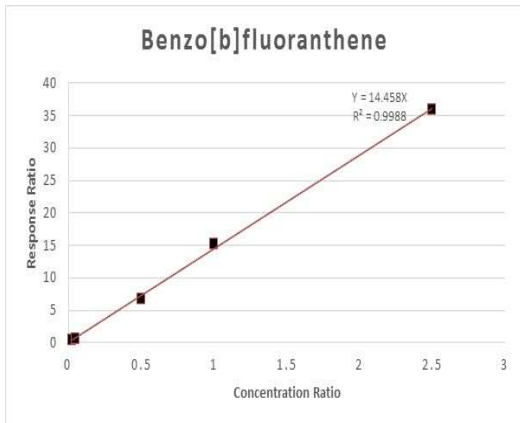
图四十一 Benzo[a]anthracene 标准溶液工作曲线



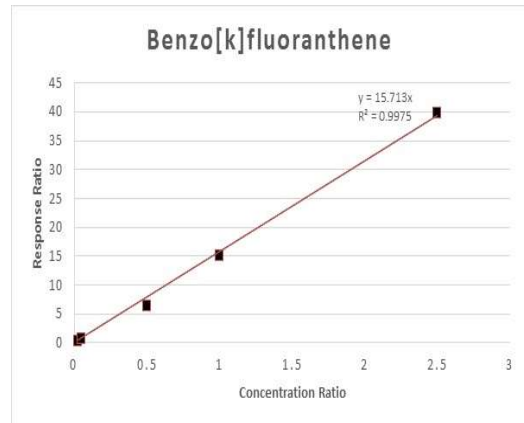
图四十二 Cyclopenta[c,d]pyrene 标准溶液工作曲线



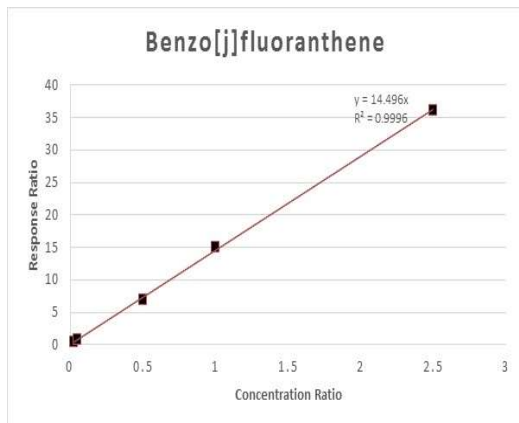
图四十三 Chrysene 标准溶液工作曲线



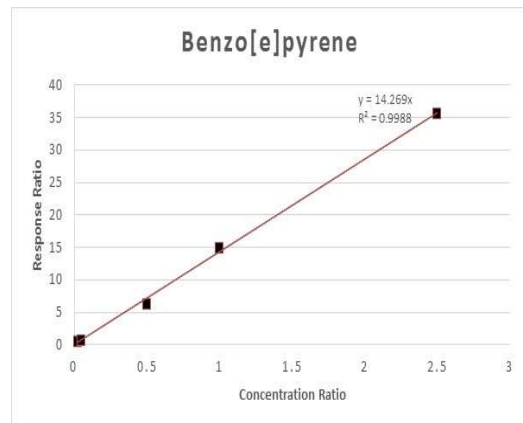
图四十四 Benzo[b]fluoranthene 标准溶液工作曲线



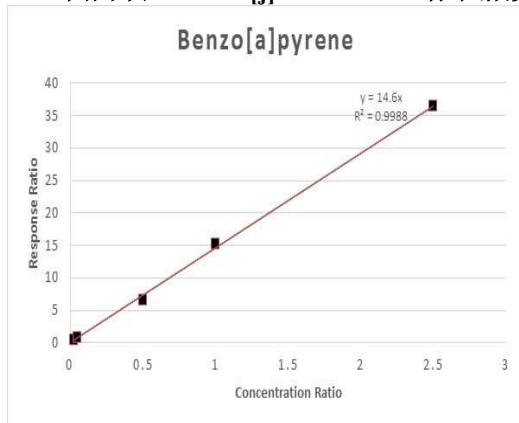
图四十五 Benzo[k]fluorantheneT 标准溶液工作曲线



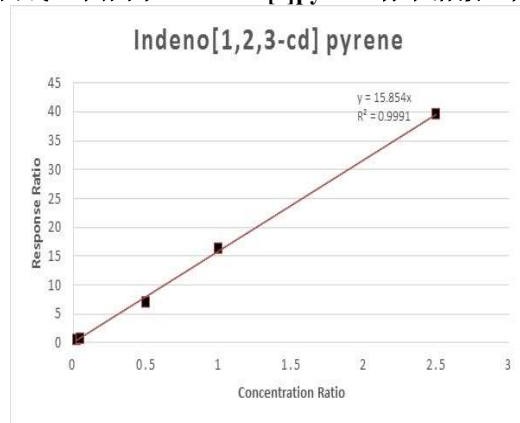
图四十六 Benzo[j]fluoranthene 标准溶液工作曲线



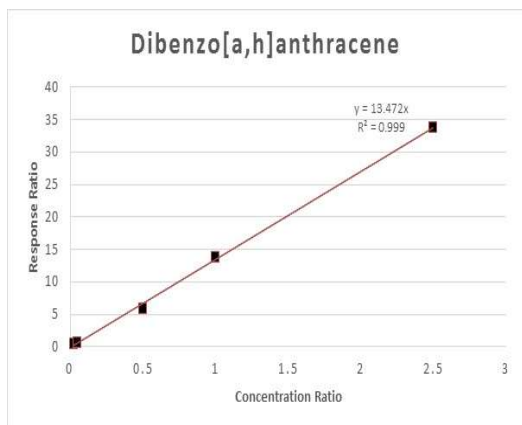
图四十七 Benzo[e]pyrene 标准溶液工作曲线



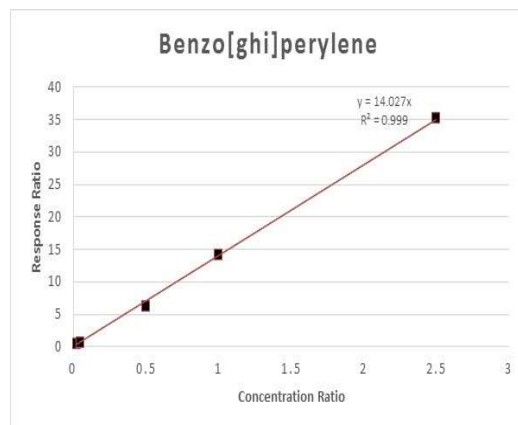
图四十八 Benzo[a]pyrene 标准溶液工作曲线



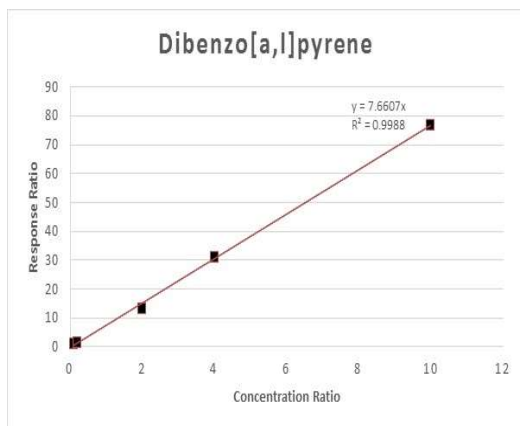
图四十九 Indeno[1,2,3-cd] pyrene 标准溶液工作曲线



图五十 Dibenzo[a,h]anthracene 标准溶液工作曲线



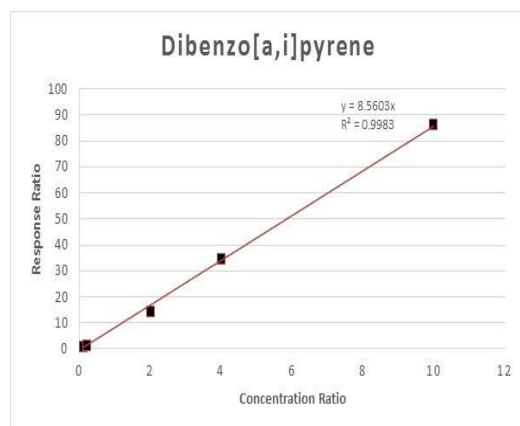
图五十一 Benzo[ghi]perylene 标准溶液工作曲线



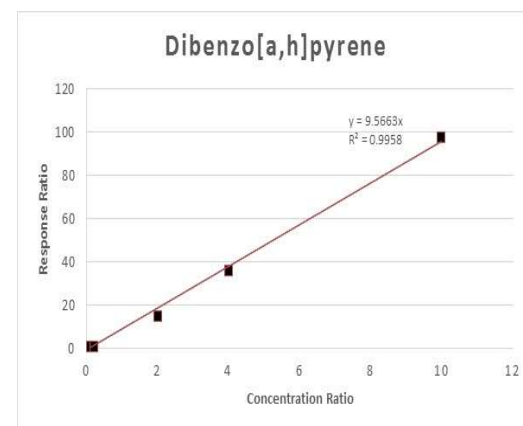
图五十二 Dibenzo[a,l]pyrene 标准溶液工作曲线



图五十三 Dibenzo[a,e]pyrene 标准溶液工作曲线



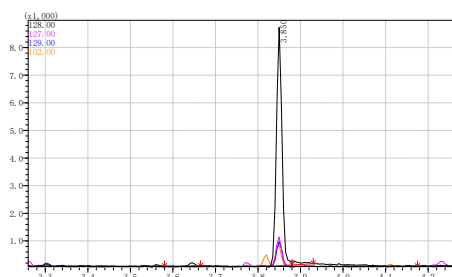
图五十四 Dibenzo[a,i]pyrene 标准溶液工作曲线



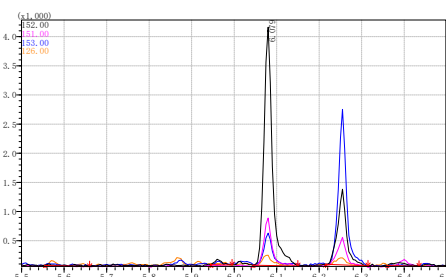
图五十五 Dibenzo[a,h]pyrene 标准溶液工作曲线

6.11 测定低限的确定

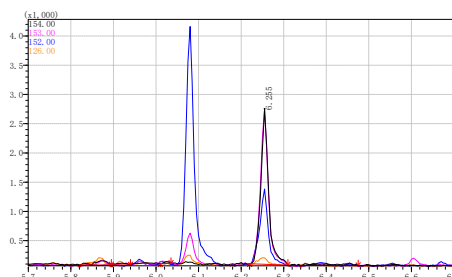
在 95%置信水平下，以待测组分信号响应值不低于 10 倍背景噪声为前提，确定方法定量测定下限（即测定低限）为二苯并(a,e)芘、二苯并(a,h)芘、二苯并(a,i)芘、二苯并(a,l)芘为 20 $\mu\text{g/L}$ （0.8 mg/kg ），其余 20 种多环芳烃为 5 $\mu\text{g/L}$ （0.2 mg/kg ）。待测组分测定低限浓度色谱图见图五十六~图七十九。



