

HJ

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1227—2021

水质 挥发性有机物的应急测定 便携式顶空/气相色谱-质谱法

Water quality—Emergency determination of volatile organic compounds
—Portable headspace/gas chromatography-mass

本电子版为正式标准文本，由生态环境部环境标准研究所审校排版。

2021-12-16 发布

2022-03-01 实施

生态环境部 发布

目 次

前 言	ii
1 适用范围	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理	1
4 试剂和材料	1
5 仪器和设备	2
6 监测前准备	2
7 样品	2
8 分析步骤	3
9 结果计算与表示.....	5
10 准确度	7
11 质量保证和质量控制.....	7
12 废物处置	7
13 注意事项	8
附录 A（规范性附录） 目标化合物方法检出限和测定下限	9
附录 B（资料性附录） 目标化合物的总离子色谱图	11
附录 C（资料性附录） 目标化合物的定量离子、辅助离子	13
附录 D（资料性附录） 方法准确度.....	15

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国水污染防治法》《中华人民共和国海洋环境保护法》，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范水中挥发性有机物的应急测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中挥发性有机物的便携式顶空/气相色谱-质谱法。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B～附录 D 为资料性附录。

本标准首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准主要起草单位：中国环境监测总站、山东省淄博生态环境监测中心。

本标准验证单位：上海市环境监测中心、天津市生态环境监测中心、江苏省环境监测中心、山东省生态环境监测中心、河南省生态环境监测中心和武汉市生态环境监控中心。

本标准生态环境部 2021 年 12 月 16 日批准。

本标准自 2022 年 3 月 1 日起实施。

本标准由生态环境部解释。

水质 挥发性有机物的应急测定 便携式顶空/气相色谱-质谱法

警告：本方法使用时要注意事故现场及周边环境的危险，做好人员防护。

1 适用范围

标准规定了测定水中挥发性有机物的便携式顶空/气相色谱-质谱法。

本标准适用于突发环境事件中地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中甲苯等 56 种挥发性有机物的现场应急测定。其他挥发性有机物也可采用本方法进行定性和浓度估算。

在全扫描模式下，当顶空进样瓶中样品体积为 10.0 ml、气体进样体积为 8 ml、不分流进样，或顶空进样瓶中样品体积为 20.0 ml、气体进样体积为 100 ml、分流比为 40:1，56 种目标化合物的方法检出限为 1 μg/L~3 μg/L，测定下限为 4 μg/L~12 μg/L，详见附录 A。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB/T 32210	便携式气相色谱-质谱联用仪技术要求及试验方法
HJ 442.9	近岸海域环境监测技术规范 第九部分 近岸海域应急与专题监测
HJ 589	突发环境事件应急监测技术规范

3 方法原理

在一定的温度条件下，顶空进样瓶内样品中的挥发性有机化合物向液上空间挥发，被载气带入便携式气相色谱-质谱仪内置吸附管中富集，经热脱附后进入气相色谱分离，用质谱检测器检测，通过与标准物质质谱图和保留时间比较定性，内标法定量；对于 56 种目标化合物以外的物质，通过与标准物质质谱图比较定性，根据其响应值与内标的响应值之比，估算其浓度。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂。

4.1 实验用水：二次蒸馏水或通过纯水设备制备的水。

使用前应经过空白检验，确认在目标化合物的保留时间内无干扰峰出现或目标化合物浓度低于方法检出限。

4.2 抗坏血酸（C₆H₈O₆）。

4.3 甲醇（CH₃OH）：液相色谱纯。

4.4 盐酸：ρ=1.19 g/ml，优级纯。

4.5 盐酸溶液。

盐酸（4.4）和水按照 1:1 的体积比混合。

HJ 1227—2021

4.6 挥发性有机物标准贮备液： $\rho=2000\text{ mg/L}$ 。

市售有证标准溶液，按照说明书要求保存。

4.7 挥发性有机物标准使用液： $\rho=100\text{ mg/L}$ 。

用甲醇（4.3）稀释挥发性有机物标准贮备液（4.6），4℃以下冷藏避光密封可保存30 d。

4.8 内标标准贮备液： $\rho=2000\text{ mg/L}$ 。

选用氟苯和1,4-二氯苯- d_4 作为内标。可直接购买有证标准溶液，按照说明书要求保存。在满足本方法要求且干扰目标化合物测定的前提下，亦可使用其他内标。

4.9 内标标准使用液： $\rho=100\text{ mg/L}$ 。

用甲醇（4.3）稀释内标标准贮备液（4.8），4℃以下冷藏避光密封可保存30 d。

4.10 内标标准气：组分为1,3,5-三（三氟甲基）苯（ $100\text{ }\mu\text{mol/mol}$ ）、溴五氟苯（ $50\text{ }\mu\text{mol/mol}$ ）或4-溴氟苯（ $20\text{ }\mu\text{mol/mol}$ ），贮存于钢瓶中，可保存1年，或参见标准气证书的相关说明。用于仪器调谐。

4.11 载气：氮气或氦气，纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5 仪器和设备

5.1 采样瓶：40 ml 棕色玻璃瓶，具硅橡胶-聚四氟乙烯衬垫螺旋盖。

5.2 便携式气相色谱-质谱仪：具有吸附热脱附模块、气相色谱模块（具程序升温功能），以及四极杆或离子阱质谱模块。质谱模块具有70 eV 电子轰击（EI）离子源，有全扫描/选择离子扫描、自动/手动调谐、谱库检索及定量分析等功能，性能指标应符合 GB/T 32210 要求。所有样品经过的管路和接头均应进行惰性化处理。

5.3 便携式顶空进样器：加热温度控制在室温至80℃之间，温度控制精度为 $\pm 1\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.4 毛细管色谱柱： $15\text{ m}\times 0.25\text{ mm}\times 1.0\text{ }\mu\text{m}$ 或 $10\text{ m}\times 0.1\text{ mm}\times 0.4\text{ }\mu\text{m}$ ，固定相为100%二甲基聚硅氧烷，也可使用其它等效毛细管色谱柱。

5.5 内置吸附管：装填 Tenax、Carbopack、硅胶等吸附剂，或者其他等效吸附剂。

5.6 顶空进样瓶：使用与便携式顶空进样器（5.3）配套的玻璃顶空瓶，带聚四氟乙烯涂层密封垫。

5.7 一般常用仪器和设备。

6 监测前准备

检查便携式气相色谱-质谱仪工作状态，确认携带符合工作需求的载气（4.11）、内标标准气（4.10）、挥发性有机物标准使用液（4.7）和内标标准使用液（4.9）、蓄电池、采样瓶（5.1）和个人防护用品等必要的备品备件。

7 样品

7.1 样品采集

地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水的样品采集，根据污染物进入水环境的实际情况，参照 HJ 589 和 HJ 442.9 的相关规定执行。采集样品时，应使水样充满采样瓶（5.1）且不留液上空间，防止产生大量气泡。

样品采集后，现场宜尽快进行分析，24 h 内完成测定。

7.2 空白样品的制备

以实验用水（4.1）作为空白样品。

8 分析步骤

8.1 仪器参考条件

8.1.1 顶空进样器参考条件

条件 1：加热平衡温度：50℃；加热平衡时间：10 min；取样针温度：50℃；传输线温度：60℃；顶空进样瓶（5.6）中样品体积为 10.0 ml，气体进样体积为 8 ml，不分流。

条件 2：加热平衡温度：50℃；加热平衡时间：10 min；取样针温度：50℃；传输线温度：60℃；顶空进样瓶（5.6）中样品体积为 20.0 ml，气体进样体积为 100 ml，分流比为 40:1。

或按照仪器使用说明书进行设定。

8.1.2 热脱附参考条件

热脱附温度：300℃，吸附管预脱附时间：0.1 min，吸附管脱附时间：0.5 min。

或按照仪器使用说明书进行设定。

8.1.3 气相色谱参考条件

条件 1：柱压：80 kPa；程序升温：60℃保持 1 min，以 6℃/min 升至 80℃，再以 12℃/min 升至 118℃，最后以 28℃/min 升至 180℃，保持 18 s。

条件 2：柱流量：0.2 ml/min；程序升温：60℃保持 1 min，以 20℃/min 升至 80℃，再以 40℃/min 升至 220℃，保持 1 min。

