

HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 639—2012

水质 挥发性有机物的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法

Water quality—Determination of volatile organic compounds
—Purge and trap/gas chromatography-mass spectrometer

2012-12-03 发布

2013-03-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

中华人民共和国环境保护部 公 告

2012 年 第 69 号

为贯彻落实《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范环境监测工作，现批准《水质 挥发性有机物的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法》等三项标准为国家环境保护标准，并予发布。

标准名称、编号如下：

- 一、水质 挥发性有机物的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法（HJ 639—2012）；
- 二、环境噪声监测技术规范 城市声环境常规监测（HJ 640—2012）；
- 三、环境质量报告书编写技术规范（HJ 641—2012）。

以上标准自 2013 年 3 月 1 日起实施，由中国环境出版社出版，标准内容可在环境保护部网站（<http://bz.mep.gov.cn>）查询。

特此公告。

2012 年 12 月 3 日

目 次

前 言.....	iv
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	2
5 试剂和材料.....	2
6 仪器和设备.....	2
7 样品.....	3
8 分析步骤.....	3
9 结果计算与表示.....	6
10 精密度和准确度.....	7
11 质量保证和质量控制.....	7
附录 A（规范性附录） 目标化合物的定量离子、辅助离子、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流色谱图	11
附录 C（资料性附录） 方法精密度和准确度	12

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中挥发性有机物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定海水、地下水、地表水、生活污水和工业废水中挥发性有机物的吹扫捕集/气相色谱-质谱法。

本标准为首次发布。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：青岛市环境监测中心站、环境保护部环境标准研究所、青岛理工大学。

本标准验证单位：国家城市供水水质检测网青岛监测站、青岛经济技术开发区供排水监测站、济南市环境保护监测站、潍坊市环境监测中心站、大连市环境监测中心和鞍山市环境监测中心站。

本标准环境保护部 2012 年 12 月 3 日批准。

本标准自 2013 年 3 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 挥发性有机物的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法

警告：实验中所使用的内标、替代物及标准样品均为易挥发的有毒化合物，其溶液配制应在通风柜中进行，操作时应按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中挥发性有机物的吹扫捕集/气相色谱-质谱法。

本标准适用于海水、地下水、地表水、生活污水和工业废水中 57 种挥发性有机物的测定。若通过验证，本标准也可适用于其他挥发性有机物的测定。

当样品量为 5 ml 时，用全扫描方式测定，目标化合物的方法检出限为 0.6~5.0 µg/L，测定下限为 2.4~20.0 µg/L；用选择离子方式测定，目标化合物的方法检出限为 0.2~2.3 µg/L，测定下限为 0.8~9.2 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。凡是未注明日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分 样品采集、贮存与运输

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 164 地下水环境监测技术规范

HJ 586 水质 游离氯和总氯的测定 *N,N*-二乙基-1,4-苯二胺分光光度法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

内标 internal standards

指样品中不含有，但其物理化学性质与待测目标化合物相似的物质。一般在样品分析之前加入，用于目标化合物的定量。

3.2

替代物 surrogate standards

指样品中不含有，但其物理化学性质与待测目标化合物相似的物质。一般在样品提取或其他前处理之前加入，通过回收率可以评价样品基体、样品处理过程对分析结果的影响。

3.3

基体加标 matrix spike

指在样品中添加了已知量的待测目标化合物，用于评价目标化合物的回收率和样品的基体效应。

3.4

运输空白 trip blank

采样前在实验室将一份空白试剂水放入样品瓶中密封，将其带到采样现场。采样时其瓶盖一直处于密封状态，随样品运回实验室，按与样品相同的分析步骤进行处理和测定，用于检查样品运输过程中是

否受到污染。

3.5

全程序空白 whole program blank

采样前在实验室将一份空白试剂水放入样品瓶中密封,将其带到采样现场。与采样的样品瓶同时开盖和密封,随样品运回实验室,按与样品相同的分析步骤进行处理和测定,用于检查样品采集到分析全过程是否受到污染。

4 方法原理

样品中的挥发性有机物经高纯氦气(或氮气)吹扫后吸附于捕集管中,将捕集管加热并以高纯氦气反吹,被热脱附出来的组分经气相色谱分离后,用质谱仪进行检测。通过与待测目标化合物保留时间和标准质谱图或特征离子相比较进行定性,内标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准的优级纯化学试剂。