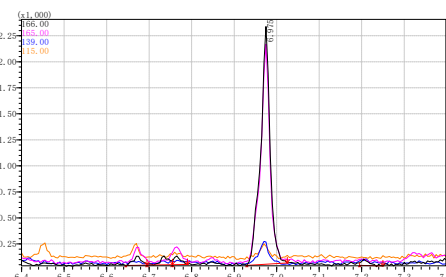
图五十六 Naphthalene 测定低限色谱图



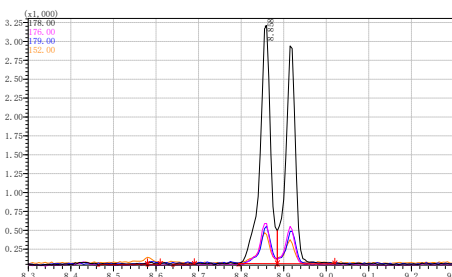
图五十七 Acenaphthylene 测定低限色谱图



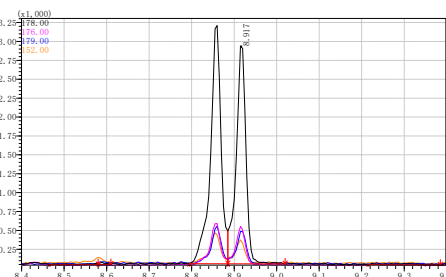
图五十八 Acenaphthene 测定低限色谱图



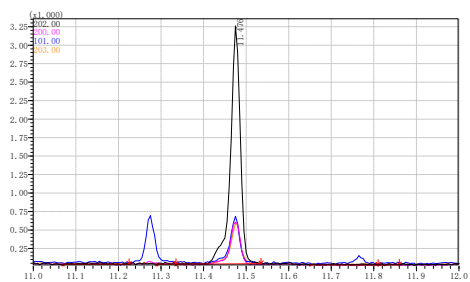
图五十九 Fluorene 测定低限色谱图



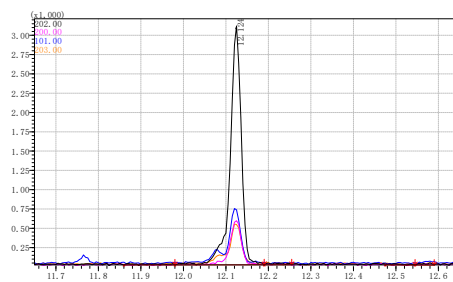
图六十 Phenanthrene 测定低限色谱图



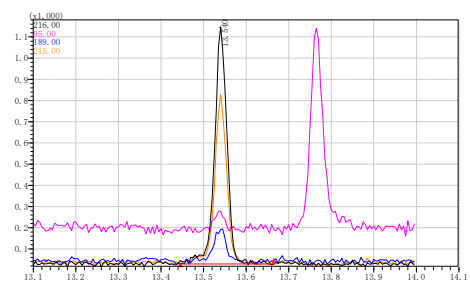
图六十一 Anthracene 测定低限色谱图



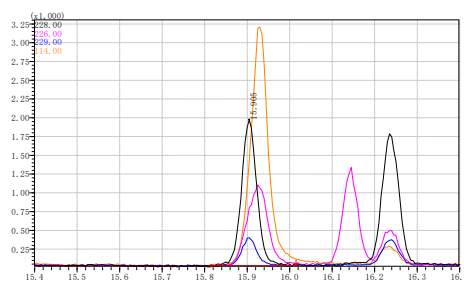
图六十二 Fluoranthene 测定低限色谱图



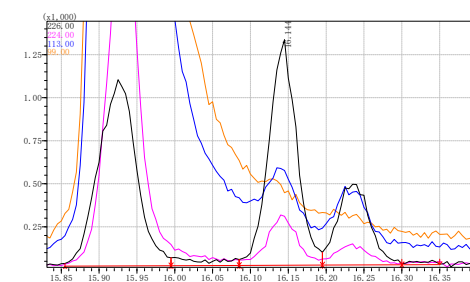
图六十三 Pyrene 测定低限色谱图



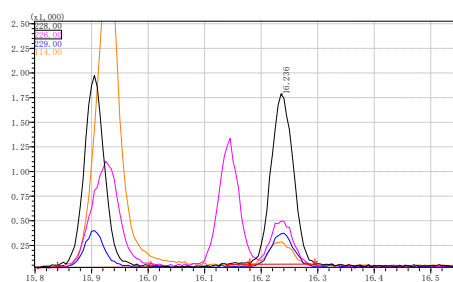
图六十四 1-Methylpyrene 测定低限色谱图



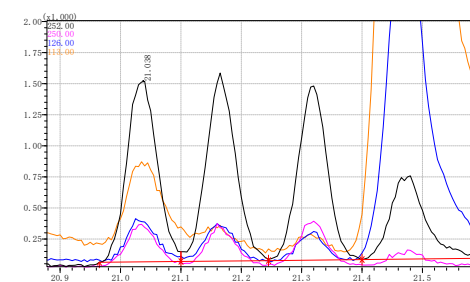
图六十五 Benzo[a]anthracene 测定低限色谱图



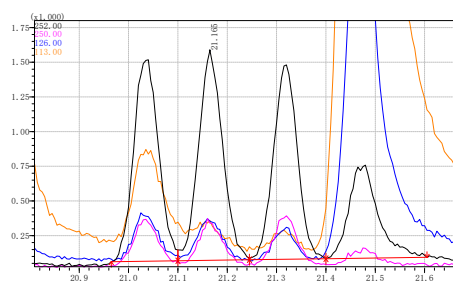
图六十六 Cyclopenta[c,d]pyrene 测定低限色谱图



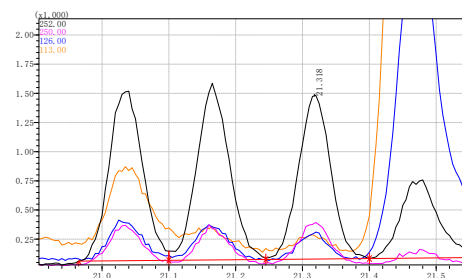
图六十七 Chrysene 测定低限色谱图



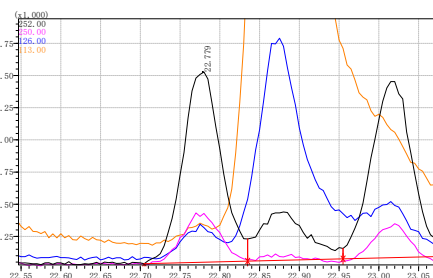
图六十八 Benzo[b]fluoranthene 测定低限色谱图



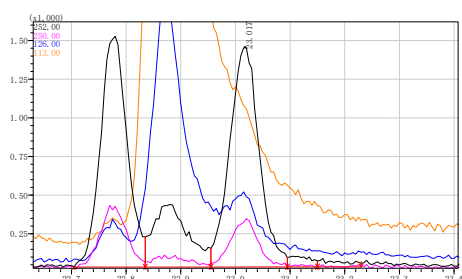
图六十九 Benzo[k]fluoranthene 测定低限色谱图



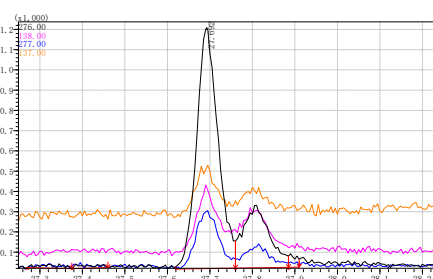
图七十 Benzo[j]fluoranthene 测定低限色谱图



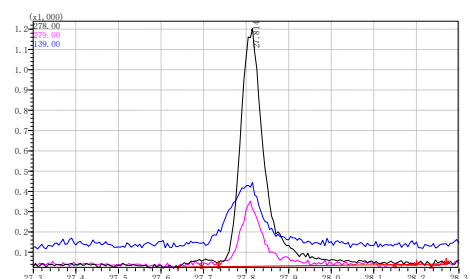
图七十一 Benzo[e]pyreneT 测定低限色谱图



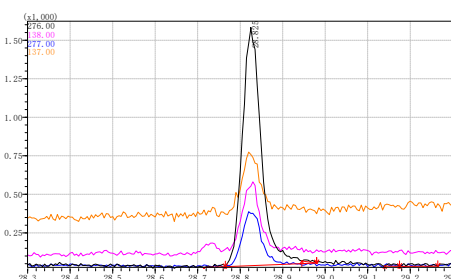
图七十二 Benzo[a]pyrene 测定低限色谱图



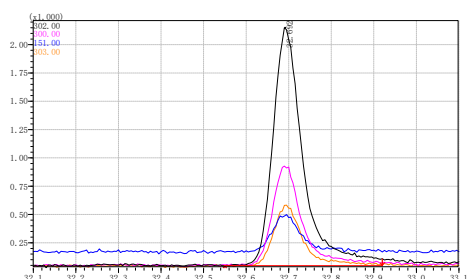
图七十三 Indeno[1,2,3-cd]pyrene 测定低限色谱图



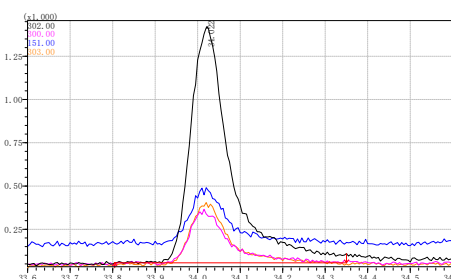
图七十四 Dibenzo[a,h]anthracene 测定低限色谱图



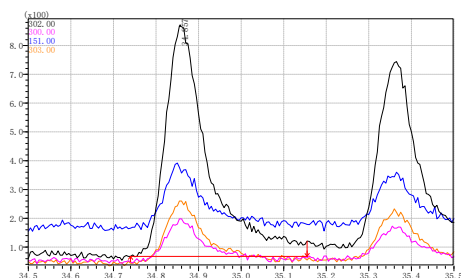
图七十五 Benzo[ghi]perylene 测定低限色谱图



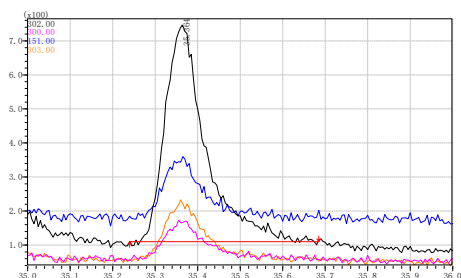
图七十六 Dibenzo[a,l]pyrene 测定低限色谱图



图七十七 Dibenzo[a,e]pyrene 测定低限色谱图



图七十八 Dibenzo[a,i]pyrene 测定低限色谱图



图七十九 Dibenzo[a,h]pyrene 测定低限色谱图

6.12 方法的精密度和回收率

因纺织印染助剂种类繁多，方法建立过程中，试图涵盖所有印染助剂产品确证方法的有效性难以实现。本方法研制过程中，选择了纺织印染助剂产品典型的三种形态：粉末、液体和膏状的代表性样品。

实验采用样品加标的方式进行回收率与精密度测试，添加量分别为二苯并(a,e)苊、二苯并(a,h)苊、二苯并(a,i)苊、二苯并(a,l)苊为 0.8 mg/kg、8 mg/kg、40 mg/kg, 其余 20 种多环芳烃为 0.2 mg/kg、2 mg/kg、10 mg/kg，依照优化的条件进行了六次平行测定，粉末、液体和膏状助剂中计算得到的方法回收率及相对标准偏差（RSD）见表 8，回收率在 76.63~113.97%之间，相对标准偏差在 0.73~13.57%之间，方法的精密度和回收率均能满足测试需求。

表 8 多环芳烃不同样品基质下回收率及相对标准偏差

目标 分析物	加入 浓度 (mg/kg)	白色粉末				液体样品				膏状样品			
		测试 结果 (mg/kg)	回收率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)
萘	0.2	0.1776	88.80	90.77	3.38	0.1908	95.40	86.90	11.39	0.1764	88.20	83.83	6.95
		0.1736	86.80			0.1524	76.20			0.1500	75.00		
		0.1836	91.80			0.1744	87.20			0.1772	88.60		
		0.1896	94.80			0.1844	92.20			0.1720	86.00		
		0.1780	89.00			0.1936	96.80			0.1560	78.00		
		0.1868	93.40			0.1472	73.60			0.1744	87.20		
		1.940	97.02	98.74	1.49	1.994	99.68	100.42	1.73	1.950	97.48	98.42	2.59
	2	1.996	99.78			2.031	101.54			1.987	99.34		
		1.940	97.02			2.056	102.78			2.022	101.08		
		1.989	99.44			1.963	98.14			1.991	99.54		
		2.011	100.56			2.026	101.28			1.986	99.30		
		1.972	98.60			1.982	99.10			1.876	93.78		
	10	9.8608	98.61	100.48	2.44	10.5028	105.03	100.69	3.42	10.1496	101.50	101.16	2.38
		9.6876	96.88			10.0300	100.30			9.7176	97.18		
		10.1232	101.23			9.5268	95.27			9.9600	99.60		
		10.3008	103.01			9.8748	98.75			10.2452	102.45		
		10.0096	100.10			10.1572	101.57			10.3888	103.89		
		10.3032	103.03			10.3212	103.21			10.2360	102.36		

表 8 (续)

目标 分析物	加入 浓度 (mg/kg)	白色粉末				液体样品				膏状样品			
		测试 结果 (mg/kg)	回收率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)
苊	0.2	0.1524	76.20	87.40	11.69	0.2016	100.80	94.43	8.53	0.1724	86.20	87.40	7.82
		0.1916	95.80			0.1848	92.40			0.1632	81.60		
		0.1852	92.60			0.1980	99.00			0.1620	81.00		
		0.1792	89.60			0.1584	79.20			0.1996	99.80		
		0.1464	73.20			0.1916	95.80			0.1732	86.60		
		0.1940	97.00			0.1988	99.40			0.1784	89.20		
		1.881	94.06	90.20	3.69	2.008	100.40	96.89	2.24	2.016	100.80	94.31	3.53
	2	1.843	92.14			1.960	97.98			1.852	92.58		
		1.830	91.52			1.948	97.42			1.867	93.34		
		1.687	84.36			1.899	94.94			1.826	91.30		
		1.792	89.62			1.892	94.58			1.878	93.88		
		1.790	89.52			1.921	96.04			1.880	93.98		
	10	9.0380	90.38	90.96	0.73	9.0044	90.04	95.37	4.39	9.5968	95.97	99.67	2.74
		9.1456	91.46			9.3608	93.61			10.1292	101.29		
		9.2016	92.02			9.3436	93.44			10.3372	103.37		
		9.0424	90.42			9.6188	96.19			9.7300	97.30		
		9.1020	91.02			9.6436	96.44			9.9200	99.20		
		9.0468	90.47			10.2488	102.49			10.0868	100.87		
1,2-二 氢苊	0.2	0.1464	73.20	77.50	12.85	0.1780	89.00	88.10	7.42	0.1816	90.80	89.10	6.03
		0.1752	87.60			0.1892	94.60			0.1880	94.00		
		0.1312	65.60			0.1860	93.00			0.1632	81.60		
		0.1628	81.40			0.1764	88.20			0.1700	85.00		
		0.1364	68.20			0.1520	76.00			0.1912	95.60		
		0.1780	89.00			0.1756	87.80			0.1752	87.60		
		1.903	95.16	97.35	9.17	2.046	102.32	98.63	2.47	1.586	79.30	91.94	7.23
	2	1.972	98.62			1.990	99.50			1.834	91.72		
		2.016	100.80			1.996	99.80			1.844	92.20		
		2.197	109.86			1.949	97.46			1.882	94.08		
		1.648	82.40			1.907	95.34			1.924	96.22		
		1.945	97.26			1.947	97.34			1.962	98.12		
	10	10.2416	102.42	98.26	2.60	9.1988	91.99	96.07	3.77	9.5856	95.86	99.48	2.86
		9.8892	98.89			9.3596	93.60			10.1948	101.95		
		9.7460	97.46			9.5848	95.85			10.3660	103.66		
		9.5960	95.96			9.6324	96.32			9.7776	97.78		
		9.5468	95.47			9.6072	96.07			9.8988	98.99		
		9.9384	99.38			10.2608	102.61			9.8676	98.68		
		0.1860	93.00	102.47	5.85	0.1740	87.00	83.50	7.71	0.2028	101.40	87.40	12.87
芴	0.2	0.1848	92.40			0.1868	93.40			0.1976	98.80		
		0.1808	90.40			0.1544	77.20			0.1432	71.60		
		0.1804	90.20			0.1716	85.80			0.1676	83.80		
		0.1576	78.80			0.1616	80.80			0.1760	88.00		
		0.1768	88.40			0.1536	76.80			0.1616	80.80		
		2.008	100.40			2.026	101.28			1.723	86.16		
		2.047	102.34	98.32	3.94	2.003	100.14	98.71	2.11	1.541	77.06	89.74	9.35
	2	2.049	102.44			1.995	99.76			1.901	95.06		