或按照仪器使用说明书进行设定。

8.1.4 质谱参考条件

离子源：EI；离子化能量：70 eV；扫描方式：全扫描；扫描范围：41 u~300 u。

或按照仪器使用说明书进行设定。

参考条件下测定目标化合物标准物质得到的总离子色谱图参见附录 B。

注：当目标化合物检出限不满足标准限值要求时，可选择离子扫描方式。

8.2 校准

8.2.1 调谐

开机启动之后，首先根据仪器说明书对便携式气相色谱-质谱仪（5.2）进行仪器性能检查。为保证检测结果的准确性，开机启动后，应进行质谱功能调谐，调谐物质根据仪器说明书选择，应达到仪器使用要求。每隔 12 h，应重新进行质谱功能调谐。若调谐物质为 1,3,5-三（三氟甲基）苯与溴五氟苯，则关键离子丰度应满足表 1 的要求；若调谐物质为全氟三丁胺，则关键离子丰度应满足表 2 的要求，否则应对质谱仪的参数进行调整；若采用其他物质进行调谐，应符合仪器说明书的相关要求。

表 1 1,3,5-三(三氟甲基)苯与溴五氟苯同时调谐时关键离子丰度标准

质荷比 (m/z)	离子丰度范围	质荷比 (m/z)	离子丰度范围
50	117峰的0.5%~2.5%	167	117峰的50%~70%
55	117峰的2%~5%	213	117峰的10%~20%
69	117峰的8%~16%	246	117峰的15%~40%
93	117峰的15%~25%	263	117峰的5%~15%
117	基峰, 100%相对丰度	282	117峰的5%~15%

表 2 全氟三丁胺的关键离子丰度要求

质荷比 (m/z)	离子丰度范围	质荷比 (m/z)	离子丰度范围
69	基峰, 100%相对丰度	100	69峰的5%~50%
131	69峰的20%~70%	264	69峰的5%~50%

8.2.2 校准曲线的绘制

8.2.2.1 预制校准曲线

将挥发性有机物标准使用液(4.7)稀释,配制成目标化合物质量浓度分别为2.0 μg/L、5.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、40.0 μg/L的10.0 ml标准系列溶液(此浓度为参考浓度)。再分别加入1.0 μl内标标准使用液(4.9),使样品中内标浓度为10.0 μg/L,立即密封顶空进样瓶(5.6),混匀,按照仪器参考条件(8.1),由低浓度到高浓度依次测定,绘制校准曲线,存储在仪器中。在应急监测现场,若校准核查符合11.3中相关要求,则用预制校准曲线定量。

8.2.2.2 现场校准

在应急监测现场,若校准核查不符合11.3中相关要求,应重新绘制至少包含2个非零浓度点的校准曲线,目标化合物质量浓度分别为10.0 μg/L和40.0 μg/L(此浓度为参考浓度)。

8.2.3 平均相对响应因子法

标准系列第*i*点某目标化合物的相对响应因子(RRF_i),按照公式(1)进行计算:

$$RRF_i = \frac{A_i}{A_{ISi}} \times \frac{\rho_{IS}}{\rho_i} \quad (1)$$

式中: RRF_i ——标准系列中第*i*点目标化合物的相对响应因子;

A_i ——标准系列中第*i*点目标化合物定量离子的响应值;

A_{ISi} ——标准系列中第*i*点与目标化合物相对应内标定量离子的响应值;

ρ_{IS} ——标准系列中内标物的质量浓度,μg/L;

ρ_i ——标准系列中第*i*点目标化合物的质量浓度,μg/L。

目标化合物的平均相对响应因子 \overline{RRF} ,按照公式(2)进行计算:

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

式中: \overline{RRF} ——目标化合物的平均相对响应因子;

RRF_i ——标准系列中第*i*点目标化合物的相对响应因子;

n ——标准系列点数。

8.2.4 校准曲线法

以目标化合物浓度为横坐标，以目标化合物定量离子响应值与内标化合物定量离子响应值的比值和内标化合物浓度的乘积为纵坐标，建立校准曲线。

8.3 样品浓度预判

样品测定前，应通过仪器说明书规定的速查方法、样品稀释或其他方法，结合现场调查情况，预判样品浓度。

8.4 样品的测定

如果样品预判浓度值低于 40 $\mu\text{g/L}$ ，直接取 10.0 ml 样品于顶空进样瓶（5.6）中，迅速加入 1.0 μl 内标标准使用液（4.9），立即密封，混匀，待测。

若样品预判浓度较高，用实验用水（4.1）稀释至方法分析浓度范围。再取 10.0 ml 稀释后的样品于顶空进样瓶（5.6）中，迅速加入 1.0 μl 内标标准使用液（4.9），立即密封，混匀，待测。

按照与预制校准曲线（8.2.2.1）相同的操作步骤和仪器条件进行样品的测定。

8.5 空白试验

以实验用水（4.1）代替样品，按照与样品测定（8.4）相同的操作步骤和仪器条件进行空白样品的测定。

9 结果计算与表示

9.1 目标化合物

9.1.1 定性分析

通过样品中目标物与标准系列中目标物的保留时间、碎片离子质荷比及其丰度比等信息比较，对目标物进行定性。样品中目标化合物的保留时间应控制在 $t \pm 3S$ 之内，其中 t 为初始校准时各浓度级别目标化合物的保留时间均值， S 为初始校准时各浓度级别目标化合物保留时间的标准偏差。目标化合物标准质谱图中相对丰度高于 30% 的所有离子应在样品质谱图中存在，同时结合现场情况进行定性判断。如果实际样品存在明显背景干扰，比较时应扣除背景影响。

9.1.2 定量分析

采用校准曲线法或平均相对响应因子法进行定量计算。当样品中目标化合物的定量离子有干扰时，可使用辅助离子定量。定量离子和辅助离子见附录 C。

9.1.3 结果计算

9.1.3.1 平均相对响应因子法

采用平均相对响应因子法校准时，样品中目标化合物的质量浓度 ρ_x 按照公式（3）计算。

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

式中： ρ_x ——样品中目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 A_x ——样品中目标化合物定量离子的响应值；
 ρ_{IS} ——样品中内标物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 D ——样品稀释倍数；
 A_{IS} ——样品中与目标化合物相对应内标定量离子的响应值；
 \overline{RRF} ——校准曲线中目标化合物的平均相对响应因子。

9.1.3.2 校准曲线法

采用线性校准曲线进行校准时，样品中目标化合物质量浓度 ρ_x 按照公式（4）计算。

$$\rho_x = D \times \rho_{cal} \quad (4)$$

式中： ρ_x ——样品中目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 D ——样品稀释倍数；
 ρ_{cal} ——由校准曲线得到的目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ 。

9.2 目标外化合物

9.2.1 定性分析

以全扫描方式进行测定，比较样品质谱图和谱库标准物质质谱图，谱库标准物质质谱图中相对丰度高于 30% 的所有离子应在样品质谱图中存在，定性离子的信噪比应大于 3:1，主要定性离子和辅助定性离子的离子峰顶点应在同一个扫描段内最大共流出。依据质谱图和谱库匹配度，结合现场实际情况判断得出样品定性结果。

9.2.2 浓度估算

对样品中已定性的目标外化合物及内标物的总离子色谱图色谱峰进行积分，目标外化合物的质量浓度 ρ_x 按照公式（5）估算，选取保留时间邻近的内标作为定量内标。

$$\rho_x = \frac{A_x}{A_{IS}} \times \rho_{IS} \times D \quad (5)$$

式中： ρ_x ——样品中目标外化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 A_x ——样品中目标外化合物对应的总离子色谱图色谱峰响应值；
 A_{IS} ——样品中内标物对应的总离子色谱图色谱峰响应值；
 ρ_{IS} ——样品中内标物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 D ——样品稀释倍数。

9.3 结果表示

测定结果小数位数与方法检出限一致，最多保留 3 位有效数字。
目标外化合物，定性结果后应附质谱图及检索判断结果等原始信息。

10 准确度

10.1 精密度

6 家实验室对 56 种挥发性有机物浓度为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 、500 $\mu\text{g/L}$ 的统一样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 1.8%~26%、1.1%~24%、1.1%~24%；实验室间相对标准偏差分别为：2.0%~15%、6.1%~23%、4.7%~17%；重复性限分别为：1.7 $\mu\text{g/L}$ ~4.2 $\mu\text{g/L}$ 、12 $\mu\text{g/L}$ ~39 $\mu\text{g/L}$ 、66 $\mu\text{g/L}$ ~187 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为：1.7 $\mu\text{g/L}$ ~5.3 $\mu\text{g/L}$ 、28 $\mu\text{g/L}$ ~68 $\mu\text{g/L}$ 、90 $\mu\text{g/L}$ ~300 $\mu\text{g/L}$ 。精密度汇总数据参见附录 D 中表 D.1。