5.1 空白试剂水:二次蒸馏水或通过纯水设备制备的水。

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

5.2 甲醇(CH₃OH):使用前需通过检验,确认无目标化合物或目标化合物浓度低于方法检出限。

5.3 盐酸溶液,1+1。

5.4 抗坏血酸(C₆H₈O₆)。

5.5 标准贮备液:ρ=200~2 000 μg/ml。

可直接购买市售有证标准溶液,或用高浓度标准溶液配制。

5.6 标准中间液:ρ=5~25 μg/ml。

用甲醇(5.2)稀释标准贮备液(5.5),保存时间为1个月。

5.7 内标标准溶液:ρ=25 μg/ml。

宜选用氟苯和1,4-二氯苯-d₄作为内标,可直接购买市售有证标准溶液,或用高浓度标准溶液配制。

5.8 替代物标准溶液:ρ=25 μg/ml。

宜选用二溴氟甲烷、甲苯-d₈和4-溴氟苯作为替代物,可直接购买市售有证标准溶液,或用高浓度标准溶液配制。

5.9 4-溴氟苯(BFB)溶液:ρ=25 μg/ml。

可直接购买市售有证标准溶液,也可用高浓度标准溶液配制。

5.10 氦气:纯度≥99.999%。

5.11 氮气:纯度≥99.999%。

注1:以上所有标准溶液均用甲醇(5.2)作为溶剂,在4℃下避光保存或参照制造商的产品说明保存。使用前应恢复至室温、混匀。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱/质谱仪:色谱部分具分流/不分流进样口,可程序升温。质谱部分具70 eV的电子轰击(EI)电离源,每个色谱峰至少有6次扫描,推荐为7~10次扫描;产生的4-溴氟苯的质谱图必须满足表1的要求。具NIST质谱图库、手动/自动调谐、数据采集、定量分析及谱库检索等功能。

6.2 吹扫捕集装置：吹扫装置能直接连接到色谱部分，并能自动启动色谱，应带有 5 ml 的吹扫管。捕集管使用 1/3 Tenax、1/3 硅胶、1/3 活性炭混合吸附剂或其他等效吸附剂，但必须满足相关的质量控制要求。

6.3 毛细管柱：30 m×0.25 mm，1.4 μm 膜厚（6%腈丙苯基/94%二甲基聚硅氧烷固定液），或使用其他等效毛细管柱。

6.4 气密性注射器：5 ml。

6.5 微量注射器：5 μl、10 μl、25 μl、50 μl、250 μl 和 500 μl。

6.6 样品瓶：40 ml 棕色玻璃瓶，具硅橡胶-聚四氟乙烯衬垫螺旋盖。

6.7 棕色玻璃瓶：2 ml，具聚四氟乙烯-硅胶衬垫和实芯螺旋盖。

6.8 容量瓶：A 级，25 ml。

6.9 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品的采集

海水、地下水、地表水和污水的样品采集分别参照 GB 17378.3、HJ/T 164 和 HJ/T 91 的相关规定执行。所有样品均采集平行双样，每批样品应带一个全程序空白和一个运输空白。

采集样品时，应使水样在样品瓶中溢流而不留空间。取样时应尽量避免或减少样品在空气中暴露。

注 2：样品瓶应在采样前用甲醇（5.2）清洗，采样时不需用样品进行荡洗。

7.2 样品的保存

采样前，需要向每个样品瓶中加入抗坏血酸，每 40 ml 样品需加入 25 mg 的抗坏血酸（5.4）。如果水样中总余氯的量超过 5 mg/L，应先按 HJ 586 附录 A 的方法测定总余氯后，再确定抗坏血酸的加入量。在 40 ml 样品瓶中，总余氯每超过 5 mg/L，需多加 25 mg 的抗坏血酸（5.4）。采样时，水样呈中性时向每个样品瓶中加入 0.5 ml 盐酸溶液（5.3），拧紧瓶盖；水样呈碱性时应加入适量盐酸溶液（5.3）使样品 pH≤2。采集完水样后，应在样品瓶上立即贴上标签。

当水样加盐酸溶液后产生大量气泡时，应弃去该样品，重新采集样品。重新采集的样品不应加盐酸溶液，样品标签上应注明未酸化，该样品应在 24 h 内分析。

样品采集后冷藏运输。运回实验室后应立即放入冰箱中，在 4℃ 以下保存，14 d 内分析完毕。样品存放区域应无有机物干扰。

8 分析步骤

8.1 仪器参考条件

8.1.1 吹扫捕集参考条件

吹扫温度：室温或恒温；吹扫流速：40 ml/min；吹扫时间：11 min；干吹扫时间：1 min；预脱附温度：180℃；脱附温度：190℃；脱附时间：2 min；烘烤温度：200℃；烘烤时间：6 min。其余参数参照仪器使用说明书进行设定。

8.1.2 气相色谱参考条件

进样口温度：220℃；进样方式：分流进样（分流比 30：1）；程序升温：35℃（2 min）→5℃/min→120℃→10℃/min→220℃（2 min）；载气：氦气（5.10），流量：1.0 ml/min。