表 8 (续)

目标 分析物	加入 浓度 (mg/kg)	白色粉末				液体样品				膏状样品			
		测试 结果 (mg/kg)	回收率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)
芴		1.880	94.02			1.947	97.36			1.707	85.36		
		1.924	96.22			1.912	95.58			1.895	94.76		
		1.890	94.50			1.963	98.16			2.001	100.04		
	10	9.9076	99.08	98.09	1.21	9.0608	90.61	95.51	3.81	9.4948	94.95	98.45	3.16
		9.8840	98.84			9.3768	93.77			10.1388	101.39		
		9.9332	99.33			9.3704	93.70			10.0732	100.73		
		9.6344	96.34			9.6824	96.82			9.7900	97.90		
		9.7192	97.19			9.6964	96.96			9.4600	94.60		
		9.7748	97.75			10.1168	101.17			10.1128	101.13		
菲	0.2	0.1984	99.20	94.07	5.67	0.1908	95.40	94.20	5.53	0.1512	75.60	80.37	7.43
		0.1924	96.20			0.1888	94.40			0.1720	86.00		
		0.1868	93.40			0.1924	96.20			0.1620	81.00		
		0.1992	99.60			0.2000	100.00			0.1564	78.20		
		0.1796	89.80			0.1688	84.40			0.1460	73.00		
		0.1724	86.20			0.1896	94.80			0.1768	88.40		
		2.000	100.00			2.086	104.30			2.023	101.16		
	2	1.984	99.18	96.35	5.08	2.085	104.26	103.88	1.52	2.156	107.82	106.31	3.68
		2.014	100.70			2.113	105.64			2.126	106.32		
		1.825	91.26			2.077	103.84			2.058	102.88		
		1.956	97.78			2.018	100.90			2.149	107.46		
		1.784	89.18			2.087	104.36			2.244	112.20		
	10	9.7972	97.97	95.44	1.79	9.1424	91.42	97.26	4.07	9.8544	98.54	103.50	4.27
		9.5760	95.76			9.6552	96.55			10.5352	105.35		
		9.6616	96.62			9.6092	96.09			10.6204	106.20		
		9.3220	93.22			9.6812	96.81			10.7024	107.02		
		9.4216	94.22			9.9212	99.21			9.7192	97.19		
		9.4880	94.88			10.3452	103.45			10.6664	106.66		
蒽	0.2	0.1684	84.20	89.93	7.95	0.1956	97.80	93.03	8.55	0.1552	77.60	79.83	7.56
		0.1660	83.00			0.1664	83.20			0.1652	82.60		
		0.2060	103.00			0.1724	86.20			0.1512	75.60		
		0.1784	89.20			0.2000	100.00			0.1572	78.60		
		0.1776	88.80			0.1776	88.80			0.1480	74.00		
		0.1828	91.40			0.2044	102.20			0.1812	90.60		
		1.897	94.84			1.936	96.82			1.653	82.66		
	2	1.900	95.02	88.28	9.00	1.918	95.88	94.13	2.28	1.533	76.66	78.92	2.95
		1.904	95.22			1.906	95.32			1.546	77.28		
		1.642	82.12			1.835	91.74			1.545	77.24		
		1.533	76.66			1.840	92.02			1.610	80.50		
		1.717	85.84			1.860	93.02			1.584	79.18		
	10	9.1060	91.06	89.61	1.02	8.9884	89.88	95.54	4.65	9.0204	90.20	92.29	2.86
		9.0260	90.26			9.5028	95.03			9.4064	94.06		
		9.0116	90.12			9.5096	95.10			9.4324	94.32		
		8.8688	88.69			9.6036	96.04			9.0108	90.11		
		8.8276	88.28			9.3756	93.76			8.9476	89.48		
		8.9272	89.27			10.3464	103.46			9.5544	95.54		

表 8 (续)

目标 分析物	加入 浓度 (mg/kg)	白色粉末				液体样品				膏状样品			
		测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)
茈 菟	0.2	0.1912	95.60	94.63	7.48	0.1888	94.40	95.70	5.68	0.1436	71.80	76.63	8.28
		0.1936	96.80			0.1948	97.40			0.1400	70.00		
		0.1948	97.40			0.1816	90.80			0.1428	71.40		
		0.1980	99.00			0.2048	102.40			0.1612	80.60		
		0.1972	98.60			0.1772	88.60			0.1616	80.80		
		0.1608	80.40			0.2012	100.60			0.1704	85.20		
	2	1.957	97.84	94.30	3.81	2.127	106.36	103.01	2.14	1.777	88.86	86.64	6.65
		1.940	96.98			2.049	102.46			1.680	84.02		
		1.956	97.82			2.079	103.96			1.644	82.20		
		1.829	91.44			2.041	102.06			1.589	79.46		
		1.804	90.22			1.994	99.72			1.806	90.32		
		1.830	91.52			2.070	103.48			1.899	94.96		
	10	9.3660	93.66	91.61	1.52	9.9156	99.16	99.53	2.53	9.5828	95.83	97.76	3.41
		9.2432	92.43			9.7284	97.28			9.8956	98.96		
		9.2244	92.24			9.6336	96.34			10.0964	100.96		
		9.0120	90.12			9.9892	99.89			10.1852	101.85		
		9.0416	90.42			10.1452	101.45			9.3516	93.52		
		9.0760	90.76			10.3080	103.08			9.5416	95.42		
茈	0.2	0.1880	94.00	93.37	5.51	0.1976	98.80	93.23	7.69	0.1660	83.00	82.00	13.20
		0.1960	98.00			0.1900	95.00			0.1608	80.40		
		0.1668	83.40			0.1896	94.80			0.1388	69.40		
		0.1872	93.60			0.1972	98.60			0.1888	94.40		
		0.1896	94.80			0.1856	92.80			0.1416	70.80		
		0.1928	96.40			0.1588	79.40			0.1880	94.00		
	2	1.965	98.24	94.15	4.29	2.101	105.06	101.80	1.93	1.767	88.34	77.98	11.11
		1.930	96.52			2.046	102.32			1.450	72.48		
		1.972	98.58			2.044	102.18			1.509	75.44		
		1.809	90.46			1.998	99.90			1.405	70.24		
		1.807	90.34			1.993	99.66			1.437	71.86		
		1.815	90.76			2.034	101.70			1.791	89.54		
	10	9.3560	93.56	91.48	1.63	9.4664	94.66	98.06	2.79	8.5088	85.09	87.04	2.78
		9.2164	92.16			9.6324	96.32			8.6788	86.79		
		9.2392	92.39			9.6652	96.65			8.5516	85.52		
		8.9668	89.67			9.9204	99.20			8.5336	85.34		
		9.0092	90.09			9.9208	99.21			8.8060	88.06		
		9.0976	90.98			10.2324	102.32			9.1424	91.42		
1-甲基 茈	0.2	0.1896	94.80	85.80	10.92	0.1480	74.00	93.27	13.57	0.1724	86.20	91.77	7.49
		0.1844	92.20			0.1624	81.20			0.1860	93.00		
		0.1900	95.00			0.1928	96.40			0.1680	84.00		
		0.1624	81.20			0.2028	101.40			0.2032	101.60		
		0.1564	78.20			0.2104	105.20			0.1764	88.20		
		0.1468	73.40			0.2028	101.40			0.1952	97.60		
	2	2.005	100.26	98.55	4.66	2.122	106.12	103.60	4.28	2.248	112.42	94.68	11.15
		1.999	99.94			2.082	104.12			1.732	86.62		
		2.061	103.06			2.122	106.12			1.653	82.66		

表 8 (续)

目标 分析物	加入 浓度 (mg/kg)	白色粉末				液体样品				膏状样品			
		测试 结果 (mg/kg)	回收率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)
1-甲基 茈		2.048	102.38			1.894	94.68			2.000	99.98		
		1.855	92.74			2.103	105.14			1.862	93.10		
		1.858	92.92			2.108	105.42			1.866	93.28		
	10	10.0204	100.20	95.71	4.00	10.0292	100.29	100.96	2.07	9.7600	97.60	101.48	2.35
		10.0320	100.32			10.2460	102.46			10.4284	104.28		
		9.5208	95.21			10.0712	100.71			10.2684	102.68		
		9.3260	93.26			10.3160	103.16			9.9928	99.93		
		9.0824	90.82			10.1840	101.84			10.1632	101.63		
		9.4472	94.47			9.7284	97.28			10.2744	102.74		
苯并 (a) 蒽	0.2	0.1820	91.00	93.80	6.88	0.1532	76.60	93.90	9.19	0.1988	99.40	94.60	4.45
		0.1872	93.60			0.1920	96.00			0.1820	91.00		
		0.1648	82.40			0.1908	95.40			0.1976	98.80		
		0.1992	99.60			0.1976	98.80			0.1800	90.00		
		0.1960	98.00			0.1940	97.00			0.1936	96.80		
		0.1964	98.20			0.1992	99.60			0.1832	91.60		
	2	1.934	96.70	95.32	1.77	2.112	105.62	103.68	1.51	1.952	97.60	87.83	6.75
		1.928	96.40			2.091	104.56			1.732	86.60		
		1.948	97.38			2.097	104.86			1.703	85.14		
		1.879	93.94			2.049	102.46			1.629	81.44		
		1.870	93.52			2.032	101.58			1.684	84.20		
		1.880	93.98			2.060	102.98			1.840	92.02		
	10	9.9336	99.34	100.08	1.16	9.7764	97.76	100.27	2.54	8.8452	88.45	95.22	5.15
		10.0512	100.51			9.8200	98.20			9.2932	92.93		
		10.2012	102.01			9.8548	98.55			9.3700	93.70		
		9.9500	99.50			10.2980	102.98			9.8664	98.66		
		9.8716	98.72			10.0508	100.51			9.4960	94.96		
		10.0432	100.43			10.3648	103.65			10.2632	102.63		
环戊烯 (c,d) 茈	0.2	0.1784	89.20	86.37	7.22	0.1416	70.80	78.67	7.35	0.1568	78.40	83.77	8.17
		0.1828	91.40			0.1584	79.20			0.1748	87.40		
		0.1536	76.80			0.1740	87.00			0.1528	76.40		
		0.1864	93.20			0.1652	82.60			0.1596	79.80		
		0.1720	86.00			0.1564	78.20			0.1720	86.00		
		0.1632	81.60			0.1484	74.20			0.1892	94.60		
	2	1.904	95.18	90.71	11.19	2.125	106.26	109.73	2.25	2.180	109.02	96.91	7.44
		1.986	99.32			2.208	110.38			2.012	100.60		
		2.082	104.08			2.186	109.32			1.942	97.12		
		1.678	83.88			2.237	111.84			1.787	89.36		
		1.642	82.08			2.155	107.74			1.891	94.54		
		1.594	79.70			2.256	112.82			1.817	90.84		
	10	8.6752	86.75	88.83	1.71	9.9424	99.42	101.42	3.51	9.5752	95.75	100.46	4.07
		8.8992	88.99			10.2332	102.33			9.8228	98.23		
		8.8940	88.94			10.0384	100.38			9.6588	96.59		
		9.1020	91.02			10.5868	105.87			10.3748	103.75		
		8.7572	87.57			9.6068	96.07			10.3104	103.10		
		8.9700	89.70			10.4420	104.42			10.5344	105.34		

表 8 (续)