10.2 正确度

6 家实验室对 56 种挥发性有机物的加标浓度为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 的地表水样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 89.8%~114%、91.7%~105%。

6 家实验室对 56 种挥发性有机物的加标浓度为 50.0 $\mu\text{g/L}$ 、200 $\mu\text{g/L}$ 的工业废水样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 82.8%~112%、91.0%~105%。

1 家实验室对 56 种挥发性有机物的加标浓度为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 的生活污水样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 88.3%~111%、77.0%~114%；加标回收率平均值分别为 110%、99.2%。

1 家实验室对 56 种挥发性有机物的加标浓度为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 的海水样品进行了 6 次重复测定：加标回收率范围分别为 108%~126%、94.4%~116%；加标回收率平均值分别为 116%、107%。正确度汇总数据参见附录 D 中表 D.2 和表 D.3。

11 质量保证和质量控制

11.1 每测定 20 个样品或每批次 (≤ 20 个样品) 应分析 1 个空白样品 (7.2)，空白样品中目标化合物浓度应小于方法测定下限。

注：若未满足以上条件，则空白样品中目标化合物浓度应小于标准限值的 10%，否则应采取措施排除污染并重新分析同批样品。

11.2 校准核查和样品测试时，内标与校准曲线中间点内标的保留时间变化不超过 10 s，定量离子峰面积变化在 60%~140%之间。

11.3 定量分析前，用预制校准曲线的中间点浓度样品进行校准核查，目标组分测定结果的相对误差应在 $\pm 30\%$ 以内；连续测定时，每 12 h 分析一次校准曲线中间浓度点，其测定结果与标准值间的相对误差应在 $\pm 30\%$ 以内。否则，应重新绘制校准曲线。

12 废物处置

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

13 注意事项

- 13.1 突发环境事件应急监测时，现场人员应采取必要的防护措施，保障人身安全。
- 13.2 现场分析应避免其他挥发性有机物干扰。
- 13.3 在采集不同样品时，注意清洗或更换采样工具，以防止交叉污染。
- 13.4 当分析 1 个高含量样品后，应至少分析 1 个空白样品检查系统残留。如发生系统残留，应采取烘烤仪器管线等相应措施，确认不存在系统残留后再继续进行测试。



附录 A

(规范性附录)

目标化合物方法检出限和测定下限

当顶空进样瓶（5.6）中样品体积为 10.0 ml、气体进样体积为 8 ml、不分流进样，或顶空进样瓶（5.6）中样品体积为 20.0 ml、气体进样体积为 100 ml、分流比为 40:1，在全扫描模式下，按出峰顺序给出了目标化合物的中英文名称、方法检出限及测定下限，见表 A.1。

表 A.1 目标化合物方法检出限和测定下限

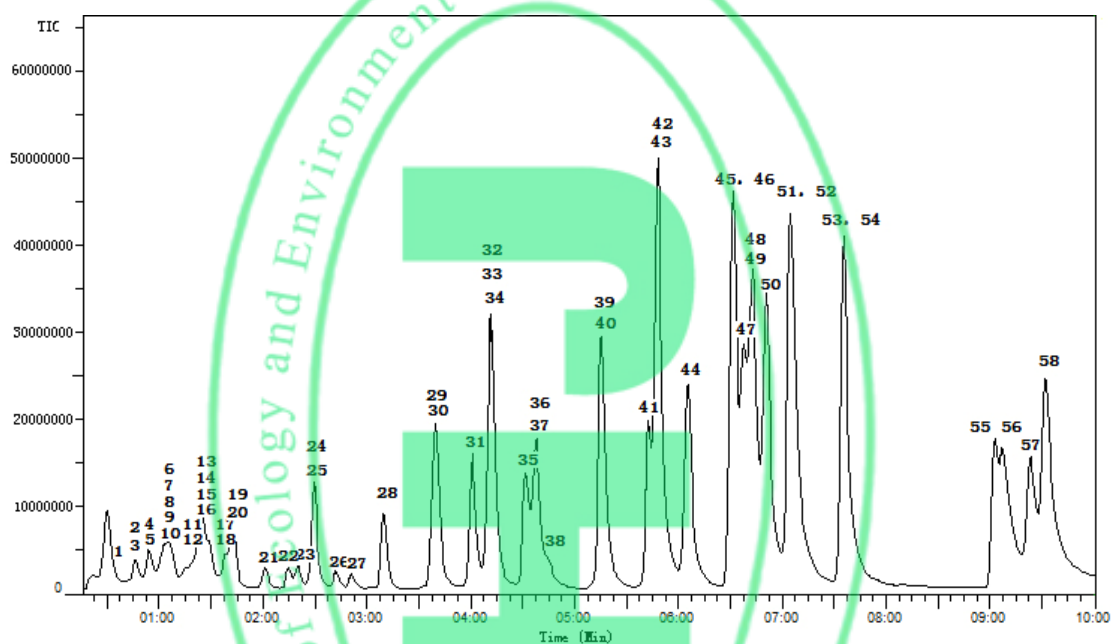
序号	中文名称	英文名称	CAS No.	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
1	氯乙烯	Vinyl chloride	75-01-4	3	12
2	1,1-二氯乙烯	1,1-Dichloroethene	75-35-4	2	8
3	二氯甲烷	Methylene chloride	75-09-2	2	8
4	反-1,2-二氯乙烯	<i>trans</i> -1,2-Dichloroethene	156-60-5	2	8
5	1,1-二氯乙烷	1,1-Dichloroethane	75-34-3	1	4
6	氯丁二烯	2-Chloro-1,3-butadiene	126-99-8	1	4
7	顺-1,2-二氯乙烯	<i>cis</i> -1,2-Dichloroethene	156-59-2	2	8
8	溴氯甲烷	Bromochloromethane	74-97-5	1	4
9	氯仿	Chloroform	67-66-3	1	4
10	2,2-二氯丙烷	2,2-Dichloropropane	594-20-7	2	8
11	1,2-二氯乙烷	1,2-Dichloroethane	107-06-2	1	4
12	1,1,1-三氯乙烷	1,1,1-Trichloroethane	71-55-6	1	4
13	1,1-二氯丙烯	1,1-Dichloropropene	563-58-6	1	4
14	苯	Benzene	71-43-2	1	4
15	四氯化碳	Carbon tetrachloride	56-23-5	1	4
16	二溴甲烷	Dibromomethane	74-95-3	1	4
17	1,2-二氯丙烷	1,2-Dichloropropane	78-87-5	2	8
18	一溴二氯甲烷	Bromodichloromethane	75-27-4	2	8
19	三氯乙烯	Trichloroethylene	79-01-6	1	4
20	顺-1,3-二氯丙烯	<i>cis</i> -1,3-Dichloropropene	10061-01-5	2	8
21	反-1,3-二氯丙烯	<i>trans</i> -1,3-Dichloropropene	10061-02-6	3	12
22	1,1,2-三氯乙烷	1,1,2-Trichloroethane	79-00-5	2	8
23	甲苯	Toluene	108-88-3	1	4
24	1,3-二氯丙烷	1,3-Dichloropropane	142-28-9	2	8
25	二溴氯甲烷	Dibromochloromethane	124-48-1	2	8
26	1,2-二溴乙烷	1,2-Dibromoethane	106-93-4	2	8
27	四氯乙烯	Tetrachloroethylene	127-18-4	1	4
28	1,1,1,2-四氯乙烷	1,1,1,2-Tetrachloroethane	630-20-6	1	4
29	氯苯	Chlorobenzene	108-90-7	1	4
30	乙苯	Ethylbenzene	100-41-4	1	4