8.1.3 质谱参考条件

离子源：EI源；离子源温度：230℃；离子化能量：70 eV；扫描方式：全扫描或选择离子扫描（SIM）。扫描范围： m/z 35~270 u；溶剂延迟：2.0 min；电子倍增电压：与调谐电压一致；接口温度：280℃。其余参数参照仪器使用说明书进行设定。

8.1.3.1 对于使用全扫描方式，质谱应采集每个目标化合物 $m/z \geq 35$ u 以上的所有离子，但有水或二氧化碳峰存在时，扫描的质量范围可以从 m/z 45 u 开始。

8.1.3.2 对于使用 SIM 方式，每个目标化合物应选择一个定量离子和至少一个辅助离子，如果可能，还要选择一个确认离子（如卤素的同位素），确保定量离子没有受到重叠峰中相同离子的干扰。

8.1.4 分析 BFB 溶液参考条件

8.1.4.1 通过 GC 进样口直接进样

进样方式：手动或自动；进样量：2 μ l；程序升温：100℃（0.1 min） \rightarrow 12℃/min \rightarrow 160℃；其余条件参见 8.1.2~8.1.3。

8.1.4.2 通过吹扫捕集装置进样

分析条件见 8.1.1~8.1.3。

8.2 校准

8.2.1 仪器性能检查

在每天分析之前，GC/MS 系统必须进行仪器性能检查。吸取 2 μ l 的 BFB 溶液（5.9）通过 GC 进样口直接进样或加入到 5 ml 空白试剂水（5.1）中，然后通过吹扫捕集装置进样，用 GC/MS 进行分析。GC/MS 系统得到的 BFB 关键离子丰度应满足表 1 中规定的标准，否则需对质谱仪的一些参数进行调整或清洗离子源。

表 1 4-溴氟苯离子丰度标准

质荷比	离子丰度标准	质荷比	离子丰度标准
95	基峰，100%相对丰度	175	质量 174 的 5%~9%
96	质量 95 的 5%~9%	176	质量 174 的 95%~105%
173	小于质量 174 的 2%	177	质量 176 的 5%~10%
174	大于质量 95 的 50%		

8.2.2 校准曲线的绘制

8.2.2.1 使用全扫描方式：分别移取一定量的标准中间液（5.6）和替代物标准溶液（5.8）快速加到装有空白试剂水（5.1）的容量瓶（6.8）中，并定容至刻度，将容量瓶垂直振摇 3 次，混合均匀，配制目标化合物和替代物的浓度分别为 5.00 μ g/L、20.0 μ g/L、50.0 μ g/L、100 μ g/L、200 μ g/L 的标准系列。然后用 5 ml 的气密性注射器吸取标准溶液 5.0 ml，加入 10.0 μ l 的内标标准溶液（5.7），按照仪器参考条件（8.1），从低浓度到高浓度依次测定，记录标准系列目标化合物和相对应内标的保留时间、定量离子的响应值。

8.2.2.2 使用 SIM 方式：分别移取一定量的标准中间液（5.6）和替代物标准溶液（5.8）快速加到装有空白试剂水（5.1）的容量瓶（6.8）中，并定容至刻度，将容量瓶垂直振摇 3 次，混合均匀，配制目标化合物和替代物的浓度分别为 1.0 μ g/L、4.0 μ g/L、10.0 μ g/L、20.0 μ g/L、40.0 μ g/L 标准系列。然后用 5 ml 的气密性注射器吸取标准溶液 5.0 ml，加入 2.0 μ l 的内标标准溶液（5.7），按照仪器参考条件（8.1），从低浓度到高浓度依次测定，记录标准系列目标化合物和相对应内标的保留时间、定量离子的响应值。

注 3：若使用带自动进样器的吹扫捕集仪，则上述过程可按仪器说明进行操作。

注 4：用空白试剂水配制的标准溶液不稳定，因此需用现配。

注 5：对于极易挥发的目标化合物（如氯乙烯等）应使用气密性注射器进行溶液配制。分别移取一定量的标准中间

液(5.6)和替代物标准溶液(5.8)直接加入装有5 ml空白试剂水(5.1)的气密性注射器(6.4)中,再加入2.0 μl的内标标准溶液(5.7)配成所需的浓度。

注6:吹扫装置在每次开机后和关机前应进行烘烤,确保系统无污染。

在本标准规定的色谱条件下,目标化合物的总离子流色谱图见附录B。

8.2.3 平均相对响应因子的计算方法

标准系列第*i*点中目标化合物的相对响应因子(RRF_{*i*}),按照式(1)进行计算。

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

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_{ISi}——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。

RRF的标准偏差(SD),按照式(3)进行计算。

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RRF_i - \overline{RRF})^2}{n-1}} \quad (3)$$