目标 分析物	加入 浓度 (mg/kg)	白色粉末				液体样品				膏状样品			
		测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)
蒽	0.2	0.1844	92.20	96.70	3.91	0.1916	95.80	94.53	10.94	0.1924	96.20	82.90	9.06
		0.1860	93.00			0.2072	103.60			0.1672	83.60		
		0.1928	96.40			0.2016	100.80			0.1528	76.40		
		0.1988	99.40			0.2072	103.60			0.1712	85.60		
		0.1940	97.00			0.1644	82.20			0.1532	76.60		
		0.2044	102.20			0.1624	81.20			0.1580	79.00		
	2	2.076	103.80	98.54	3.92	2.170	108.52	104.70	2.70	1.945	97.24	87.02	7.10
		2.006	100.32			2.091	104.56			1.667	83.36		
		2.029	101.44			2.143	107.14			1.637	81.86		
		1.916	95.80			2.022	101.12			1.648	82.42		
		1.878	93.92			2.043	102.14			1.709	85.44		
		1.920	95.98			2.095	104.74			1.836	91.80		
	10	9.9492	99.49	97.67	1.42	10.3972	103.97	98.48	2.83	9.0692	90.69	9661	4.47
		9.8684	98.68			9.7396	97.40			9.5028	95.03		
		9.7344	97.34			9.7268	97.27			9.5216	95.22		
		9.5760	95.76			9.8720	98.72			9.9244	99.24		
		9.8196	98.20			9.7004	97.00			9.6040	96.04		
		9.6552	96.55			9.6528	96.53			10.3432	103.43		
苯并(b) 荧蒹	0.2	0.1828	91.40	92.60	6.92	0.1876	93.80	91.67	5.94	0.1960	98.00	97.87	4.21
		0.1772	88.60			0.1916	95.80			0.1876	93.80		
		0.1760	88.00			0.1764	88.20			0.1844	92.20		
		0.1728	86.40			0.1760	88.00			0.2032	101.60		
		0.2012	100.60			0.1700	85.00			0.1984	99.20		
		0.2012	100.60			0.1984	99.20			0.2048	102.40		
	2	2.051	102.56	100.21	4.39	2.118	105.88	104.38	2.56	2.354	117.70	112.86	5.03
		2.103	105.16			2.126	106.28			2.314	115.70		
		2.083	104.14			2.114	105.68			2.386	119.30		
		1.918	95.90			2.130	106.50			2.088	104.38		
		1.976	98.82			2.012	100.58			2.212	110.58		
		1.893	94.66			2.027	101.36			2.190	109.52		
	10	9.5608	95.61	101.54	3.63	10.7128	107.13	101.64	4.76	10.0736	100.74	102.89	2.10
		10.0828	100.83			9.7692	97.69			10.0960	100.96		
		10.2256	102.26			10.0352	100.35			10.5092	105.09		
		10.0640	100.64			10.7348	107.35			10.2424	102.42		
		10.2948	102.95			10.1800	101.80			10.5956	105.96		
		10.6932	106.93			9.5540	95.54			10.2176	102.18		
苯并(k) 荧蒹	0.2	0.1928	96.40	92.00	8.02	0.1904	95.20	98.13	8.97	0.1936	96.80	96.83	4.36
		0.1948	97.40			0.1944	97.20			0.1816	90.80		
		0.1548	77.40			0.1908	95.40			0.1944	97.20		
		0.1856	92.80			0.2208	110.40			0.1928	96.40		
		0.1900	95.00			0.2108	105.40			0.1916	95.80		
		0.1860	93.00			0.1704	85.20			0.2080	104.00		
	2	1.774	88.70	91.91	3.00	1.992	99.62	98.13	1.77	2.219	110.94	110.72	6.13
		1.854	92.72			2.009	100.44			2.255	112.74		
		1.775	88.74			1.976	98.78			2.366	118.32		

表 8 (续)

目标 分析物	加入 浓度 (mg/kg)	白色粉末				液体样品				膏状样品									
		测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)						
苯并(k) 荧蒽		1.869	93.44			1.943	97.16			2.098	104.88								
		1.915	95.74			1.925	96.24			2.333	116.66								
		1.842	92.12			1.930	96.52			2.016	100.78								
		9.7040	97.04			9.2820	92.82			9.6060	96.06								
	10	9.2556	92.56	96.52	4.23	9.9980	99.98	95.07	5.20	9.4300	94.30	95.33	2.27						
		9.3608	93.61			10.2636	102.64			9.7392	97.39								
		9.5816	95.82			9.2328	92.33			9.3604	93.60								
		9.5976	95.98			9.0808	90.81			9.2612	92.61								
		10.4140	104.14			9.1868	91.87			9.8012	98.01								
苯并 (j)荧蒽	0.2	0.1860	93.00	88.57	8.38	0.1904	95.20	100.30	8.74	0.1920	96.00	89.47	11.75						
		0.1480	74.00			0.2092	104.60			0.1916	95.80								
		0.1820	91.00			0.2096	104.80			0.1416	70.80								
		0.1756	87.80			0.1784	89.20			0.1884	94.20								
		0.1840	92.00			0.1896	94.80			0.1940	97.00								
		0.1872	93.60			0.2264	113.20			0.1660	83.00								
	2	1.959	97.96	100.48	2.77	2.242	112.10	108.15	3.31	2.345	117.26	113.61	3.01						
		2.107	105.36			2.210	110.50			2.344	117.20								
		1.990	99.52			2.218	110.88			2.303	115.16								
		1.983	99.14			2.147	107.36			2.230	111.52								
		2.043	102.14			2.067	103.36			2.230	111.48								
		1.975	98.74			2.094	104.72			2.181	109.04								
	10	9.9096	99.10	95.78	5.40	10.1420	101.42	100.66	4.06	10.3720	103.72	101.40	3.04						
		9.4908	94.91			10.5092	105.09			10.4312	104.31								
		9.1204	91.20			10.5856	105.86			10.4128	104.13								
		9.2136	92.14			9.7124	97.12			10.0464	100.46								
		9.2720	92.72			9.6968	96.97			9.7324	97.32								
		10.4628	104.63			9.7504	97.50			9.8432	98.43								
苯并 (e) 芘	0.2	0.1904	95.20	90.67	8.68	0.1820	91.00	90.13	9.75	0.1772	88.60	87.80	7.68						
		0.1952	97.60			0.1464	73.20			0.1828	91.40								
		0.1508	75.40			0.1808	90.40			0.1860	93.00								
		0.1864	93.20			0.1936	96.80			0.1488	74.40								
		0.1840	92.00			0.1844	92.20			0.1788	89.40								
		0.1812	90.60			0.1944	97.20			0.1800	90.00								
		2	1.866			93.30	94.70			2.40	2.033			101.66	99.67	2.48	2.067	103.36	98.92
	1.971		98.56	2.033	101.66	2.007		100.34											
	1.891		94.56	2.008	100.42	2.096		104.82											
	1.871		93.56	2.023	101.14	1.825		91.24											
	1.919		95.96	1.944	97.20	1.913		95.64											
	1.845		92.24			1.919		95.94			1.962	98.10							
	10	9.8612	98.61	95.45	3.27	9.9888	99.89	98.00	3.10	9.2500	92.50	91.31	2.94						
		9.3960	93.96			9.8288	98.29			9.2324	92.32								
		9.4080	94.08			10.0392	100.39			9.0616	90.62								
		9.3140	93.14			10.0888	100.89			8.9296	89.30								
		9.2740	92.74			9.3688	93.69			8.7776	87.78								
		10.0144	100.14			9.4844	94.84			9.5376	95.38								

表 8 (续)

目标 分析物	加入 浓度 (mg/kg)	白色粉末				液体样品				膏状样品			
		测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)
苯并 (a) 芘	0.2	0.1832	91.60	87.70	10.00	0.1832	91.60	88.63	8.30	0.1780	89.00	84.93	5.50
		0.1904	95.20			0.1884	94.20			0.1524	76.20		
		0.1804	90.20			0.1824	91.20			0.1724	86.20		
		0.1808	90.40			0.1836	91.80			0.1752	87.60		
		0.1768	88.40			0.1780	89.00			0.1744	87.20		
		0.1408	70.40			0.1480	74.00			0.1668	83.40		
	2	1.877	93.86	95.54	2.88	2.053	102.66	98.36	3.32	2.083	104.14	100.21	4.70
		1.980	98.98			1.975	98.74			2.021	101.04		
		1.913	95.64			2.011	100.54			2.125	106.26		
		1.900	95.00			1.967	98.36			1.863	93.16		
		1.964	98.18			1.935	96.74			1.949	97.44		
		1.831	91.56			1.863	93.14			1.985	99.24		
	10	9.9208	99.21	96.14	1.80	9.9892	99.89	99.15	1.72	9.3580	93.58	92.72	1.69
		9.6404	96.40			9.9616	99.62			9.2696	92.70		
		9.6536	96.54			10.0396	100.40			9.1972	91.97		
		9.5496	95.50			10.0932	100.93			9.1584	91.58		
		9.4304	94.30			9.7084	97.08			9.1112	91.11		
		9.4892	94.89			9.6964	96.96			9.5376	95.38		
茚并 (1,2,3-cd) 芘	0.2	0.1952	97.60	95.77	4.28	0.1940	97.00	89.37	10.13	0.1860	93.00	91.83	7.07
		0.1940	97.00			0.1584	79.20			0.1988	99.40		
		0.1848	92.40			0.1540	77.00			0.1936	96.80		
		0.1796	89.80			0.1916	95.80			0.1856	92.80		
		0.2028	101.40			0.1812	90.60			0.1752	87.60		
		0.1928	96.40			0.1932	96.60			0.1628	81.40		
	2	1.944	97.22	98.18	2.40	2.036	101.80	99.98	2.41	2.296	114.82	110.49	4.32
		2.038	101.92			2.034	101.68			2.245	112.26		
		1.975	98.74			2.033	101.66			2.316	115.78		
		1.905	95.26			2.019	100.94			2.102	105.10		
		1.987	99.36			1.937	96.86			2.208	110.38		
		1.931	96.56			1.939	96.94			2.092	104.58		
	10	10.2324	102.32	100.11	2.06	10.0248	100.25	99.22	2.06	10.0996	101.00	99.70	1.68
		10.2116	102.12			9.8404	98.40			10.1684	101.68		
		9.9244	99.24			10.1752	101.75			10.0872	100.87		
		9.8984	98.98			10.0132	100.13			9.8032	98.03		
		9.7012	97.01			9.5784	95.78			9.7816	97.82		
		10.0956	100.96			9.8980	98.98			9.8828	98.83		
二苯并 (a,h) 蒽	0.2	0.1784	89.20	91.17	5.14	0.1524	76.20	86.33	8.84	0.1820	91.00	90.17	5.06
		0.1880	94.00			0.1540	77.00			0.1788	89.40		
		0.1700	85.00			0.1824	91.20			0.1772	88.60		
		0.1744	87.20			0.1856	92.80			0.1976	98.80		
		0.1900	95.00			0.1784	89.20			0.1724	86.20		
		0.1932	96.60			0.1832	91.60			0.1740	87.00		
	2	1.939	96.96	98.27	2.30	2.017	100.84	99.84	2.05	2.268	113.42	108.73	3.09
		2.026	101.30			2.039	101.96			2.231	111.54		
		1.980	99.00			2.030	101.50			2.165	108.26		

表 8 (续)

目标 分析物	加入 浓度 (mg/kg)	白色粉末				液体样品				膏状样品			
		测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)
二苯并 (a,h) 蒽		1.908	95.38			2.000	100.00			2.116	105.82		
		2.004	100.18			1.957	97.84			2.176	108.82		
		1.936	96.80			1.938	96.88			2.090	104.50		
	10	10.3192	103.19	101.93	1.15	10.0760	100.76	99.09	2.92	10.1056	101.06	99.34	2.20
		10.0856	100.86			9.9824	99.82			10.2204	102.20		
		10.3488	103.49			9.8792	98.79			9.9980	99.98		
		10.0756	100.76			10.3100	103.10			9.6712	96.71		
		10.1364	101.36			9.4664	94.66			9.7060	97.06		
		10.1936	101.94			9.7428	97.43			9.9004	99.00		
苯并 (g,h,i) 芘	0.2	0.1820	91.00	90.80	8.54	0.1948	97.40	92.97	5.96	0.1776	88.80	90.83	5.86
		0.1884	94.20			0.1904	95.20			0.1900	95.00		
		0.1952	97.60			0.1648	82.40			0.1908	95.40		
		0.1868	93.40			0.1916	95.80			0.1720	86.00		
		0.1512	75.60			0.1828	91.40			0.1920	96.00		
		0.1860	93.00			0.1912	95.60			0.1676	83.80		
	2	1.868	93.38	96.59	2.23	2.008	100.42	98.37	1.99	2.204	110.22	107.05	6.10
		1.959	97.96			2.008	100.40			2.198	109.88		
		1.921	96.04			1.988	99.40			2.334	116.72		
		1.901	95.06			1.948	97.42			1.999	99.94		
		1.982	99.08			1.935	96.74			2.109	105.44		
		1.961	98.04			1.917	95.86			2.002	100.10		
	10	10.1264	101.26	99.76	1.50	9.9836	99.84	96.44	3.27	9.7744	97.74	95.73	3.89
		10.0548	100.55			9.4644	94.64			9.7120	97.12		
		10.0500	100.50			9.9028	99.03			9.7136	97.14		
		9.7904	97.90			9.8896	98.90			8.9880	89.88		
		9.7836	97.84			9.3316	93.32			9.2596	92.60		
		10.0524	100.52			9.2896	92.90			9.9900	99.90		
二苯并 (a,l)芘	0.8	0.8236	102.95	92.30	8.19	0.7364	92.05	90.48	5.12	0.6336	79.20	90.15	6.99
		0.6572	82.15			0.6772	84.65			0.7108	88.85		
		0.7516	93.95			0.7484	93.55			0.7364	92.05		
		0.7800	97.50			0.7492	93.65			0.7152	89.40		
		0.6888	86.10			0.6760	84.50			0.7468	93.35		
		0.7292	91.15			0.7556	94.45			0.7844	98.05		
	8	7.526	94.08	92.47	5.99	7.144	89.31	88.95	1.42	9.138	114.23	110.28	4.54
		7.870	98.38			6.996	87.45			9.072	113.40		
		7.881	98.51			7.237	90.47			9.047	113.09		
		6.990	87.37			7.040	88.01			8.256	103.21		
		7.296	91.21			7.054	88.18			9.062	113.27		
		6.822	85.28			7.224	90.31			8.360	104.50		
		38.5840	96.46			41.5956	103.99			43.4196	108.55		
	40	37.3756	93.44	91.57	5.22	41.8588	104.65	100.92	4.01	42.6324	106.58	103.27	6.59
		36.3472	90.87			41.0740	102.69			43.2736	108.18		
		34.2924	85.73			41.0472	102.62			37.4260	93.57		
		34.5440	86.36			38.3508	95.88			38.2344	95.59		
		38.6252	96.56			38.2896	95.72			42.8640	107.16		