续表

序号	中文名称	英文名称	CAS No.	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
31 32	间-二甲苯 对-二甲苯	<i>m</i> -Xylene <i>p</i> -Xylene	108-38-3 106-42-3	2	8
33	溴仿	Bromoform	75-25-2	1	4
34	苯乙烯	Styrene	100-42-5	1	4
35	邻-二甲苯	<i>o</i> -Xylene	95-47-6	1	4
36	1,1,2,2-四氯乙烷	1,1,2,2-Tetrachloroethane	79-34-5	1	4
37	1,2,3-三氯丙烷	1,2,3-Trichloropropane	96-18-4	2	8
38	异丙苯	Isopropylbenzene	98-82-8	2	8
39	溴苯	Bromobenzene	108-86-1	1	4
40	2-氯甲苯	2-Chlorotoluene	95-49-8	2	8
41	4-氯甲苯	4-Chlorotoluene	106-43-4	2	8
42	正丙苯	<i>n</i> -Propylbenzene	103-65-1	2	8
43	1,3,5-三甲基苯	1,3,5-Trimethylbenzene	108-67-8	1	4
44	叔丁基苯	<i>tert</i> -Butylbenzene	98-06-6	2	8
45	1,2,4-三甲基苯	1,2,4-trimethylbenzene	95-63-6	1	4
46	1,3-二氯苯	1,3-Dichlorobenzene	541-73-1	1	4
47	1,4-二氯苯	1,4-Dichlorobenzene	106-46-7	2	8
48	仲丁基苯	<i>sec</i> -Butylbenzene	135-98-8	2	8
49	4-异丙基甲苯	<i>p</i> -Isopropyltoluene	99-87-6	2	8
50	1,2-二氯苯	1,2-Dichlorobenzene	95-50-1	1	4
51	正丁基苯	<i>n</i> -Butylbenzene	104-51-8	2	8
52	1,2-二溴-3-氯丙烷	1,2-Dibromo-3-chloropropane	96-12-8	3	12
53	1,2,4-三氯苯	1,2,4-Trichlorobenzene	120-82-1	1	4
54	萘	Naphthalene	91-20-3	2	8
55	1,2,3-三氯苯	1,2,3-Trichlorobenzene	87-61-6	2	8
56	六氯丁二烯	Hexachlorobutadiene	87-68-3	2	8

附录 B
(资料性附录)
目标化合物的总离子色谱图

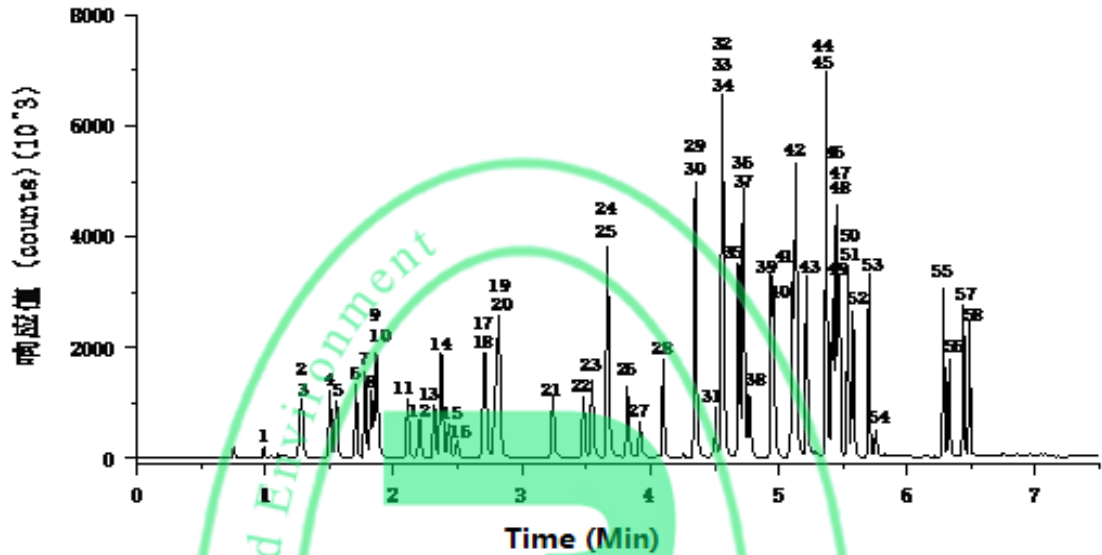
用 15 m×0.25 mm×1.0 μm, 固定相为 100% 二甲基聚硅氧烷毛细管柱分析, 全扫描模式总离子色谱图见图 B.1。



1—氯乙烯; 2—1,1-二氯乙烯; 3—二氯甲烷; 4—反-1,2-二氯乙烯; 5—1,1-二氯乙烷; 6—氯丁二烯; 7—顺-1,2-二氯乙烯; 8—溴氯甲烷; 9—氯仿; 10—2,2-二氯丙烷; 11—1,2-二氯乙烷; 12—1,1,1-三氯乙烷; 13—1,1-二氯丙烯; 14—苯; 15—四氯化碳; 16—氟苯(内标1); 17—二溴甲烷; 18—1,2-二氯丙烷; 19—一溴二氯甲烷; 20—三氯乙烯; 21—顺-1,3-二氯丙烯; 22—反-1,3-二氯丙烯; 23—1,1,2-三氯乙烷; 24—甲苯; 25—1,3-二氯丙烷; 26—二溴氯甲烷; 27—1,2-二溴乙烷; 28—四氯乙烯; 29—1,1,1,2-四氯乙烷; 30—氯苯; 31—乙苯; 32/33—间-二甲苯/对-二甲苯; 34—溴仿; 35—苯乙烯; 36—邻-二甲苯; 37—1,1,1,2-四氯乙烷; 38—1,2,3-三氯丙烷; 39—异丙苯; 40—溴苯; 41—2-氯甲苯; 42—4-氯甲苯; 43—正丙苯; 44—1,3,5-三甲基苯; 45—叔丁基苯; 46—1,2,4-三甲基苯; 47—1,3-二氯苯; 48—1,4-二氯苯-*d*₄(内标2); 49—1,4-二氯苯; 50—仲丁基苯; 51—4-异丙基甲苯; 52—1,2-二氯苯; 53—正丁基苯; 54—1,2-二溴-3-氯丙烷; 55—1,2,4-三氯苯; 56—萘; 57—1,2,3-三氯苯; 58—六氯丁二烯。

图 B.1 20 μg/L 目标化合物的总离子色谱图

用 10 m×0.1 mm×0.4 μm，固定相为 100%二甲基聚硅氧烷毛细管柱分析，全扫描模式总离子色谱图见 B.2 图。



- 1—氯乙烯；2—1,1-二氯乙烯；3—二氯甲烷；4—反式-1,2-二氯乙烯；5—1,1-二氯乙烷；6—氯丁二烯；7—顺式-1,2-二氯乙烯；8—溴氯甲烷；9—氯仿；10—2,2-二氯丙烷；11—1,2-二氯乙烷；12—1,1,1-三氯乙烷；13—1,1-二氯丙烯；14—苯；15—四氯化碳；16—氟苯（内标 1）；17—二溴甲烷；18—1,2-二氯丙烷；19—一溴二氯甲烷；20—三氯乙烯；21—顺式-1,3-二氯丙烯；22—反式-1,3-二氯丙烯；23—1,1,2-三氯乙烷；24—甲苯；25—1,3-二氯丙烷；26—二溴氯甲烷；27—1,2-二溴乙烷；28—四氯乙烯；29—1,1,1,2-四氯乙烷；30—氯苯；31—乙苯；32/33—间-二甲苯/对-二甲苯；34—溴仿；35—苯乙烯；36—邻-二甲苯；37—1,1,2,2-四氯乙烷；38—1,2,3-三氯丙烷；39—异丙苯；40—溴苯；41—2-氯甲苯；42—4-氯甲苯；43—正丙苯；44—1,3,5-三甲基苯；45—叔丁基苯；46—1,2,4-三甲基苯；47—3-二氯苯；48—1,4-二氯苯；49—仲丁基苯；50—4-异丙基甲苯；51—1,2-二氯苯-*d*₄（内标 2）；52—1,2-二氯苯；53—正丁基苯；54—1,2-二溴-3-氯丙烷；55—1,2,4-三氯苯；56—萘；57—1,2,3-三氯苯；58—六氯丁二烯。