RRF的相对标准偏差(RSD),按照式(4)进行计算。

$$RSD = \frac{SD}{\overline{RRF}} \cdot 100\% \quad (4)$$

用相对响应因子计算时,标准系列目标化合物相对响应因子(RRF)的相对标准偏差(RSD)应小于等于20%。

8.2.4 用最小二乘法建立校准曲线

以目标化合物和相对应内标的响应值比为纵坐标,浓度比为横坐标,用最小二乘法建立校准曲线。若建立的线性校准曲线的相关系数小于0.990时,也可以采用非线性拟合曲线进行校准,曲线相关系数需大于等于0.990。采用非线性校准曲线时,应至少采用6个浓度点进行校准。

8.3 测定

8.3.1 使用全扫描方式进行测定:将样品瓶恢复至室温后,用气密性注射器吸取5.0 ml样品,向样品中分别加入10.0 μl的内标标准溶液(5.7)和替代物标准溶液(5.8),使样品中内标和替代物浓度均为50 μg/L,将样品快速注入吹扫管中,按照仪器参考条件(8.1),使用8.2.2.1的校准曲线进行测定。有自动进样器的吹扫捕集仪可参照仪器说明进行操作。

8.3.2 使用SIM方式进行测定:将样品瓶恢复至室温后,用气密性注射器吸取5.0 ml样品,向样品中分别加入2.0 μl的内标标准溶液(5.7)和替代物标准溶液(5.8),使样品中内标和替代物浓度均为10 μg/L,将样品快速注入吹扫管中,按照仪器参考条件(8.1),使用8.2.2.2的校准曲线进行测定。有自动进样器的吹扫捕集仪可参照仪器说明进行操作。

注7: SIM方式只适用于含量较低的清洁水或使用全扫描方式灵敏度达不到相应标准要求的样品。

注8: 若样品中的待测物浓度超过曲线最高点时, 则需取适量样品在容量瓶中稀释后立即测定。

注9: 当分析一个高浓度样品后, 应分析一个或多个空白样品检查交叉污染。海水样品分析后应用空白水冲洗吹扫系统, 避免盐分在吹扫管路中的残留和堵塞管路。

8.4 空白试验

用气密性注射器吸取 5.0 ml 空白试剂水, 向空白试剂水中分别加入 10.0 μl 的内标标准溶液 (5.7) 和替代物标准溶液 (5.8), 使空白试剂水中内标和替代物浓度均为 50 $\mu\text{g/L}$ (使用 SIM 方式时, 内标和替代物浓度应为 10 $\mu\text{g/L}$), 将空白试剂水快速注入吹扫管中, 按照仪器参考条件 (8.1) 进行测定。有自动进样器的吹扫捕集仪可参照仪器说明进行操作。

9 结果计算与表示

9.1 目标化合物的定性分析

9.1.1 对于每一个目标化合物, 应使用标准溶液或通过校准曲线经过多次进样建立保留时间窗口, 保留时间窗口为 ± 3 倍的保留时间标准偏差, 样品中目标化合物的保留时间应在保留时间的窗口内。

9.1.2 对于全扫描方式, 目标化合物在标准质谱图中的丰度高于 30% 的所有离子应在样品质谱图中存在, 而且样品质谱图中的相对丰度与标准质谱图中的相对丰度的绝对值偏差应小于 20%。例如, 当一个离子在标准质谱图中的相对丰度为 30%, 则该离子在样品质谱图中的丰度应在 10%~50% 之间。对于某些化合物, 一些特殊的离子如分子离子峰, 如果其相对丰度低于 30%, 也应该作为判别化合物的依据。如果实际样品存在明显的背景干扰, 则在比较时应扣除背景影响。

9.1.3 对于 SIM 方式, 目标化合物的确认离子应在样品中存在。对于落在保留时间窗口中的每一个化合物, 样品中确认离子相对于定量离子的相对丰度与通过最近校准标准获得的相对丰度的绝对值偏差应小于 20%。

9.2 目标化合物的定量分析

目标化合物经定性鉴别后, 根据定量离子的峰面积或峰高, 用内标法计算。当样品中目标化合物的定量离子有干扰时, 允许使用辅助离子定量。具体内标及定量离子见附录 A。

9.2.1 用平均相对响应因子定量

当目标化合物采用平均相对响应因子进行计算时, 样品中目标化合物的质量浓度 ρ_x 按式 (5) 进行计算。

$$\rho_x = \frac{A_x \cdot \rho_{IS} \cdot f}{A_{IS} \cdot \overline{RRF}} \quad (5)$$

式中: ρ_x ——样品中目标化合物的质量浓度, $\mu\text{g/L}$;

A_x ——目标化合物定量离子的响应值;