表 8 (续)

目标 分析物	加入 浓度 (mg/kg)	白色粉末				液体样品				膏状样品			
		测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)
二苯并 (a,e)芘	0.8	0.7724	96.55	84.83	10.00	0.7656	95.70	88.95	10.91	0.6732	84.15	83.17	5.95
		0.7380	92.25			0.7308	91.35			0.6240	78.00		
		0.5992	74.90			0.6232	77.90			0.6976	87.20		
		0.6492	81.15			0.8196	102.45			0.6172	77.15		
		0.6924	86.55			0.7044	88.05			0.6628	82.85		
		0.6208	77.60			0.6260	78.25			0.7172	89.65		
	8	7.092	88.65	84.48	6.94	7.180	89.76	90.55	2.08	8.886	111.08	109.32	4.73
		7.462	93.28			7.266	90.83			9.072	113.41		
		6.819	85.24			7.428	92.85			9.190	114.87		
		6.520	81.50			7.387	92.34			8.558	106.98		
		6.504	81.31			7.187	89.84			8.728	109.10		
		6.151	76.89			7.016	87.71			8.042	100.52		
	40	33.3256	83.31	82.81	4.31	40.7512	101.88	99.98	3.02	43.5812	108.95	110.45	1.52
		34.3528	85.88			38.2964	95.74			43.3308	108.33		
		32.7456	81.86			39.3808	98.45			45.0276	112.57		
		31.8352	79.59			41.8152	104.54			44.6332	111.58		
		31.4000	78.50			40.0000	100.00			44.6060	111.52		
		35.0848	87.71			39.7032	99.26			43.9000	109.75		
二苯并 (a,i)芘	0.8	0.7732	96.65	87.56	6.99	0.8276	103.45	87.55	10.74	0.5616	70.20	86.03	11.05
		0.6772	84.65			0.7216	90.20			0.6764	84.55		
		0.7024	87.80			0.7268	90.85			0.6564	82.05		
		0.6260	78.25			0.6596	82.45			0.7268	90.85		
		0.6992	87.40			0.6212	77.65			0.7260	90.75		
		0.7248	90.60			0.6456	80.70			0.7820	97.75		
	8	7.346	91.83	87.51	5.28	6.513	81.41	82.96	2.90	8.978	112.23	112.24	1.85
		7.525	94.06			6.795	84.94			8.851	110.64		
		6.948	86.85			6.312	78.90			9.073	113.41		
		6.684	83.55			6.818	85.23			9.091	113.64		
		6.921	86.52			6.681	83.51			9.161	114.52		
		6.579	82.24			6.702	83.78			8.720	109.00		
	40	34.6608	86.65	87.76	4.26	43.5960	108.99	108.70	3.90	46.7988	117.00	113.97	4.76
		35.7196	89.30			42.1176	105.29			47.1368	117.84		
		34.7928	86.98			41.2348	103.09			47.5280	118.82		
		34.4724	86.18			43.9244	109.81			44.5976	111.49		
		33.2792	83.20			43.8472	109.62			45.7368	114.34		
		37.7064	94.27			46.1572	115.39			41.7224	104.31		

表 8（续）

目标 分析物	加入 浓度 (mg/kg)	白色粉末				液体样品				膏状样品			
		测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)	测试 结果 (mg/kg)	回收 率 (%)	平均 回收 率 (%)	RSD (%)
二苯并 (a,h)芘	0.8	0.7684	96.05	92.32	7.88	0.6648	83.10	83.65	6.33	0.7352	91.90	90.89	5.15
		0.7260	90.75			0.7192	89.90			0.7112	88.90		
		0.7312	91.40			0.6312	78.90			0.6780	84.75		
		0.7140	89.25			0.7144	89.30			0.7276	90.95		
		0.8328	104.10			0.6708	83.85			0.7920	99.00		
		0.6588	82.35			0.6148	76.85			0.7188	89.85		
	8	6.588	82.35	80.06	3.61	6.725	84.06	84.65	6.90	8.478	105.97	103.81	4.78
		6.556	81.95			7.336	91.71			8.812	110.15		
		6.660	83.26			6.290	78.63			8.416	105.21		
		6.152	76.90			6.178	77.23			7.740	96.75		
		6.123	76.54			7.170	89.63			8.457	105.72		
		6.352	79.41			6.934	86.68			7.923	99.04		
	40	32.8992	82.25	86.29	3.52	42.1492	105.37	103.15	4.30	43.8040	109.51	109.40	4.47
		35.7832	89.46			39.2248	98.06			43.6524	109.13		
		34.6552	86.64			39.7888	99.47			40.1884	100.47		
		33.8748	84.69			40.4296	101.07			43.8468	109.62		
		33.8600	84.65			43.9820	109.96			45.5284	113.82		
		36.0272	90.07			41.9940	104.99			45.5456	113.86		

7 协同验证试验

本方法经南京海关工业产品检测中心（南京海关）、广检集团纺织服装服饰检测研究院（广检集团）、上海纺织集团检测标准有限公司（上海纺织）3个实验室的技术人员进行方法的协同验证试验，验证采用粉末、液体和膏状三种纺织染整助剂各添加标准曲线中间浓度而得的阳性样品试验法测定，每个样品平行测定6次，结果详见表9 24种多环芳烃化合物验证试验报告汇总表。由表9可知试验测定多环芳烃的回收率77.63~119.00%之间，相对标准偏差在0.62~15.14%之间，表明本方法具有良好的实验室间重现性。

表 9 24 种多环芳烃化合物验证试验报告汇总表

验证试验单位	样品	化合物	添加水平 (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	平均	平均回收率 (%)	RSD (%)
				(mg/kg)								
南京海关	粉末	萘	2	2.12	2.00	1.99	1.97	2.07	1.95	2.02	101.00	3.26
广检集团				2.05	2.23	1.97	1.99	2.11	2.12	2.08	104.00	4.62
上海纺织				2.16	2.05	2.15	2.06	2.08	2.04	2.09	104.50	2.50
南京海关	粉末	蒽	2	1.74	1.79	1.70	1.74	1.83	1.81	1.77	88.50	2.81
广检集团				2.02	2.04	1.99	1.98	2.01	1.96	2.00	100.00	1.45
上海纺织				1.80	1.89	1.95	1.93	1.67	1.69	1.82	91.00	6.66
南京海关	粉末	1,2-二氢蒽	2	2.25	2.39	2.24	1.85	2.18	2.13	2.17	108.50	8.38
广检集团				2.19	2.12	2.06	2.09	2.16	2.12	2.12	106.00	2.20
上海纺织				1.81	1.90	2.01	1.92	2.00	1.76	1.90	95.00	5.27
南京海关	粉末	芴	2	1.84	1.94	1.83	1.91	1.98	1.94	1.91	95.50	3.08
广检集团				2.01	1.94	2.08	1.91	1.91	1.93	1.96	98.00	3.46
上海纺织				1.89	1.99	2.07	2.01	2.05	1.84	1.98	99.00	4.62
南京海关	粉末	菲	2	1.66	1.75	1.63	1.66	1.74	2.02	1.74	87.00	8.23
广检集团				1.96	1.94	1.96	2.03	1.98	1.93	1.97	98.50	1.81
上海纺织				1.80	1.86	1.97	1.90	1.94	1.74	1.87	93.50	4.65
南京海关	粉末	蒽	2	1.75	1.79	1.66	1.70	1.77	1.74	1.74	87.00	2.76
广检集团				1.89	1.89	1.88	1.97	1.92	1.89	1.91	95.50	1.78
上海纺织				1.95	2.00	2.00	1.95	1.96	1.78	1.94	97.00	4.21
南京海关	粉末	荧蒽	2	1.99	2.03	1.99	2.01	1.99	2.00	2.00	100.00	0.91
广检集团				1.97	1.90	1.92	1.99	1.99	2.08	1.98	99.00	3.21
上海纺织				2.08	2.03	2.10	2.08	2.17	2.29	2.13	106.50	4.36
南京海关	粉末	芘	2	1.94	1.98	1.91	1.92	1.95	1.92	1.94	97.00	1.30
广检集团				1.93	1.95	1.87	1.91	1.95	1.85	1.91	95.50	2.20
上海纺织				1.88	1.88	1.93	1.91	1.91	1.87	1.90	95.00	1.23
南京海关	粉末	1-甲基芘	2	1.91	2.13	1.81	2.01	2.13	1.98	1.99	99.50	6.30
广检集团				1.95	2.07	1.95	1.99	2.04	2.02	2.00	100.00	2.44
上海纺织				2.39	2.27	2.31	2.30	2.20	2.44	2.32	116.00	3.69
南京海关	粉末	苯并（a）蒽	2	1.89	1.94	1.87	1.91	1.96	1.87	1.91	95.50	1.89
广检集团				1.93	1.92	2.14	2.15	2.25	2.06	2.08	104.00	6.31
上海纺织				2.26	2.23	2.32	2.31	2.21	2.32	2.28	114.00	2.13

表 9 续

验证试验单位	样品	化合物	添加水平 (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	平均	平均回收率 (%)	RSD (%)
				(mg/kg)								
南京海关	粉末	环戊烯(c,d)茈	2	1.77	1.93	1.77	1.81	1.91	1.83	1.84	92.00	3.71
广检集团				1.93	2.00	2.06	2.07	2.01	2.02	2.02	101.00	2.49
上海纺织				2.43	2.01	2.18	2.10	2.70	2.24	2.28	114.00	11.04
南京海关	粉末	蒎	2	1.89	1.96	1.82	1.86	1.93	1.83	1.88	94.00	2.98
广检集团				2.15	2.14	2.11	2.19	2.05	1.96	2.10	105.00	3.95
上海纺织				2.26	2.21	2.31	2.31	2.20	2.31	2.27	113.50	2.28
南京海关	粉末	苯并（b）荧蒹	2	1.84	1.94	1.79	1.79	1.87	1.85	1.85	92.50	2.95
广检集团				1.94	2.07	1.85	2.10	2.12	1.93	2.00	100.00	5.49
上海纺织				1.92	2.13	2.35	2.16	2.30	1.87	2.12	106.00	9.18
南京海关	粉末	苯并（k）荧蒹	2	1.85	1.85	1.81	1.80	1.92	1.91	1.86	93.00	2.71
广检集团				2.01	2.01	1.94	2.05	1.94	1.96	1.99	99.50	2.27
上海纺织				1.75	2.00	2.19	1.99	2.04	1.64	1.94	97.00	10.45
南京海关	粉末	苯并(j)荧蒹	2	1.86	1.92	1.85	1.85	1.91	1.87	1.88	94.00	1.81
广检集团				1.95	1.94	1.98	1.92	1.94	2.00	1.96	98.00	1.51
上海纺织				1.59	1.86	2.14	1.81	2.09	1.54	1.84	92.00	13.46
南京海关	粉末	苯并（e）茈	2	1.84	1.90	1.82	1.82	1.90	1.89	1.86	93.00	2.13
广检集团				1.93	1.98	1.97	2.08	1.88	2.08	1.99	99.50	4.05
上海纺织				1.94	2.01	2.06	2.01	1.98	1.99	2.00	100.00	1.99
南京海关	粉末	苯并（a）茈	2	1.76	1.88	1.77	1.76	1.84	1.80	1.80	90.00	2.76
广检集团				1.97	1.88	1.97	2.00	2.03	1.92	1.96	98.00	2.76
上海纺织				1.84	2.15	1.93	1.89	2.04	1.97	1.97	98.50	5.66
南京海关	粉末	茚并(1,2,3-cd)茈	2	1.67	1.78	1.65	1.62	1.68	1.66	1.68	84.00	3.30
广检集团				1.90	1.84	2.16	2.06	1.99	1.99	1.99	99.50	5.70
上海纺织				2.07	2.25	2.56	2.16	2.41	2.17	2.27	113.50	8.03
南京海关	粉末	二苯并（a,h）蒹	2	1.71	1.82	1.67	1.70	1.71	1.71	1.72	86.00	2.86
广检集团				1.91	1.93	1.71	2.14	2.18	1.96	1.97	98.50	8.66
上海纺织				2.05	2.31	2.64	2.20	2.51	2.08	2.30	115.00	10.31
南京海关	粉末	苯并(g,h,i)茈	2	1.70	1.80	1.68	1.68	1.73	1.71	1.72	86.00	2.64
广检集团				1.95	1.92	1.84	2.11	2.08	2.09	2.00	100.00	5.53
上海纺织				1.81	2.14	2.54	2.07	2.45	1.83	2.14	107.00	14.27