图 B.2 20 μg/L 目标化合物的总离子色谱图

附 录 C
(资料性附录)
目标化合物的定量离子、辅助离子

表 C.1 给出了目标化合物的出峰顺序、定量离子、辅助离子和定量计算对应的内标物名称等。

表 C.1 目标化合物的定量离子、辅助离子

序号	化合物名称	定量离子 (m/z)	辅助离子 (m/z)	对应的定量内标物名称
1	氯乙烯	62	64	内标1
2	1,1-二氯乙烯	61	96, 63	内标1
3	二氯甲烷	84	86, 49	内标1
4	反-1,2-二氯乙烯	61	96, 98	内标1
5	1,1-二氯乙烷	63	65, 83	内标1
6	氯丁二烯	53	88	内标1
7	顺-1,2-二氯乙烯	96	61, 98	内标1
8	溴氯甲烷	128	49, 130	内标1
9	氯仿	83	85, 47	内标1
10	2,2-二氯丙烷	77	41, 97	内标1
11	1,2-二氯乙烷	62	64, 98	内标1
12	1,1,1-三氯乙烷	97	99, 61	内标1
13	1,1-二氯丙烯	75	110, 77	内标1
14	苯	78	77, 51	内标1
15	四氯化碳	117	119, 121	内标1
16	二溴甲烷	93	95, 174	内标1
17	1,2-二氯丙烷	63	41, 112	内标1
18	一溴二氯甲烷	83	85, 127	内标1
19	三氯乙烯	95	130, 132	内标1
20	顺-1,3-二氯丙烯	75	77,	内标1
21	反-1,3-二氯丙烯	75	77	内标1
22	1,1,2-三氯乙烷	83	97, 85	内标1
23	甲苯	91	92	内标1
24	1,3-二氯丙烷	76	41, 78	内标1
25	二溴氯甲烷	129	127, 131	内标1
26	1,2-二溴乙烷	107	109, 188	内标1
27	四氯乙烯	166	168, 129	内标2
28	1,1,1,2-四氯乙烷	131	133, 119	内标2
29	氯苯	112	77, 114	内标2
30	乙苯	91	106	内标2
31	间-二甲苯	106	91	内标2
32	对-二甲苯			
33	溴仿	173	175, 254	内标2

续表

序号	目标化合物中文名称	定量离子 (m/z)	辅助离子 (m/z)	对应的定量内标物名称
34	苯乙烯	104	78, 103	内标2
35	邻-二甲苯	106	91	内标2
36	1,1,2,2-四氯乙烷	83	131, 85	内标2
37	1,2,3-三氯丙烷	75	110, 77	内标2
38	异丙苯	105	120	内标2
39	溴苯	156	77, 158	内标2
40	2-氯甲苯	91	126	内标2
41	4-氯甲苯	91	126	内标2
42	正丙苯	91	120	内标2
43	1,3,5-三甲基苯	105	120	内标2
44	叔丁基苯	119	91, 134	内标2
45	1,2,4-三甲基苯	105	120	内标2
46	1,3-二氯苯	146	111, 148	内标2
47	1,4-二氯苯	146	111, 148	内标2
48	仲丁基苯	105	134	内标2
49	4-异丙基甲苯	119	134, 91	内标2
50	1,2-二氯苯	146	111, 148	内标2
51	正丁基苯	91	92, 134	内标2
52	1,2-二溴-3-氯丙烷	157	75, 155	内标2
53	1,2,4-三氯苯	180	182, 145	内标2
54	萘	128	—	内标2
55	1,2,3-三氯苯	180	182, 145	内标2
56	六氯丁二烯	225	223, 227	内标2

注：内标1为氟苯；内标2为1,4-二氯苯- d_4 。

附 录 D
(资料性附录)
方法准确度

表 D.1 中给出了方法的重复性、再现性等精密度指标。

表 D.1 方法的精密度

序号	化合物	总平均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
1	氯乙烯	10	2.5~13	15	2.8	4.8
		101	4.6~18	8.2	32	37
		444	2.3~24	9.0	152	178
2	1,1-二氯乙烯	10	6.0~14	8.3	2.2	3.1
		97	2.6~16	10	23	35
		426	3.2~13	12	111	170
3	二氯甲烷	10	3.9~22	5.1	3.4	3.4
		95	2.4~13	13	25	40
		461	6.8~22	8.4	177	194
4	反-1,2-二氯乙烯	10	6.9~13	6.5	2.5	2.8
		96	1.6~14	7.4	22	28
		449	1.1~12	4.7	94	103
5	1,1-二氯乙烷	10	2.2~19	4.3	2.5	2.5
		102	3.9~14	13	27	46
		440	2.6~12	8.8	102	143
6	氯丁二烯	10	6.4~22	8.3	3.1	3.6
		98	2.7~15	8.5	25	33
		431	3.1~18	11	119	169
7	顺-1,2-二氯乙烯	10	3.4~11	6.3	2.0	2.5
		98	3.3~5.3	13	12	37
		461	3.3~16	6.4	120	137
8	溴氯甲烷	11	6.6~14	6.9	3.1	3.4
		99	4.3~15	14	26	46
		454	6.7~18	6.5	156	165
9	氯仿	10	3.0~10	6.1	2.0	2.2
		93	2.2~12	12	21	37
		459	3.5~10	6.3	102	123
10	2,2-二氯丙烷	10	4.1~16	5.1	2.2	2.5
		93	3.3~24	6.1	35	36
		429	2.8~20	11	146	185

续表

序号	化合物	总平均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
11	1,2-二氯乙烷	11	4.0~24	4.0	3.6	3.9
		99	4.7~14	11	29	40
		479	3.5~15	7.1	117	143
12	1,1,1-三氯乙烷	10	3.1~8.1	4.0	2.0	2.2
		96	2.8~16	10	28	38
		425	2.9~9.9	14	74	177
13	1,1-二氯丙烯	10	3.1~10	3.1	1.7	1.7
		99	2.7~15	6.8	26	30
		436	3.1~17	12	101	176
14	苯	10	1.8~14	5.0	2.2	2.5
		99	1.3~14	10	20	33
		465	1.6~11	4.9	76	95
15	四氯化碳	99	4.3~16	7.1	2.5	2.8
		97	1.8~20	7.1	34	37
		429	3.0~19	15	138	223
16	二溴甲烷	11	5.6~21	5.9	3.6	3.6
		96	3.2~14	13	32	46
		466	4.5~14	5.2	125	133
17	1,2-二氯丙烷	10	3.2~12	8.0	2.0	3.1
		97	3.5~12	11	27	39
		462	4.6~14	7.7	126	152
18	一溴二氯甲烷	11	2.8~10	5.0	2.0	2.2
		96	1.3~13	13	27	44
		449	6.1~14	12	112	181
19	三氯乙烯	10	3.1~20	3.1	2.8	2.8
		100	1.9~7.9	12	17	36
		451	1.8~16	6.2	108	125
20	顺-1,3-二氯丙烯	10	3.0~15	5.1	2.2	2.5
		95	3.4~13	14	22	43
		471	2.8~13	8.8	109	153
21	反-1,3-二氯丙烯	10	4.3~23	5.1	3.9	3.9
		96	6.6~15	14	30	48
		471	3.7~16	7.9	128	157
22	1,1,2-三氯乙烷	10	5.8~15	6.0	3.1	3.4
		99	5.6~11	14	25	44
		461	4.2~17	9.3	138	174
23	甲苯	10	3.2~19	7.6	2.5	3.1
		91	2.4~13	13	20	37
		461	2.3~13	7.8	95	132
24	1,3-二氯丙烷	10	6.0~14	9.3	2.8	3.6
		96	6.0~19	14	36	50
		475	3.1~16	6.7	127	146

续表

序号	化合物	总平均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
25	二溴氯甲烷	10	7.1~22	6.2	3.1	3.4
		100	4.8~11	18	24	55
		457	2.4~11	10	104	160
26	1,2-二溴乙烷	10	6.7~22	6.2	3.6	3.6
		98	1.5~11	18	21	53
		466	4.6~13	10	119	173
27	四氯乙烯	11	3.7~14	6.8	2.8	3.1
		96	2.5~13	19	23	56
		446	3.6~10	13	95	185
28	1,1,1,2-四氯乙烷	11	4.5~16	13	2.8	4.5
		96	3.6~14	23	31	68
		482	2.4~12	12	97	187
29	氯苯	10	3.0~9.1	2.0	2.0	2.0
		97	1.3~12	15	23	46
		477	2.5~14	13	103	192
30	乙苯	10	2.2~15	5.2	2.5	2.5
		94	4.5~15	12	27	40
		465	3.2~17	12	130	199
31 32	间-二甲苯 对-二甲苯	19	2.8~13	6.9	4.2	5.3
		190	2.3~9.0	7.8	39	55
		937	4.6~8.6	9.4	187	300
33	溴仿	11	8.3~15	13	3.4	4.8
		98	3.5~15	17	33	56
		491	3.9~10	12	111	189
34	苯乙烯	10	3.2~8.8	5.4	1.7	2.0
		97	3.1~12	8.5	23	31
		483	3.3~6.5	8.9	70	136
35	邻-二甲苯	10	3.3~13	10	2.5	3.6
		95	3.5~11	10	22	34
		468	4.2~8.1	10	86	157
36	1,1,2,2-四氯乙烷	10	4.6~16	5.3	3.1	3.1
		99	1.8~20	12	36	47
		482	3.7~11	8.8	88	144
37	1,2,3-三氯丙烷	10	6.0~16	2.0	3.4	3.6
		98	5.6~15	13	32	45
		496	3.5~9.9	11	106	181
38	异丙苯	10	3.3~16	11	2.5	3.6
		95	3.2~9.2	8.4	21	29
		453	4.2~11	13	104	188
39	溴苯	10	3.1~11	11	2.0	3.4
		95	1.9~9.4	11	16	33
		469	4.5~8.0	12	81	174