A_{IS} ——与目标化合物相对应内标定量离子的响应值;

ρ_{IS} ——内标物的质量浓度, $\mu\text{g/L}$;

\overline{RRF} ——目标化合物的平均相对响应因子。

f ——稀释倍数。

9.2.2 用校准曲线定量

目标化合物采用线性或非线性校准曲线进行校准时, 目标化合物质量浓度 ρ_x 通过相应的校准曲线方程进行计算。

9.3 结果表示

9.3.1 当测定结果小于 100 $\mu\text{g/L}$ 时，保留小数点后 1 位有效数字；当测定结果大于等于 100 $\mu\text{g/L}$ 时，保留 3 位有效数字。

9.3.2 使用本标准中规定的毛细管柱时，间二甲苯和对二甲苯的测定结果为两者之和。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

6 家实验室分别对浓度为 5.0 $\mu\text{g/L}$ 和 100 $\mu\text{g/L}$ 的统一样品分别进行了 6 次平行测定，实验室内相对标准偏差分别为：0.4%~20%，0.2%~14%；实验室间相对标准偏差分别为：9.0%~28%，1.1%~14%；重复性限分别为：0.5~1.5 $\mu\text{g/L}$ ，7.6~24.7 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为：1.5~6.3 $\mu\text{g/L}$ ，7.6~40.0 $\mu\text{g/L}$ 。

10.2 准确度

6 家实验室对地表水样品分别加标 5.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 时，平均加标回收率范围分别为：84.7%~108%，91.6%~111%，91.5%~103%。废水样品加标 5.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 时，加标回收率范围分别为：60.0%~129%，61.2%~126%，61.8%~128%。

精密度和准确度结果详见附录 B。

11 质量保证和质量控制

11.1 仪器性能检查

每批样品分析之前或每 24 h 之内，需进行仪器性能检查，得到的 BFB 质谱图离子丰度必须全部符合表 1 中的标准。

11.2 初始校准

校准曲线至少需 5 个浓度系列，目标化合物相对响应因子的 RSD 应小于等于 20%，或者校准曲线相关系数大于等于 0.990。否则应查找原因或重新建立校准曲线。

校准曲线中，以下四种化合物的最小相对响应因子应满足：1,1-二氯乙烷 ≥ 0.10 、溴仿 ≥ 0.10 、氯苯 ≥ 0.30 、1,1,2,2-四氯乙烷 ≥ 0.30 。

11.3 连续校准

每 24 h 分析一次校准曲线中间浓度点，其测定结果与实际浓度值相对偏差应小于等于 20%，否则应查找原因或重新建立校准曲线。

11.4 内标

连续校准时，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 50%~200%之间。

11.5 替代物回收率

所有样品和空白中都需加入替代物，按与样品相同的步骤分析，每种替代物的回收率应在 70%~

130%。

如果 1 个或多个替代物回收率超过允许标准，同批样品应重新分析。如果重新分析样品的替代物回收率合格，则报告重新分析的样品结果。如果重新分析样品的回收率和第一个样品一样，则两个结果都需报出，说明是基体效应。

11.6 标准样品

采用有证标准样品对分析结果准确性进行质量控制。

11.7 样品

11.7.1 每批样品至少应采集一个运输空白和全程序空白样品。空白中目标化合物浓度应小于下列条件的最大值：

- (1) 方法检出限；
- (2) 相关环保标准限值的 5%；
- (3) 样品分析结果的 5%。

若空白试验未满足以上要求，则应采取措施排除污染并重新分析同批样品。

每批样品应进行一次试剂空白和试剂空白加标分析，样品数量多于 20 个时，每 20 个样品应分析一个试剂空白。空白加标回收率应在 80.0%~120%之间。

11.7.2 每批样品应进行一次平行样分析和基体加标分析，样品数量多于 20 个时，每 20 个样品应进行一次平行样分析和基体加标分析。平行样分析时目标化合物的相对偏差应小于 30%，基体加标回收率应在 60.0%~130%之间。若加标回收率不合格，应再分析一个基体加标重复样品；若基体加标重复样品回收率不合格，但替代物回收率测定结果满足控制指标，说明样品存在基体效应。

附录 A
(规范性附录)