表 9 续

验证试验单位	样品	化合物	添加水平 (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	平均	平均回收率 (%)	RSD (%)
				(mg/kg)								
南京海关	粉末	二苯并(a,l) 芘	8	5.97	6.83	5.76	5.63	6.51	6.57	6.21	77.63	7.88
广检集团				8.08	8.17	8.02	8.21	8.14	7.84	8.08	101.00	1.66
上海纺织				7.18	8.18	9.03	7.81	9.05	7.33	8.10	101.25	10.03
南京海关	粉末	二苯并(a,e) 芘	8	7.85	6.28	6.30	6.50	6.40	6.58	6.65	83.13	9.01
广检集团				8.12	8.08	8.08	8.08	8.16	8.01	8.09	101.13	0.62
上海纺织				7.33	8.94	9.92	8.46	9.94	7.52	8.69	108.63	13.04
南京海关	粉末	二苯并(a,i) 芘	8	9.18	9.72	8.71	8.73	8.50	9.45	9.05	113.13	5.29
广检集团				8.19	8.30	8.01	7.91	7.84	7.73	8.00	100.00	2.70
上海纺织				7.45	8.50	8.93	8.13	9.07	7.87	8.33	104.13	7.53
南京海关	粉末	二苯并(a,h) 芘	8	9.01	9.71	8.33	9.22	8.07	8.45	8.80	110.00	7.03
广检集团				8.10	8.01	7.97	8.13	7.95	7.88	8.01	100.13	1.18
上海纺织				6.18	6.56	7.11	6.46	6.94	6.38	6.61	82.63	5.34
南京海关	液体	蒽	2	1.94	1.73	1.99	2.02	1.73	1.77	1.86	93.00	7.29
广检集团				1.96	1.85	1.97	2.06	2.12	2.16	2.02	101.00	5.70
上海纺织				2.05	2.07	1.92	1.79	1.63	1.68	1.86	93.00	10.05
南京海关	液体	苊	2	1.89	1.68	1.98	1.94	1.68	1.73	1.82	91.00	7.44
广检集团				1.89	1.87	1.95	2.07	2.09	2.10	2.00	100.00	5.23
上海纺织				1.85	1.93	1.72	1.64	1.47	1.54	1.69	84.50	10.49
南京海关	液体	1,2-二氢苊	2	1.88	1.72	1.97	1.90	1.71	1.77	1.82	91.00	5.73
广检集团				1.95	2.04	2.13	2.08	1.98	2.14	2.05	102.50	3.79
上海纺织				1.75	1.83	1.67	1.63	1.48	1.58	1.66	83.00	7.48
南京海关	液体	芴	2	1.88	1.65	1.99	1.89	1.68	1.69	1.80	90.00	7.69
广检集团				1.97	1.94	2.06	2.13	1.98	1.85	1.99	99.50	4.88
上海纺织				1.89	1.97	1.81	1.76	1.58	1.70	1.79	89.50	7.75
南京海关	液体	菲	2	1.93	1.67	1.95	1.89	1.69	1.75	1.81	90.50	6.87
广检集团				1.97	1.94	1.97	1.99	1.98	1.92	1.96	98.00	1.35
上海纺织				1.83	1.91	1.74	1.68	1.51	1.63	1.72	86.00	8.33
南京海关	液体	蒽	2	1.72	1.54	1.78	1.74	1.54	1.58	1.65	82.50	6.55
广检集团				1.88	1.97	2.09	1.95	2.08	1.87	1.97	98.50	4.80
上海纺织				1.97	2.03	1.84	1.74	1.53	1.62	1.79	89.50	10.94

表9 续

验证试验单位	样品	化合物	添加水平 (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	平均	平均回收率 (%)	RSD (%)
				(mg/kg)								
南京海关	液体	荧蒹	2	1.95	1.72	1.99	1.97	1.69	1.78	1.85	92.50	7.43
广检集团				1.92	1.90	1.88	1.84	1.84	1.92	1.88	94.00	1.95
上海纺织				2.08	2.12	1.93	1.83	1.65	1.74	1.89	94.50	9.87
南京海关	液体	芘	2	1.88	1.66	1.91	1.86	1.63	1.68	1.77	88.50	7.25
广检集团				1.93	2.00	1.93	2.00	2.07	1.99	1.99	99.50	2.64
上海纺织				1.90	1.94	1.77	1.70	1.51	1.63	1.74	87.00	9.37
南京海关	液体	1-甲基芘	2	1.88	1.58	1.92	1.88	1.70	1.66	1.77	88.50	7.98
广检集团				2.00	1.93	1.98	2.01	1.98	1.91	1.97	98.50	2.02
上海纺织				2.40	2.42	2.18	2.08	1.85	1.92	2.14	107.00	11.12
南京海关	液体	苯并（a）蒽	2	1.83	1.65	1.85	1.79	1.58	1.61	1.72	86.00	6.82
广检集团				1.85	1.83	1.89	1.99	1.88	1.86	1.88	94.00	3.00
上海纺织				2.16	2.22	2.02	2.00	1.77	1.84	2.00	100.00	8.74
南京海关	液体	环戊烯(c,d)芘	2	1.80	1.64	1.74	1.93	1.55	1.62	1.71	85.50	8.17
广检集团				1.88	1.90	1.92	1.97	1.88	1.93	1.91	95.50	1.80
上海纺织				2.00	2.18	2.73	2.74	2.30	2.26	2.37	118.50	12.76
南京海关	液体	蒎	2	1.78	1.64	1.81	1.76	1.55	1.60	1.69	84.50	6.16
广检集团				1.75	1.90	1.93	2.00	1.83	2.01	1.90	95.00	5.27
上海纺织				2.16	2.20	2.02	1.99	1.77	1.84	2.00	100.00	8.52
南京海关	液体	苯并（b）荧蒽	2	1.71	1.48	1.74	1.75	1.59	1.44	1.62	81.00	8.55
广检集团				1.94	1.91	1.91	1.87	1.88	2.04	1.93	96.50	3.20
上海纺织				2.26	2.32	2.14	1.99	1.84	1.99	2.09	104.50	8.74
南京海关	液体	苯并（k）荧蒽	2	1.69	1.54	1.79	1.82	1.49	1.49	1.64	82.00	9.11
广检集团				1.96	1.85	2.00	1.91	1.93	2.04	1.95	97.50	1.96
上海纺织				1.92	2.04	1.87	1.75	1.58	1.74	1.82	91.00	8.87
南京海关	液体	苯并(j)荧蒽	2	1.69	1.50	1.78	1.80	1.61	1.47	1.64	82.00	8.45
广检集团				1.85	1.92	2.08	2.00	1.93	2.04	1.97	98.50	4.33
上海纺织				1.90	1.91	1.80	1.65	1.58	1.72	1.76	88.00	7.61
南京海关	液体	苯并（e）芘	2	1.71	1.54	1.77	1.81	1.59	1.51	1.65	82.50	7.62
广检集团				1.96	1.89	1.92	1.91	1.90	2.07	1.94	97.00	3.47
上海纺织				2.07	2.09	1.89	1.79	1.60	1.69	1.86	93.00	10.76

表 9 续

验证试验单位	样品	化合物	添加水平 (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	平均	平均回收率 (%)	RSD (%)
				(mg/kg)								
南京海关	液体	苯并（a）芘	2	1.76	1.88	1.77	1.76	1.84	1.80	1.80	90.00	2.76
广检集团				1.97	1.88	1.97	2.00	2.03	1.92	1.96	98.00	2.76
上海纺织				2.04	1.97	1.96	2.10	2.04	1.76	1.98	99.00	6.00
南京海关	液体	茚并 (1,2,3-cd)芘	2	2.00	1.96	1.55	1.75	1.87	1.99	1.85	92.50	9.47
广检集团				1.87	1.86	2.06	1.91	1.93	1.99	1.94	97.00	3.94
上海纺织				2.03	2.88	2.61	2.29	2.08	2.14	2.34	117.00	14.45
南京海关	液体	二苯并（a,h） 蒽	2	1.92	1.79	1.89	1.59	1.96	1.71	1.81	90.50	7.75
广检集团				1.79	1.85	1.91	1.93	1.88	1.90	1.88	94.00	2.69
上海纺织				2.18	2.09	2.75	2.40	2.23	2.36	2.34	117.00	9.99
南京海关	液体	苯并(g,h,i)芘	2	1.86	2.00	1.78	1.62	1.71	1.93	1.82	91.00	7.64
广检集团				1.86	1.84	1.92	1.99	1.91	1.87	1.90	95.00	2.85
上海纺织				2.72	2.60	2.43	2.06	2.01	2.10	2.32	116.00	13.11
南京海关	液体	二苯并(a,l) 芘	8	7.84	7.90	7.15	7.86	7.94	7.05	7.62	95.25	5.33
广检集团				7.51	7.41	7.79	7.76	7.48	7.68	7.61	95.13	2.09
上海纺织				8.51	8.44	8.03	9.00	8.42	7.91	8.39	104.88	4.62
南京海关	液体	二苯并(a,e) 芘	8	7.18	8.42	8.51	8.74	8.28	8.96	8.35	104.38	7.45
广检集团				7.61	7.76	7.64	7.65	7.64	7.76	7.68	96.00	0.86
上海纺织				8.71	8.58	8.31	9.56	9.18	9.25	8.93	111.63	5.29
南京海关	液体	二苯并(a,i) 芘	8	8.03	7.65	7.33	8.35	7.40	8.83	7.93	99.13	7.40
广检集团				7.42	7.54	7.70	7.90	7.87	7.93	7.73	96.63	2.72
上海纺织				8.05	8.58	8.36	8.15	9.24	8.91	8.55	106.88	5.37
南京海关	液体	二苯并(a,h) 芘	8	8.76	7.98	7.61	8.04	7.93	8.59	8.15	101.88	5.35
广检集团				7.52	7.42	7.81	7.71	7.42	7.90	7.63	95.38	2.70
上海纺织				8.02	8.70	9.65	7.83	6.90	6.81	7.99	99.88	13.57
南京海关	膏体	蔡	2	1.61	1.63	1.42	1.85	1.87	1.57	1.66	83.00	10.46
广检集团				2.01	2.13	1.92	1.95	2.03	1.95	2.00	100.00	3.83
上海纺织				1.89	1.98	1.64	1.58	1.89	1.93	1.82	91.00	9.12
南京海关	膏体	茺	2	2.35	1.92	1.62	2.18	2.49	2.14	2.12	106.00	14.69
广检集团				1.99	1.99	1.99	1.81	2.13	1.96	1.98	99.00	5.16
上海纺织				1.92	1.93	1.66	1.54	1.84	1.78	1.78	89.00	8.63

表9 续

验证试验单位	样品	化合物	添加水平 (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	平均	平均回收率 (%)	RSD (%)
				(mg/kg)								
南京海关	膏体	1,2-二氢萘	2	2.23	1.92	1.64	2.24	2.59	2.16	2.13	106.50	15.14
广检集团				2.04	1.95	1.99	1.93	2.02	1.90	1.97	98.50	2.75
上海纺织				1.62	1.61	1.88	1.93	2.08	1.91	1.84	92.00	10.13
南京海关	膏体	芴	2	2.37	2.07	1.68	2.11	2.58	2.12	2.15	107.50	14.20
广检集团				2.00	1.85	1.97	1.90	1.85	2.00	1.93	96.50	3.67
上海纺织				1.77	1.80	1.96	1.98	1.77	1.71	1.83	91.50	6.07
南京海关	膏体	菲	2	2.28	1.92	1.84	2.13	2.12	1.68	1.99	99.50	11.15
广检集团				1.98	1.94	1.90	1.87	1.92	1.88	1.92	96.00	2.13
上海纺织				1.69	1.73	1.48	1.40	1.68	1.63	1.60	80.00	8.22
南京海关	膏体	蒽	2	2.02	1.66	1.67	1.89	2.18	1.76	1.86	93.00	11.15
广检集团				2.05	1.94	1.98	1.94	1.81	1.82	1.92	96.00	4.84
上海纺织				1.94	1.85	1.58	1.65	1.81	1.77	1.77	88.50	7.48
南京海关	膏体	荧蒽	2	2.11	1.75	1.47	1.91	2.30	1.92	1.91	95.50	15.03
广检集团				1.88	1.93	1.99	1.88	1.92	1.95	1.93	96.50	2.20
上海纺织				2.06	2.13	1.83	1.71	2.01	2.03	1.96	98.00	8.08
南京海关	膏体	芘	2	1.83	1.48	1.66	1.72	1.80	1.64	1.69	84.50	7.59
广检集团				1.95	1.92	2.07	1.93	2.08	2.05	2.00	100.00	3.71
上海纺织				1.84	1.88	1.62	1.52	1.78	1.76	1.73	86.50	7.92
南京海关	膏体	1-甲基芘	2	2.23	1.91	1.58	2.05	2.40	2.07	2.04	102.00	13.92
广检集团				1.78	1.90	1.93	1.75	1.93	1.86	1.86	93.00	4.16
上海纺织				2.28	2.39	2.07	1.95	2.27	2.29	2.21	110.50	7.43
南京海关	膏体	苯并（a）蒽	2	2.17	1.84	1.49	2.04	2.35	2.07	1.99	99.50	15.02
广检集团				1.99	2.12	2.09	1.83	2.01	2.00	2.01	100.50	5.05
上海纺织				2.38	2.43	2.02	1.91	2.21	2.22	2.20	110.00	9.16
南京海关	膏体	环戊烯(c,d)芘	2	2.49	2.36	1.92	2.67	2.07	2.51	2.34	117.00	12.22
广检集团				1.84	2.02	1.91	1.87	1.92	1.85	1.90	95.00	3.48
上海纺织				2.48	2.28	2.08	2.44	2.22	2.31	2.30	115.00	6.36
南京海关	膏体	蒎	2	2.10	1.76	1.50	1.97	2.28	1.93	1.92	96.00	14.01
广检集团				1.95	2.15	1.97	1.94	1.99	1.95	1.99	99.50	4.00
上海纺织				2.27	2.29	2.02	1.91	2.21	2.22	2.15	107.50	7.10