续表

序号	化合物	总平均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
40	2-氯甲苯	10	3.5~11	7.7	2.2	2.8
		95	4.2~7.6	9.9	16	30
		466	5.3~17	12	134	194
41	4-氯甲苯	10	5.7~14	8.8	2.5	3.1
		95	3.8~12	8.4	23	30
		456	6.7~13	11	119	174
42	正丙苯	10	5.9~15	8.4	2.8	3.4
		92	6.1~12	11	24	37
		450	5.7~13	15	104	209
43	1,3,5-三甲基苯	9	4.5~15	10	2.5	3.4
		95	3.4~10	11	21	34
		451	4.4~9.7	9.1	92	142
44	叔丁基苯	9	5.4~14	8.9	2.5	3.1
		96	5.5~12	12	25	40
		441	5.2~11	12	102	179
45	1,2,4-三甲基苯	10	4.7~19	8.8	2.8	3.4
		97	4.0~9.5	11	20	36
		454	4.1~12	8.2	92	134
46	1,3-二氯苯	10	2.3~20	8.2	2.8	3.4
		99	2.8~12	13	20	41
		437	3.1~9.0	6.8	76	108
47	1,4-二氯苯	10	4.3~11	9.2	2.0	3.1
		97	2.6~14	13	23	42
		464	3.4~7.4	6.2	80	108
48	仲丁基苯	10	3.4~20	15	2.8	4.8
		95	2.3~12	14	23	42
		427	5.4~13	13	106	182
49	4-异丙基甲苯	10	5.6~16	15	2.5	4.5
		96	3.6~10	12	21	38
		432	6.1~13	12	109	174
50	1,2-二氯苯	10	5.3~10	7.3	2.0	2.5
		98	1.1~13	9.4	23	33
		465	1.7~6.9	5.1	66	90
51	正丁基苯	10	4.3~20	13	2.8	4.2
		93	5.2~11	15	22	44
		429	5.5~15	15	138	222
52	1,2-二溴-3-氯丙烷	10	5.3~26	6.3	4.2	4.2
		100	3.2~18	14	24	46
		485	5.2~15	9.2	127	171
53	1,2,4-三氯苯	10	3.1~14	9.7	2.2	3.4
		96	3.2~14	16	25	48
		457	1.2~7.9	7.0	76	113

续表

序号	化合物	总平均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
54	萘	10	4.8~21	12	3.6	4.5
		97	5.0~15	15	24	46
		470	3.0~8.3	6.8	76	113
55	1,2,3-三氯苯	10	3.3~15	11	2.2	3.4
		97	4.2~18	14	32	48
		459	2.2~10	6.2	100	121
56	六氯丁二烯	10	3.0~18	5.2	3.1	3.1
		92	6.5~14	15	28	46
		419	6.7~11	17	100	219



表 D.2 给出了 6 家实验室测定地表水和工业废水时，方法的平均加标回收率。

表 D.2 方法的正确度

序号	化合物	样品类型	加标浓度 (µg/L)	\bar{P} (%)
1	氯乙烯	地表水	10.0	92.9
		地表水	100	91.9
		工业废水	50.0	82.8
		工业废水	200	91.0
2	1,1-二氯乙烯	地表水	10.0	91.5
		地表水	100	97.6
		工业废水	50.0	100
		工业废水	200	97.6
3	二氯甲烷	地表水	10.0	100
		地表水	100	101
		工业废水	50.0	90.4
		工业废水	200	101
4	反-1,2-二氯乙烯	地表水	10.0	95.6
		地表水	100	102
		工业废水	50.0	102
		工业废水	200	102
5	1,1-二氯乙烷	地表水	10.0	99.5
		地表水	100	102
		工业废水	50.0	97.9
		工业废水	200	102
6	氯丁二烯	地表水	10.0	91.5
		地表水	100	99.1
		工业废水	50.0	101
		工业废水	200	99.1
7	顺-1,2-二氯乙烯	地表水	10.0	99.2
		地表水	100	99.8
		工业废水	50.0	98.5
		工业废水	200	99.8
8	溴氯甲烷	地表水	10.0	97.2
		地表水	100	102
		工业废水	50.0	90.9
		工业废水	200	102
9	氯仿	地表水	10.0	96.2
		地表水	100	97.5
		工业废水	50.0	97.3
		工业废水	200	97.5
10	2,2-二氯丙烷	地表水	10.0	97.6
		地表水	100	96.1
		工业废水	50.0	101
		工业废水	200	96.1

续表

序号	化合物	样品类型	加标浓度 (μg/L)	\bar{P} (%)
11	1,2-二氯乙烷	地表水	10.0	101
		地表水	100	104
		工业废水	50.0	102
		工业废水	200	104
12	1,1,1-三氯乙烷	地表水	10.0	98.1
		地表水	100	94.6
		工业废水	50.0	96.8
		工业废水	200	94.6
13	1,1-二氯丙烯	地表水	10.0	92.3
		地表水	100	93.4
		工业废水	50.0	96.8
		工业废水	200	93.4
14	苯	地表水	10.0	99.0
		地表水	100	100
		工业废水	50.0	100
		工业废水	200	100
15	四氯化碳	地表水	10.0	96.2
		地表水	100	96.8
		工业废水	50.0	97.0
		工业废水	200	96.8
16	二溴甲烷	地表水	10.0	102
		地表水	100	102
		工业废水	50.0	100
		工业废水	200	102
17	1,2-二氯丙烷	地表水	10.0	89.8
		地表水	100	100
		工业废水	50.0	101
		工业废水	200	98.6
18	一溴二氯甲烷	地表水	10.0	100
		地表水	100	98.5
		工业废水	50.0	98.3
		工业废水	200	98.5
19	三氯乙烯	地表水	10.0	102
		地表水	100	102
		工业废水	50.0	112
		工业废水	200	102
20	顺-1,3-二氯丙烯	地表水	10.0	101
		地表水	100	104
		工业废水	50.0	96.9
		工业废水	200	104

续表

序号	化合物	样品类型	加标浓度 (μg/L)	\bar{P} (%)
21	反-1,3-二氯丙烯	地表水	10.0	99.8
		地表水	100	104
		工业废水	50.0	102
		工业废水	200	104
22	1,1,2-三氯乙烷	地表水	10.0	102
		地表水	100	100
		工业废水	50.0	99.1
		工业废水	200	100
23	甲苯	地表水	10.0	96.5
		地表水	100	99.3
		工业废水	50.0	103
		工业废水	200	99.3
24	1,3-二氯丙烷	地表水	10.0	102
		地表水	100	104
		工业废水	50.0	103
		工业废水	200	104
25	二溴氯甲烷	地表水	10.0	99.9
		地表水	100	101
		工业废水	50.0	99.2
		工业废水	200	101
26	1,2-二溴乙烷	地表水	10.0	101
		地表水	100	101
		工业废水	50.0	98.4
		工业废水	200	101
27	四氯乙烯	地表水	10.0	107
		地表水	100	96.8
		工业废水	50.0	103
		工业废水	200	96.8
28	1,1,1,2-四氯乙烷	地表水	10.0	114
		地表水	100	105
		工业废水	50.0	106
		工业废水	200	105
29	氯苯	地表水	10.0	108
		地表水	100	103
		工业废水	50.0	107
		工业废水	200	103
30	乙苯	地表水	10.0	102
		地表水	100	99.4
		工业废水	50.0	109
		工业废水	200	99.4