目标化合物的定量离子、辅助离子、方法检出限和测定下限

附表 A 按出峰顺序给出了目标化合物、内标物和替代物的中英文名称、定量内标、定量离子和辅助离子、方法检出限及测定下限。

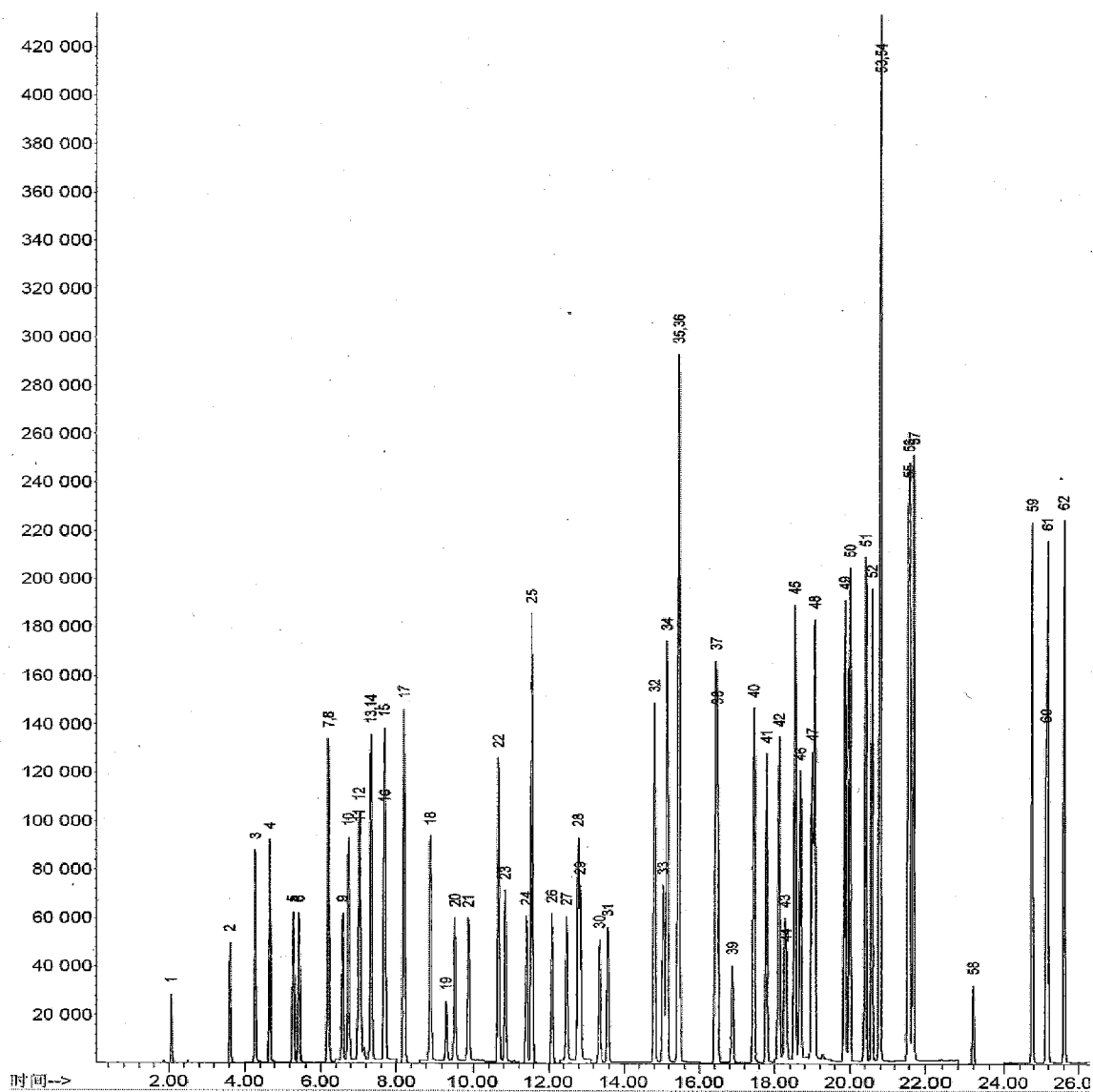
附表 A 目标化合物的定量离子、辅助离子、方法检出限和测定下限

出峰顺序	目标化合物中文名称	目标化合物英文名称	类型	定量内标	定量离子(m/z)	辅助离子(m/z)	全扫描方式		SIM方式	
							检出限/($\mu\text{g/L}$)	测定下限/($\mu\text{g/L}$)	检出限/($\mu\text{g/L}$)	测定下限/($\mu\text{g/L}$)
1	氯乙烯	Vinyl chloride	目标化合物	1	62	64	1.5	6.0	0.5	2.0
2	1,1-二氯乙烯	1,1-Dichloroethene	目标化合物	1	96	61, 63	1.2	4.8	0.4	1.6
3	二氯甲烷	Methylene chloride	目标化合物	1	84	86, 49	1.0	4.0	0.5	2.0
4	反式-1,2-二氯乙烯	trans-1,2-dichloroethene	目标化合物	1	96	61, 98	1.1	4.4	0.3	1.2
5	1,1-二氯乙烷	1,1-Dichloroethane	目标化合物	1	63	65, 83	1.2	4.8	0.4	1.6
6	氯丁二烯	2-Chloro-1,3-butadiene	目标化合物	1	53	88	1.5	6.0	0.5	2.0
7	顺式-1,2-二氯乙烯	cis-1,2-Dichloroethene	目标化合物	1	96	61, 98	1.2	4.8	0.4	1.6
8	2,2-二氯丙烷	2,2-Dichloropropane	目标化合物	1	77	41, 97	1.5	6.0	0.5	2.0
9	溴氯甲烷	Bromochloromethane	目标化合物	1	128	49, 130	1.4	5.6	0.5	2.0
10	氯仿	Chloroform	目标化合物	1	83	85, 47	1.4	5.6	0.4	1.6
11	二溴氟甲烷	Dibromofluoromethane	替代物	1	113	111, 192	—	—	—	—
12	1,1,1-三氯乙烷	1,1,1-Trichloroethane	目标化合物	1	97	99, 61	1.4	5.6	0.4	1.6
13	1,1-二氯丙烯	1,1-Dichloropropene	目标化合物	1	75	110, 77	1.2	4.8	0.3	1.2