表 9 续

验证试验单位	样品	化合物	添加水平 (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	平均	平均回收率 (%)	RSD (%)
				(mg/kg)								
南京海关	膏体	苯并（b）荧蒽	2	1.89	1.92	1.76	1.98	2.23	1.92	1.95	97.50	7.83
广检集团				1.86	2.07	1.93	1.87	2.00	1.96	1.95	97.50	4.10
上海纺织				1.98	1.96	1.69	1.66	1.98	2.00	1.88	94.00	8.43
南京海关	膏体	苯并（k）荧蒽	2	1.82	1.92	1.72	1.92	2.14	1.90	1.90	95.00	7.46
广检集团				1.93	1.91	1.93	1.90	2.03	1.95	1.94	97.00	2.40
上海纺织				1.84	1.69	1.46	1.37	1.68	1.64	1.61	80.50	10.56
南京海关	膏体	苯并(j)荧蒽	2	1.85	1.95	1.71	2.00	2.12	1.88	1.92	96.00	7.27
广检集团				2.07	1.88	1.95	1.95	1.94	1.92	1.95	97.50	3.26
上海纺织				1.61	1.61	1.87	1.93	1.62	1.56	1.70	85.00	9.26
南京海关	膏体	苯并（e）芘	2	1.78	1.80	1.54	1.83	1.94	1.44	1.72	86.00	11.05
广检集团				1.86	1.88	2.10	1.99	2.06	1.95	1.97	98.50	4.86
上海纺织				1.88	1.96	1.68	1.58	1.88	1.91	1.82	91.00	8.24
南京海关	膏体	苯并（a）芘	2	1.81	1.86	1.56	1.87	1.98	1.64	1.79	89.50	8.90
广检集团				1.89	1.97	1.98	2.03	1.96	1.96	1.97	98.50	2.29
上海纺织				1.87	2.03	1.89	2.04	1.91	2.03	1.96	98.00	4.06
南京海关	膏体	茚并 (1,2,3-cd)芘	2	1.79	1.97	1.77	2.10	2.18	1.87	1.95	97.50	8.56
广检集团				1.84	1.85	2.04	1.91	1.94	1.91	1.92	96.00	3.78
上海纺织				2.33	2.51	2.14	2.08	2.50	2.70	2.38	119.00	10.02
南京海关	膏体	二苯并（a,h） 蒽	2	1.80	2.00	1.81	2.10	2.17	1.84	1.95	97.50	8.14
广检集团				1.91	1.89	1.94	1.87	1.98	1.99	1.93	96.50	2.52
上海纺织				2.50	2.64	2.37	2.34	2.16	2.05	2.34	117.00	9.21
南京海关	膏体	苯并(g,h,i)芘	2	1.84	2.04	1.83	2.21	2.23	1.93	2.01	100.50	8.79
广检集团				1.89	1.94	1.96	1.82	1.91	1.96	1.91	95.50	2.80
上海纺织				1.80	1.78	1.64	1.70	1.81	1.81	1.76	88.00	4.02
南京海关	膏体	二苯并(a,l) 芘	8	7.55	8.36	7.57	9.93	9.97	8.78	8.69	108.63	12.42
广检集团				7.50	8.04	7.40	7.72	7.63	7.95	7.71	96.38	3.25
上海纺织				8.82	9.78	9.04	9.12	8.69	8.25	8.95	111.88	5.70
南京海关	膏体	二苯并(a,e) 芘	8	7.76	9.41	8.73	9.60	9.41	9.01	8.99	112.38	7.56
广检集团				7.99	7.81	7.53	7.59	7.71	7.73	7.73	96.63	2.12
上海纺织				8.14	8.27	9.16	9.43	8.95	8.38	8.72	109.00	6.08

表 9 续

验证试验单位	样品	化合物	添加水平 (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	平均	平均回收率 (%)	RSD (%)
				(mg/kg)								
南京海关	膏体	二苯并(a,i) 芘	8	7.46	9.44	6.81	8.79	8.16	9.55	8.37	104.63	13.12
广检集团				7.59	8.02	7.78	7.67	7.85	7.67	7.76	97.00	2.00
上海纺织				9.63	8.38	8.54	8.86	8.22	8.14	8.63	107.88	6.41
南京海关	膏体	二苯并(a,h) 芘	8	8.03	8.95	9.19	9.75	9.55	8.98	9.08	113.50	6.62
广检集团				7.73	8.03	7.67	7.74	7.45	7.79	7.74	96.75	2.42
上海纺织				7.53	9.00	8.49	8.73	9.99	8.65	8.73	109.13	9.11

8 标准中如果涉及专利，应有明确的知识产权说明

标准起草人在接受标准起草任务时就曾对相关内容进行专利检索，未发现标准内容涉及专利和知识产权。

9 产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效益等情况

国家对各行业产品的安全、卫生、环保越来越重视。纺织染整助剂涉及生产、使用、运输、贮存等多个环节，其安全性也同样越发受到关注。各类纺织染整助剂中因原料来源广泛，可能含有多种多环芳烃化合物。因此，制定标准对纺织染整助剂中多环芳烃化合物的测定进行统一和规范，可以达到更加有效、安全地组织生产、贸易及其使用的目的，有利于行业内的技术交流和沟通，对于加强产品的质量控制、行业技术交流和产业化推广具有非常重要的意义，可切实促进行业技术水平的整体提高，保护人民健康和环境安全，推动我国纺织染整助剂行业的健康发展。

10 与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准与我国现行相关的法律、法规、规章等保持协调一致，没有冲突。

11 标准性质的建议说明

建议本标准为推荐性国家标准。

12 贯彻标准的要求和措施建议

建议本标准由全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会负责解释、组织宣贯。

13 废止现行相关标准的建议

本标准为第一次修订。上一版本为《GB/T 29493.3-2013 纺织染整助剂中有害物质的测

定 4部分：稠环芳烃化合物的测定 气相色谱-质谱法》，建议废止。

14 其它应予说明的事项

无。

15 主要参考文献

- [1] ISO16190-2021 Footwear-Critical substances potentially present in footwear and footwear components-Test method to quantitatively determine polycyclic aromatic hydrocarbons(PAHs) in footwear materials
- [2] AfPS-GS-2019-01-PAK-EN Testing and assessment of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in the awarding of GS marks
- [3] GB/T 40968-2021 乐器产品中多环芳烃的测试方法
- [4] GB/T 40971-2021 家具产品及其材料中禁限用物质测定方法 多环芳烃
- [5] GB/T 29641-2021 硫化橡胶 多环芳烃含量的测定
- [6] GB/T 5009.265-2021 食品中多环芳烃的测定
- [7] GB/T 3780.28-2020 炭黑第28部分：多环芳烃含量的测定
- [8] GB/T 36946-2018 皮革 化学试验 多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法
- [9] GB/T 36488-2018 涂料中多环芳烃的测定
- [10] GB/T 33391-2016 鞋类 鞋类和鞋类部件中存在的限量物质 多环芳烃（PAH）的测定
- [11] GB/T 33427-2016 胶鞋 多环芳烃含量试验方法
- [12] GB/T 32952-2016 肥料中多环芳烃含量的测定 气相色谱-质谱法
- [13] GB/T 29784.2-2013 电子电气产品中多环芳烃的测定 第2部分：气相色谱-质谱法
- [14] GB/T 热塑性弹性体 多环芳烃的测定气相色谱-质谱法
- [15] SN/T 3388-2012 进出口纺织品中多环芳烃残留量检测方法
- [16] GB/T 28189-2011 纺织品多环芳烃的测定
- [17] SN/T 2926-2011 鞋材中多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法
- [18] 不同提取方法对污泥中16种多环芳烃含量测定的影响
- [19] 用于环境分析的气相色谱柱系列产品
- [20] 我国消费品相关领域多环芳烃限制要求及检测标准进展
- [21] 气相色谱质谱法测定水产饲料中16种多环芳烃的方法研究
- [22] 气相色谱质谱法测定熏肉中的多环芳烃
- [23] 气相色谱-质谱法测定空气悬浮颗粒物中35种多环芳烃化合物
- [24] 超声提取=气相色谱质谱法测定皮革及纺织品中18种多环芳烃

[25] 采用GC-MS测定涂层面料中16种多环芳烃的方法

附件一：南京海关工业产品检测中心验证报告

标准验证报告

项目名称	国家标准《纺织染整助剂中有害物质测定 第4部分：多环芳烃化合物（PAHs）的测定》
委托单位	上海天祥质量技术服务有限公司
验证单位	南京海关工业产品检测中心
验证日期	(2021年12月28日-2022年1月18日)
验证样品	自制样品：粉末样品（1#）、液体样品（2#）、膏状样品（3#）
验证方法	《纺织染整助剂中有害物质测定 第4部分：多环芳烃化合物（PAHs）的测定》（征求意见稿）

验证数据及结论：

测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Naphthalene	1#	2.12	2.00	1.99	1.97	2.07	1.95	Acenaphthylene	1#	1.74	1.79	1.70	1.74	1.83	1.81
	2#	1.94	1.73	1.99	2.02	1.73	1.77		2#	1.89	1.68	1.98	1.94	1.68	1.73
	3#	1.61	1.63	1.42	1.85	1.87	1.57		3#	2.35	1.92	1.62	2.18	2.49	2.14
Acenaphthene	1#	2.25	2.39	2.24	1.85	2.18	2.13	Fluorene	1#	1.84	1.94	1.83	1.91	1.98	1.94
	2#	1.88	1.72	1.97	1.90	1.71	1.77		2#	1.88	1.65	1.99	1.89	1.68	1.69
	3#	2.23	1.92	1.64	2.24	2.59	2.16		3#	2.37	2.07	1.68	2.11	2.58	2.12
Phenanthrene	1#	1.66	1.75	1.63	1.66	1.74	2.02	Anthracene	1#	1.75	1.79	1.66	1.70	1.77	1.74
	2#	1.93	1.67	1.95	1.89	1.69	1.75		2#	1.72	1.54	1.78	1.74	1.54	1.58
	3#	2.28	1.92	1.84	2.13	2.12	1.68		3#	2.02	1.66	1.67	1.89	2.18	1.76
Fluoranthene	1#	1.99	2.03	1.99	2.01	1.99	2.00	Pyrene	1#	1.94	1.98	1.91	1.92	1.95	1.92
	2#	1.95	1.72	1.99	1.97	1.69	1.78		2#	1.88	1.66	1.91	1.86	1.63	1.68
	3#	2.11	1.75	1.47	1.91	2.30	1.92		3#	1.83	1.48	1.66	1.72	1.80	1.64
1-Methylpyrene	1#	1.91	2.13	1.81	2.01	2.13	1.98	Benzo[a]anthracene	1#	1.89	1.94	1.87	1.91	1.96	1.87
	2#	1.88	1.58	1.92	1.88	1.70	1.66		2#	1.83	1.65	1.85	1.79	1.58	1.61
	3#	2.23	1.91	1.58	2.05	2.40	2.07		3#	2.17	1.84	1.49	2.04	2.35	2.07
Cyclopenta[c,d]pyrene	1#	1.77	1.93	1.77	1.81	1.91	1.83	Chrysene	1#	1.89	1.96	1.82	1.86	1.93	1.83
	2#	1.80	1.64	1.74	1.93	1.55	1.62		2#	1.78	1.64	1.81	1.76	1.55	1.60
	3#	2.49	2.36	1.92	2.67	2.07	2.51		3#	2.10	1.76	1.50	1.97	2.28	1.93

Benzo[b]fluoranthene	1#	1.84	1.94	1.79	1.79	1.67	1.85	Benzo[k]fluoranthene	1#	1.85	1.85	1.81	1.80	1.92	1.91
	2#	1.71	1.48	1.74	1.75	1.59	1.44		2#	1.69	1.54	1.79	1.82	1.49	1.49
	3#	1.89	1.92	1.76	1.98	2.23	1.92		3#	1.82	1.92	1.72	1.92	2.14	1.90
Benzo[j]fluoranthene	1#	1.86	1.92	1.85	1.85	1.91	1.87	Benzo[e]pyrene	1#	1.84	1.90	1.82	1.82	1.90	1.89
	2#	1.69	1.50	1.78	1.80	1.61	1.47		2#	1.71	1.54	1.77	1.81	1.59	1.51
	3#	1.85	1.95	1.71	2.00	2.12	1.88		3#	1.78	1.80	1.54	1.83	1.94	1.44
Benzo[a]pyrene	1#	1.76	1.88	1.77	1.76	1.84	1.80	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	1#	1.67	1.78	1.65	1.62	1.68	1.66
	2#	1.97	1.88	1.97	2.00	2.03	1.92		2#	2.00	1.96	1.55	1.75	1.87	1.99
	3#	1.81	1.86	1.56	1.87	1.98	1.64		3#	1.79	1.97	1.77	2.10	2.18	1.87
Dibenzo[a,h]anthracene	1#	1.71	1.82	1.67	1.70	1.71	1.71	Benzo[ghi]perylene	1#	1.70	1.80	1.68	1.68	1.73	1.71
	2#	1.92	1.79	1.89	1.59	1.96	1.71		2#	1.86	2.00	1.78	1.62	1.71	1.93
	3#	1.80	2.00	1.81	2.10	2.17	1.84		3#	1.84	2.04	1.83	2.21	2.23	1.93
Dibenzo[a,i]pyrene	1#	5.97	6.83	5.76	5.63	6.51	6.57	Dibenzo[a,c]pyrene	1#	7.85	6.28	6.30	6.50	6.40	6.58
	2#	7.84	7.90	7.15	7.86	7.94	7.05		2#	7.18	8.42	8.51	8.74	8.28	8.96
	3#	7.55	8.36	7.57	9.93	9.97	8.78		3#	7.76	9.41	8.73	9.60	9.41	9.01
Dibenzo[a,j]pyrene	1#	9.18	9.72	8.71	8.73	8.50	9.45	Dibenzo[a,h]pyrene	1#	9.01	9.71	8.33	9.22	8.07	8.45
	2#	8.03	7.65	7.33	8.35	7.40	8.83		2#	8.76	7.98	7.61	8.04	7.93	8.59
	3#	7.46	9.44	6.81	8.79	8.16	9.55		3#	8.03	8.95	9.19	9.75	9.55	8.98