续表

序号	化合物	样品类型	加标浓度 (μg/L)	\bar{P} (%)
31 32	间-二甲苯 对-二甲苯	地表水	10.0	98.6
		地表水	100	99.5
		工业废水	50.0	105
		工业废水	200	99.5
33	溴仿	地表水	10.0	109
		地表水	100	103
		工业废水	50.0	101
		工业废水	200	103
34	苯乙烯	地表水	10.0	101
		地表水	100	101
		工业废水	50.0	103
		工业废水	200	101
35	邻-二甲苯	地表水	10.0	100
		地表水	100	100
		工业废水	50.0	101
		工业废水	200	100
36	1,1,2,2-四氯乙烷	地表水	10.0	108
		地表水	100	104
		工业废水	50.0	90.1
		工业废水	200	104
37	1,2,3-三氯丙烷	地表水	10.0	110
		地表水	100	105
		工业废水	50.0	101
		工业废水	200	105
38	异丙苯	地表水	10.0	96.4
		地表水	100	96.6
		工业废水	50.0	101
		工业废水	200	96.6
39	溴苯	地表水	10.0	98.1
		地表水	100	99.8
		工业废水	50.0	99.1
		工业废水	200	99.8
40	2-氯甲苯	地表水	10.0	100
		地表水	100	101
		工业废水	50.0	100
		工业废水	200	101
41	4-氯甲苯	地表水	10.0	98.5
		地表水	100	97.9
		工业废水	50.0	101
		工业废水	200	97.9

续表

序号	化合物	样品类型	加标浓度 (μg/L)	\bar{P} (%)
42	正丙苯	地表水	10.0	94.5
		地表水	100	97.2
		工业废水	50.0	99.7
		工业废水	200	97.2
43	1,3,5-三甲基苯	地表水	10.0	95.6
		地表水	100	95.8
		工业废水	50.0	100
		工业废水	200	95.8
44	叔丁基苯	地表水	10.0	96.7
		地表水	100	95.6
		工业废水	50.0	102
		工业废水	200	95.6
45	1,2,4-三甲基苯	地表水	10.0	97.8
		地表水	100	96.6
		工业废水	50.0	99.9
		工业废水	200	96.6
46	1,3-二氯苯	地表水	10.0	99.1
		地表水	100	96.5
		工业废水	50.0	98.9
		工业废水	200	96.5
47	1,4-二氯苯	地表水	10.0	100
		地表水	100	98.7
		工业废水	50.0	101
		工业废水	200	98.7
48	仲丁基苯	地表水	10.0	94.1
		地表水	100	92.8
		工业废水	50.0	100
		工业废水	200	92.8
49	4-异丙基甲苯	地表水	10.0	94.1
		地表水	100	94.1
		工业废水	50.0	104
		工业废水	200	94.1
50	1,2-二氯苯	地表水	10.0	103
		地表水	100	99.9
		工业废水	50.0	100
		工业废水	200	99.9
51	正丁基苯	地表水	10.0	92.1
		地表水	100	95.1
		工业废水	50.0	103
		工业废水	200	95.1

续表

序号	化合物	样品类型	加标浓度 (μg/L)	\bar{P} (%)
52	1,2-二溴-3-氯丙烷	地表水	10.0	101
		地表水	100	98.5
		工业废水	50.0	97.8
		工业废水	200	98.5
53	1,2,4-三氯苯	地表水	10.0	94.0
		地表水	100	96.1
		工业废水	50.0	96.7
		工业废水	200	96.1
54	萘	地表水	10.0	92.1
		地表水	100	95.1
		工业废水	50.0	98.6
		工业废水	200	95.1
55	1,2,3-三氯苯	地表水	10.0	96.5
		地表水	100	100
		工业废水	50.0	100
		工业废水	200	100
56	六氯丁二烯	地表水	10.0	98.1
		地表水	100	91.7
		工业废水	50.0	97.9
		工业废水	200	91.7

表 D.3 给出了 1 家实验室测定生活污水和海水时,方法的加标回收率范围、加标回收率平均值等正确度指标。

表 D.3 方法的正确度

序号	化合物	样品类型	样品浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定浓度 均值($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围 (%)	加标回收率 平均值 (%)
1	氯乙烯	生活污水	ND	10.0	11	99.0~113	108
		生活污水	ND	100	109	94.0~120	109
		海水	ND	10.0	12	109~121	116
		海水	ND	100	109	102~114	109
2	1,1-二氯乙烯	生活污水	ND	10.0	11	98.0~121	106
		生活污水	ND	100	107	99.0~119	107
		海水	ND	10.0	11	109~116	113
		海水	ND	100	108	100~119	108
3	二氯甲烷	生活污水	0.3	10.0	12	103~135	117
		生活污水	0.3	100	111	103~123	111
		海水	ND	10.0	12	117~131	124
		海水	ND	100	112	100~121	112
4	反-1,2-二氯乙烯	生活污水	ND	10.0	10	91.0~112	104
		生活污水	ND	100	107	90.0~123	107
		海水	ND	10.0	11	98.0~118	109
		海水	ND	100	112	103~119	112
5	1,1-二氯乙烷	生活污水	ND	10.0	12	106~128	116
		生活污水	ND	100	109	99.0~121	109
		海水	ND	10.0	12	112~122	117
		海水	ND	100	114	106~122	114
6	氯丁二烯	生活污水	ND	10.0	10	85.0~109	101
		生活污水	ND	100	103	96.0~118	103
		海水	ND	10.0	12	109~128	118
		海水	ND	100	111	108~118	111
7	顺-1,2-二氯乙烯	生活污水	0.2	10.0	12	99.0~133	117
		生活污水	0.2	100	110	103~117	110
		海水	ND	10.0	12	111~129	119
		海水	ND	100	113	107~117	113
8	溴氯甲烷	生活污水	ND	10.0	13	125~135	129
		生活污水	ND	100	108	99.0~119	108
		海水	ND	10.0	12	108~132	120
		海水	ND	100	113	102~129	113
9	氯仿	生活污水	2.8	10.0	14	103~128	116
		生活污水	2.8	100	112	96.0~118	109
		海水	ND	10.0	13	109~137	125
		海水	ND	100	111	101~119	111

续表

序号	化合物	样品类型	样品浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定浓度 均值($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围 (%)	加标回收率 平均值 (%)
10	2,2-二氯丙烷	生活污水	ND	10.0	11	101~121	111
		生活污水	ND	100	109	100~117	109
		海水	ND	10.0	11	107~121	113
		海水	ND	100	116	108~123	116
11	1,2-二氯乙烷	生活污水	0.3	10.0	13	114~134	127
		生活污水	0.3	100	108	99.0~122	108
		海水	0.3	10.0	12	109~131	118
		海水	0.3	100	114	101~119	114
12	1,1,1-三氯乙烷	生活污水	ND	10.0	12	106~125	116
		生活污水	ND	100	109	103~119	109
		海水	ND	10.0	12	107~125	118
		海水	ND	100	114	105~121	114
13	1,1-二氯丙烯	生活污水	ND	10.0	10	95.0~112	103
		生活污水	ND	100	99	88.0~103	98.9
		海水	ND	10.0	11	109~118	113
		海水	ND	100	111	101~120	111
14	苯	生活污水	ND	10.0	11	105~112	108
		生活污水	ND	100	104	100~108	104
		海水	ND	10.0	11	108~121	114
		海水	ND	100	107	96.0~117	107
15	四氯化碳	生活污水	ND	10.0	11	105~119	111
		生活污水	ND	100	106	101~110	106
		海水	ND	10.0	12	113~125	120
		海水	ND	100	109	100~119	109
16	二溴甲烷	生活污水	ND	10.0	12	109~130	122
		生活污水	ND	100	104	94.0~110	104
		海水	ND	10.0	12	99.0~131	119
		海水	ND	100	111	99.0~122	111
17	1,2-二氯丙烷	生活污水	2.7	10.0	12	80.0~111	96.0
		生活污水	2.7	100	105	96.0~108	102
		海水	ND	10.0	12	112~124	117
		海水	ND	100	112	101~124	112
18	一溴二氯甲烷	生活污水	ND	10.0	12	115~133	124
		生活污水	ND	100	107	99.0~114	107
		海水	ND	10.0	12	101~131	118
		海水	ND	100	107	89.0~120	107
19	三氯乙烯	生活污水	ND	10.0	12	105~131	118
		生活污水	ND	100	110	99.0~122	110
		海水	ND	10.0	11	105~129	114
		海水	ND	100	110	100~119	110