14	四氯化碳	Carbon tetrachloride	目标化合物	1	117	119, 121	1.5	6.0	0.4	1.6
15	苯	Benzene	目标化合物	1	78	77, 51	1.4	5.6	0.4	1.6
16	1,2-二氯乙烷	1,2-Dichloroethane	目标化合物	1	62	64, 98	1.4	5.6	0.4	1.6
17	氟苯	Fluorobenzene	内标 1	—	96	77	—	—	—	—
18	三氯乙烯	Trichloroethylene	目标化合物	1	95	130, 132	1.2	4.8	0.4	1.6
19	环氧氯丙烷	1-Chloro-2,3-epoxypropane	目标化合物	1	57	49	5.0	20	2.3	9.2
20	1,2-二氯丙烷	1,2-Dichloropropane	目标化合物	1	63	41, 112	1.2	4.8	0.4	1.6
21	二溴甲烷	Dibromomethane	目标化合物	1	93	95, 174	1.5	6.0	0.3	1.2
22	一溴二氯甲烷	Bromodichloromethane	目标化合物	1	83	85, 127	1.3	5.2	0.4	1.6
23	顺-1,3-二氯丙烯	cis-1,3-Dichloropropene	目标化合物	1	75	39, 77	1.4	5.6	0.3	1.2
24	甲苯- d_8	Toluene- d_8	替代物	1	98	100	—	—	—	—
25	甲苯	Toluene	目标化合物	1	91	92	1.4	5.6	0.3	1.2
26	反-1,3-二氯丙烯	trans-1,3-Dichloropropene	目标化合物	1	75	39, 77	1.4	5.6	0.3	1.2
27	1,1,2-三氯乙烷	1,1,2-Trichloroethane	目标化合物	1	83	97, 85	1.5	6.0	0.4	1.6
28	四氯乙烯	Tetrachloroethylene	目标化合物	1	166	168, 129	1.2	4.8	0.2	0.8
29	1,3-二氯丙烷	1,3-Dichloropropane	目标化合物	1	76	41, 78	1.4	5.6	0.4	1.6
30	二溴氯甲烷	Dibromochloromethane	目标化合物	1	129	127, 131	1.2	4.8	0.4	1.6
31	1,2-二溴乙烷	1,2-Dibromoethane	目标化合物	1	107	109, 188	1.2	4.8	0.4	1.6
32	氯苯	Chlorobenzene	目标化合物	2	112	77, 114	1.0	4.0	0.2	0.8