验证人（签字）：RDB 验证单位（盖章）：

报告日期：2022年1月20日

附件二：上海纺织集团检测标准有限公司验证报告

标准验证报告

项目名称	国家标准《纺织染整助剂中有害物质测定 第4部分：多环芳烃化合物（PAHs）的测定》
委托单位	上海天祥质量检测服务有限公司
验证单位	上海纺织集团检测标准有限公司
验证日期	(2021 年 12 月 29 日 - 2022 年 1 月 4 日)
验证样品	自制样品：粉末样品 (1#)、液体样品 (2#)、膏状样品 (3#)
验证方法	《纺织染整助剂中有害物质测定 第4部分：多环芳烃化合物（PAHs）的测定》(征求意见稿)

验证数据及结论：

测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Naphthalene	1#	2.16	2.05	2.15	2.06	2.08	2.04	Acenaphthylene	1#	1.80	1.89	1.95	1.93	1.67	1.69
	2#	2.05	2.07	1.92	1.79	1.63	1.68		2#	1.85	1.93	1.72	1.64	1.47	1.54
	3#	1.89	1.98	1.64	1.58	1.89	1.93		3#	1.92	1.93	1.66	1.54	1.84	1.78
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Acenaphthene	1#	1.81	1.90	2.01	1.92	2.00	1.76	Fluorene	1#	1.89	1.99	2.07	2.01	2.05	1.84
	2#	1.75	1.83	1.67	1.63	1.48	1.58		2#	1.89	1.97	1.81	1.76	1.58	1.70
	3#	1.62	1.61	1.88	1.93	2.08	1.91		3#	1.77	1.80	1.96	1.98	1.77	1.71
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Phenanthrene	1#	1.80	1.86	1.97	1.90	1.94	1.74	Anthracene	1#	1.95	2.00	2.00	1.95	1.96	1.78
	2#	1.83	1.91	1.74	1.68	1.51	1.63		2#	1.97	2.03	1.84	1.74	1.53	1.62
	3#	1.69	1.73	1.48	1.40	1.68	1.63		3#	1.94	1.85	1.58	1.65	1.81	1.77
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Fluoranthene	1#	2.08	2.03	2.10	2.08	2.17	2.29	Pyrene	1#	1.88	1.88	1.93	1.91	1.91	1.87
	2#	2.08	2.12	1.93	1.83	1.65	1.74		2#	1.90	1.94	1.77	1.70	1.51	1.63
	3#	2.06	2.13	1.83	1.71	2.01	2.03		3#	1.84	1.88	1.62	1.52	1.78	1.76
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
1-Methylpyrene	1#	2.39	2.27	2.31	2.30	2.20	2.44	Benzo[a]anthracene	1#	2.26	2.23	2.32	2.31	2.21	2.32
	2#	2.40	2.42	2.18	2.08	1.85	1.92		2#	2.16	2.22	2.02	2.00	1.77	1.84
	3#	2.28	2.39	2.07	1.95	2.27	2.29		3#	2.38	2.43	2.02	1.91	2.21	2.22
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Cyclopenta[cd]pyrene	1#	2.43	2.01	2.18	2.1	2.7	2.24	Chrysene	1#	2.26	2.21	2.31	2.31	2.20	2.31
	2#	2.00	2.18	2.73	2.74	2.3	2.26		2#	2.16	2.20	2.02	1.99	1.77	1.84
	3#	2.48	2.28	2.08	2.44	2.22	2.31		3#	2.27	2.29	2.02	1.91	2.21	2.22

测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Benzo[b]fluoranthene	1#	1.92	2.13	2.35	2.16	2.30	1.87	Benzo[k]fluoranthene	1#	1.75	2.00	2.19	1.99	2.04	1.64
	2#	2.26	2.32	2.14	1.99	1.84	1.99		2#	1.92	2.04	1.87	1.75	1.58	1.74
	3#	1.98	1.96	1.69	1.66	1.98	2.00		3#	1.84	1.69	1.46	1.37	1.68	1.64
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Benzo[j]fluoranthene	1#	1.59	1.86	2.14	1.81	2.09	1.54	Benzo[e]pyrene	1#	1.94	2.01	2.06	2.01	1.98	1.99
	2#	1.90	1.91	1.80	1.65	1.58	1.72		2#	2.07	2.09	1.89	1.79	1.60	1.69
	3#	1.61	1.61	1.87	1.93	1.62	1.56		3#	1.88	1.96	1.68	1.58	1.88	1.91
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Benzo[a]pyrene	1#	1.84	2.15	1.93	1.89	2.04	1.97	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	1#	2.07	2.25	2.56	2.16	2.41	2.17
	2#	2.04	1.97	1.96	2.10	2.04	1.76		2#	2.03	2.88	2.61	2.29	2.08	2.14
	3#	1.87	2.03	1.89	2.04	1.91	2.03		3#	2.33	2.51	2.14	2.08	2.5	2.7
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Dibenzo[a,h]anthracene	1#	2.05	2.31	2.64	2.20	2.51	2.08	Benzo[ghi]perylene	1#	1.81	2.14	2.54	2.07	2.45	1.83
	2#	2.18	2.09	2.75	2.40	2.23	2.36		2#	2.72	2.60	2.43	2.06	2.01	2.10
	3#	2.50	2.64	2.37	2.34	2.16	2.05		3#	1.80	1.78	1.64	1.70	1.81	1.81
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Dibenzo[a,i]pyrene	1#	7.18	8.18	9.03	7.81	9.05	7.33	Dibenzo[a,e]pyrene	1#	7.33	8.94	9.92	8.46	9.94	7.52
	2#	8.51	8.44	8.03	9.00	8.42	7.91		2#	8.71	8.58	8.31	9.56	9.18	9.25
	3#	8.82	9.78	9.04	9.12	8.69	8.25		3#	8.14	8.27	9.16	9.43	8.95	8.38
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Dibenzo[a,i]pyrene	1#	7.45	8.50	8.93	8.13	9.07	7.87	Dibenzo[a,h]pyrene	1#	6.18	6.56	7.11	6.46	6.94	6.38
	2#	8.05	8.58	8.36	8.15	9.24	8.91		2#	8.02	8.7	9.65	7.83	6.9	6.81
	3#	9.63	8.38	8.54	8.85	8.22	8.14		3#	7.53	9.00	8.49	8.73	9.99	8.65

验证人(签字): 徐惠群 吕阳

验证单位(盖章):

报告日期: 2022 年 1 月 4 日

附件三：广检集团纺织服装服饰检测研究院验证报告

标准验证报告

项目名称	国家标准《纺织染整助剂中有害物质测定 第4部分：多环芳烃化合物（PAHs）的测定》
委托单位	上海天祥质量技术服务有限公司
验证单位	广检集团纺织服装服饰检测研究院
验证日期	(2021 年 12 月 29 日 2022 年 1 月 26 日)
验证样品	自制样品：粉末样品（1#）、液体样品（2#）、膏状样品（3#）
验证方法	《纺织染整助剂中有害物质测定 第4部分：多环芳烃化合物（PAHs）的测定》（征求意见稿）

验证数据及结论：

测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Naphthalene	1#	2.05	2.23	1.97	1.99	2.11	2.12	Acenaphthylene	1#	2.02	2.04	1.99	1.98	2.01	1.96
	2#	1.96	1.85	1.97	2.06	2.12	2.16		2#	1.89	1.87	1.95	2.07	2.09	2.10
	3#	2.01	2.13	1.92	1.95	2.03	1.95		3#	1.99	1.99	1.99	1.81	2.13	1.96
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Acenaphthene	1#	2.19	2.12	2.06	2.09	2.16	2.12	Fluorene	1#	2.01	1.94	2.08	1.91	1.91	1.93
	2#	1.95	2.04	2.13	2.08	1.98	2.14		2#	1.97	1.94	2.06	2.13	1.98	1.85
	3#	2.04	1.95	1.99	1.93	2.02	1.90		3#	2.00	1.85	1.97	1.90	1.85	2.00
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Phenanthrene	1#	1.96	1.94	1.96	2.03	1.98	1.93	Anthracene	1#	1.89	1.89	1.88	1.97	1.92	1.89
	2#	1.97	1.94	1.97	1.99	1.98	1.92		2#	1.88	1.97	2.09	1.95	2.08	1.87
	3#	1.98	1.94	1.90	1.87	1.92	1.88		3#	2.05	1.94	1.98	1.94	1.81	1.82

测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Fluoranthene	1#	1.97	1.90	1.92	1.99	1.99	2.08	Pyrene	1#	1.93	1.95	1.87	1.91	1.95	1.85
	2#	1.92	1.90	1.88	1.84	1.84	1.92		2#	1.93	2.00	1.93	2.00	2.07	1.99
	3#	1.88	1.93	1.99	1.88	1.92	1.95		3#	1.95	1.92	2.07	1.93	2.08	2.05
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
1-Methylpyrene	1#	1.95	2.07	1.95	1.99	2.04	2.02	Benzo[a]anthracene	1#	1.93	1.92	2.14	2.15	2.25	2.06
	2#	2.00	1.93	1.98	2.01	1.98	1.91		2#	1.85	1.83	1.89	1.99	1.88	1.86
	3#	1.78	1.90	1.93	1.75	1.93	1.86		3#	1.99	2.12	2.09	1.83	2.01	2.00
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Cyclopenta[c,d]pyrene	1#	1.93	2.00	2.06	2.07	2.01	2.02	Chrysene	1#	2.15	2.14	2.11	2.19	2.05	1.96
	2#	1.88	1.90	1.92	1.97	1.88	1.93		2#	1.75	1.90	1.93	2.00	1.83	2.01
	3#	1.84	2.02	1.91	1.87	1.92	1.85		3#	1.95	2.15	1.97	1.94	1.99	1.95
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Benzo[b]fluoranthene	1#	1.94	2.07	1.85	2.10	2.12	1.93	Benzo[k]fluoranthene	1#	2.01	2.01	1.94	2.05	1.94	1.96
	2#	1.94	1.91	1.91	1.87	1.88	2.04		2#	1.96	1.85	2.00	1.91	1.93	2.04
	3#	1.86	2.07	1.93	1.87	2.00	1.96		3#	1.93	1.91	1.93	1.90	2.03	1.95
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Benzo[j]fluoranthene	1#	1.95	1.94	1.98	1.92	1.94	2.00	Benzo[e]pyrene	1#	1.93	1.98	1.97	2.08	1.88	2.08
	2#	1.85	1.92	2.08	2.00	1.93	2.04		2#	1.96	1.89	1.92	1.91	1.90	2.07
	3#	2.07	1.88	1.95	1.95	1.94	1.92		3#	1.86	1.88	2.10	1.99	2.06	1.95

测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Benzo[a]pyrene	1#	1.97	1.88	1.97	2.00	2.03	1.92	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	1#	1.90	1.84	2.16	2.06	1.99	1.99
	2#	1.78	2.00	1.88	1.95	1.88	1.92		2#	1.87	1.86	2.06	1.91	1.93	1.99
	3#	1.89	1.97	1.98	2.03	1.96	1.96		3#	1.84	1.85	2.04	1.91	1.94	1.91
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Dibenzo[a,h]anthracene	1#	1.91	1.93	1.71	2.14	2.18	1.96	Benzo[ghi]perylene	1#	1.95	1.92	1.84	2.11	2.08	2.09
	2#	1.79	1.85	1.91	1.93	1.88	1.90		2#	1.86	1.84	1.92	1.99	1.91	1.87
	3#	1.91	1.89	1.94	1.87	1.98	1.99		3#	1.89	1.94	1.96	1.82	1.91	1.96
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Dibenzo[a,l]pyrene	1#	8.08	8.17	8.02	8.21	8.14	7.84	Dibenzo[a,e]pyrene	1#	8.12	8.08	8.08	8.08	8.16	8.01
	2#	7.51	7.41	7.79	7.76	7.48	7.68		2#	7.61	7.76	7.64	7.65	7.64	7.76
	3#	7.50	8.04	7.40	7.72	7.63	7.95		3#	7.99	7.81	7.53	7.59	7.71	7.73
测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)						测试物质	样品编号	测试结果 (mg/kg)					
Dibenzo[a,i]pyrene	1#	8.19	8.30	8.01	7.91	7.84	7.73	Dibenzo[a,h]pyrene	1#	8.10	8.01	7.97	8.13	7.95	7.88
	2#	7.42	7.54	7.70	7.90	7.87	7.93		2#	7.52	7.42	7.81	7.71	7.42	7.90
	3#	7.59	8.02	7.78	7.67	7.85	7.67		3#	7.73	8.03	7.67	7.74	7.45	7.79

验证人(签字): 刘丽琴

验证单位(盖章):



报告日期: 2022 年 | 月 26 日