续表

序号	化合物	样品类型	样品浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定浓度 均值($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围 (%)	加标回收率 平均值 (%)
20	顺-1,3-二氯丙烯	生活污水	ND	10.0	12	110~122	116
		生活污水	ND	100	108	99.0~126	108
		海水	ND	10.0	12	117~124	118
		海水	ND	100	115	103~124	115
21	反-1,3-二氯丙烯	生活污水	ND	10.0	12	103~121	115
		生活污水	ND	100	103	96.0~109	103
		海水	ND	10.0	11	98.0~123	114
		海水	ND	100	111	99.0~130	111
22	1,1,2-三氯乙烷	生活污水	ND	10.0	12	108~124	116
		生活污水	ND	100	100	88.0~126	100
		海水	ND	10.0	13	124~130	126
		海水	ND	100	106	90.0~119	106
23	甲苯	生活污水	ND	10.0	10	89.0~110	104
		生活污水	ND	100	101	89.0~110	101
		海水	ND	10.0	12	108~123	116
		海水	ND	100	104	99.0~111	104
24	1,3-二氯丙烷	生活污水	ND	10.0	12	103~128	118
		生活污水	ND	100	100	92.0~109	99.5
		海水	ND	10.0	12	103~121	115
		海水	ND	100	109	97.0~120	109
25	二溴氯甲烷	生活污水	ND	10.0	12	108~128	115
		生活污水	ND	100	103	93.0~117	103
		海水	ND	10.0	11	101~128	114
		海水	ND	100	111	107~120	111
26	1,2-二溴乙烷	生活污水	ND	10.0	12	103~125	119
		生活污水	ND	100	101	94.0~108	101
		海水	ND	10.0	12	109~131	118
		海水	ND	100	112	108~122	112
27	四氯乙烯	生活污水	ND	10.0	11	100~126	113
		生活污水	ND	100	99	90.0~108	98.9
		海水	ND	10.0	12	109~127	120
		海水	ND	100	111	100~125	111
28	1,1,1,2-四氯乙烷	生活污水	ND	10.0	12	107~137	122
		生活污水	ND	100	104	99.0~110	104
		海水	ND	10.0	12	112~127	122
		海水	ND	100	110	99.0~120	110
29	氯苯	生活污水	ND	10.0	11	97.0~128	110
		生活污水	ND	100	99	93.0~113	98.7
		海水	ND	10.0	12	107~126	117
		海水	ND	100	113	98.0~119	113

续表

序号	化合物	样品类型	样品浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定浓度 均值($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围 (%)	加标回收率 平均值 (%)
30	乙苯	生活污水	ND	10.0	11	97.0~115	106
		生活污水	ND	100	93	89.0~102	93.2
		海水	ND	10.0	11	105~124	114
		海水	ND	100	108	98.0~119	109
31 32	间-二甲苯 对-二甲苯	生活污水	ND	10.0	20	91.0~106	100
		生活污水	ND	100	187	90.0~96.0	93.5
		海水	ND	10.0	23	109~124	115
		海水	ND	100	208	96.0~112	104
33	溴仿	生活污水	ND	10.0	12	108~131	120
		生活污水	ND	100	92	83.0~99.0	92.4
		海水	ND	10.0	12	116~129	120
		海水	ND	100	99	91.0~108	98.7
34	苯乙烯	生活污水	ND	10.0	9	88.0~98.0	93.0
		生活污水	ND	100	88	80.0~94.0	88.3
		海水	ND	10.0	11	105~124	113
		海水	ND	100	100	86.0~109	99.9
35	邻-二甲苯	生活污水	ND	10.0	10	86.0~117	102
		生活污水	ND	100	94	89.0~100	94.2
		海水	ND	10.0	12	111~121	116
		海水	ND	100	101	99.0~104	101
36	1,1,2,2-四氯乙烷	生活污水	ND	10.0	12	108~122	115
		生活污水	ND	100	92	83.0~99.0	92.4
		海水	ND	10.0	12	112~127	121
		海水	ND	100	102	98.0~109	102
37	1,2,3-三氯丙烷	生活污水	ND	10.0	12	109~138	124
		生活污水	ND	100	92	89.0~104	92.2
		海水	ND	10.0	11	108~119	114
		海水	ND	100	104	91.0~119	104
38	异丙苯	生活污水	ND	10.0	11	99.0~114	108
		生活污水	ND	100	90	78.0~95.0	89.7
		海水	ND	10.0	11	98.0~124	108
		海水	ND	100	106	100~110	106
39	溴苯	生活污水	ND	10.0	10	92.0~119	103
		生活污水	ND	100	97	92.0~102	96.7
		海水	ND	10.0	11	104~123	112
		海水	ND	100	106	99.0~119	106
40	2-氯甲苯	生活污水	ND	10.0	11	103~111	107
		生活污水	ND	100	92	88.0~104	91.6
		海水	ND	10.0	12	104~125	115
		海水	ND	100	101	87.0~109	101

续表

序号	化合物	样品类型	样品浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定浓度 均值($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围 (%)	加标回收率 平均值 (%)
41	4-氯甲苯	生活污水	ND	10.0	11	97.0~119	109
		生活污水	ND	100	93	87.0~106	93.4
		海水	ND	10.0	12	108~124	116
		海水	ND	100	105	101~111	105
42	正丙苯	生活污水	ND	10.0	10	91.0~107	100
		生活污水	ND	100	96	86.0~103	95.5
		海水	ND	10.0	11	106~124	113
		海水	ND	100	106	96.0~110	106
43	1,3,5-三甲基苯	生活污水	ND	10.0	9	79.0~96.0	89.0
		生活污水	ND	100	94	80.0~99.0	93.6
		海水	ND	10.0	11	98.0~125	111
		海水	ND	100	110	103~119	110
44	叔丁基苯	生活污水	ND	10.0	10	89.0~105	96
		生活污水	ND	100	96	85.0~116	95.6
		海水	ND	10.0	11	97.0~128	113
		海水	ND	100	102	98.0~109	102
45	1,2,4-三甲基苯	生活污水	ND	10.0	11	96.0~118	108
		生活污水	ND	100	95	88.0~100	94.9
		海水	ND	10.0	11	98.0~126	114
		海水	ND	100	101	90.0~109	101
46	1,3-二氯苯	生活污水	ND	10.0	11	101~122	110
		生活污水	ND	100	91	79.0~100	91.1
		海水	ND	10.0	12	103~128	116
		海水	ND	100	102	92.0~110	102
47	1,4-二氯苯	生活污水	ND	10.0	11	98.0~125	110
		生活污水	ND	100	92	89.0~98.0	92
		海水	ND	10.0	11	108~121	114
		海水	ND	100	101	97.0~109	101
48	仲丁基苯	生活污水	ND	10.0	10	88.0~105	99.0
		生活污水	ND	100	93	88.0~102	92.5
		海水	ND	10.0	12	101~123	115
		海水	ND	100	98	88.0~109	98.2
49	4-异丙基甲苯	生活污水	ND	10.0	11	95.0~123	108
		生活污水	ND	100	94	89.0~99.0	94.1
		海水	ND	10.0	11	89.0~132	112
		海水	ND	100	99	96.0~103	99.1
50	1,2-二氯苯	生活污水	ND	10.0	12	100~125	118
		生活污水	ND	100	95	92.0~99.0	94.6
		海水	ND	10.0	12	113~134	121
		海水	ND	100	96	93.0~101	96.1

续表

序号	化合物	样品类型	样品浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定浓度 均值($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围 (%)	加标回收率 平均值 (%)
51	正丁基苯	生活污水	ND	10.0	9	89.0~102	93
		生活污水	ND	100	91	87.0~94.0	90.6
		海水	ND	10.0	12	101~127	115
		海水	ND	100	94	89.0~101	94.4
52	1,2-二溴-3-氯 丙烷	生活污水	ND	10.0	12	105~130	117
		生活污水	ND	100	93	88.0~101	93.2
		海水	ND	10.0	12	105~127	116
		海水	ND	100	97	84.0~109	97.4
53	1,2,4-三氯苯	生活污水	ND	10.0	11	99.0~124	110
		生活污水	ND	100	93	79.0~109	92.6
		海水	ND	10.0	11	92.0~128	110
		海水	ND	100	101	93.0~110	101
54	萘	生活污水	ND	10.0	10	95.0~118	103
		生活污水	ND	100	92	75.0~110	92.3
		海水	ND	10.0	11	102~127	114
		海水	ND	100	98	89.0~108	98.3
55	1,2,3-三氯苯	生活污水	ND	10.0	11	99.0~121	113
		生活污水	ND	100	90	80.0~99.0	90.4
		海水	ND	10.0	11	107~128	114
		海水	ND	100	102	95.0~112	102
56	六氯丁二烯	生活污水	ND	10.0	10	95.0~113	103
		生活污水	ND	100	89	83.0~92.0	88.6
		海水	ND	10.0	12	102~121	115
		海水	ND	100	96	92.0~100	96.3

注：ND 表示样品浓度值低于方法检出限。