续表

出峰 顺序	目标化合物 中文名称	目标化合物 英文名称	类型	定量 内标	定量 离子 (<i>m/z</i>)	辅助 离子 (<i>m/z</i>)	全扫描方式		SIM 方式	
							检出限/ ($\mu\text{g/L}$)	测定 下限/ ($\mu\text{g/L}$)	检出限/ ($\mu\text{g/L}$)	测定 下限/ ($\mu\text{g/L}$)
33	1,1,1,2-四氯乙烷	1,1,1,2-Tetrachloroethane	目标化合物	2	131	133, 119	1.5	6.0	0.3	1.2
34	乙苯	Ethylbenzene	目标化合物	2	91	106	0.8	3.2	0.3	1.2
35/36	间, 对-二甲苯	<i>m,p</i> -Xylene	目标化合物	2	106	91	2.2	8.8	0.5	2.0
37	邻-二甲苯	<i>o</i> -Xylene	目标化合物	2	106	91	1.4	5.6	0.2	0.8
38	苯乙烯	Styrene	目标化合物	2	104	78, 103	0.6	2.4	0.2	0.8
39	溴仿	Bromoform	目标化合物	2	173	175, 254	0.6	2.4	0.5	2.0
40	异丙苯	Isopropylbenzene	目标化合物	2	105	120	0.7	2.8	0.3	1.2
41	4-溴氟苯	4-Bromofluorobenzene	替代物	2	95	174, 176	—	—	—	—
42	1,1,2,2-四氯乙烷	1,1,2,2-Tetrachloroethane	目标化合物	2	83	131, 85	1.1	4.4	0.4	1.6
43	溴苯	Bromobenzene	目标化合物	2	156	77, 158	0.8	3.2	0.4	1.6
44	1,2,3-三氯丙烷	1,2,3-Trichloropropane	目标化合物	2	75	110, 77	1.2	4.8	0.2	0.8
45	正丙苯	<i>n</i> -Propylbenzene	目标化合物	2	91	120	0.8	3.2	0.2	0.8
46	2-氯甲苯	2-Chlorotoluene	目标化合物	2	91	126	1.0	4.0	0.4	1.6
47	1,3,5-三甲基苯	1,3,5-Trimethylbenzene	目标化合物	2	105	120	0.7	2.8	0.3	1.2
48	4-氯甲苯	4-Chlorotoluene	目标化合物	2	91	126	0.9	3.6	0.3	1.2
49	叔丁基苯	<i>tert</i> -Butylbenzene	目标化合物	2	119	91, 134	1.2	4.8	0.4	1.6
50	1,2,4-三甲基苯	1,2,4-trimethylbenzene	目标化合物	2	105	120	0.8	3.2	0.3	1.2
51	仲丁基苯	<i>sec</i> -Butylbenzene	目标化合物	2	105	134	1.0	4.0	0.3	1.2
52	1,3-二氯苯	1,3-Dichlorobenzene	目标化合物	2	146	111, 148	1.2	4.8	0.3	1.2
53	4-异丙基甲苯	<i>p</i> -Isopropyltoluene	目标化合物	2	119	134, 91	0.8	3.2	0.3	1.2
54	1,4-二氯苯- <i>d</i> ₄	1,4-Dichlorobenzene- <i>d</i> ₄	内标 2	—	152	115, 150	—	—	—	—
55	1,4-二氯苯	1,4-Dichlorobenzene	目标化合物	2	146	111, 148	0.8	3.2	0.4	1.6
56	正丁基苯	<i>n</i> -Butylbenzene	目标化合物	2	91	92, 134	1.0	4.0	0.3	1.2
57	1,2-二氯苯	1,2-Dichlorobenzene	目标化合物	2	146	111, 148	0.8	3.2	0.4	1.6
58	1,2-二溴-3-氯丙烷	1,2-Dibromo-3-chloropropane	目标化合物	2	157	75, 155	1.0	4.0	0.3	1.2
59	1,2,4-三氯苯	1,2,4-Trichlorobenzene	目标化合物	2	180	182, 145	1.1	4.4	0.3	1.2
60	六氯丁二烯	Hexachlorobutadiene	目标化合物	2	225	223, 227	0.6	2.4	0.4	1.6
61	萘	Naphthalene	目标化合物	2	128	—	1.0	4.0	0.4	1.6
62	1,2,3-三氯苯	1,2,3-Trichlorobenzene	目标化合物	2	180	182, 145	1.0	4.0	0.5	2.0

附录 B
(资料性附录)
目标化合物的总离子流色谱图



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—2,2-二氯丙烷；9—溴氯甲烷；10—氯仿；11—二溴氟甲烷（替代物）；12—1,1,1-三氯乙烷；13—1,1-二氯丙烯；14—四氯化碳；15—苯；16—1,2-二氯乙烷；17—氟苯（内标）；18—三氯乙烯；19—1,2-二氯丙烷；20—二溴甲烷；21—一溴二氯甲烷；22—环氧氯丙烷；23—顺式-1,3-二氯丙烯；24—甲苯- d_8 （替代物）；25—甲苯；26—反式-1,3-二氯丙烯；27—1,1,2-三氯乙烷；28—四氯乙烷；29—1,3-二氯丙烷；30—二溴氯甲烷；31—1,2-二溴乙烷；32—氯苯；33—1,1,1,2-四氯乙烷；34—乙苯；35/36—间/对-二甲苯；37—邻-二甲苯；38—苯乙烯；39—溴仿；40—异丙苯；41—4-溴氟苯（替代物）；42—溴苯；43—1,1,1,2,2-四氯乙烷；44—1,2,3-三氯丙烷；45—正丙苯；46—2-氯甲苯；47—4-氯甲苯；48—1,3,5-三甲苯；49—叔丁基苯；50—1,2,4-三甲苯；51—仲丁基苯；52—1,3-二氯苯；53—4-异丙基甲苯；54—1,4-二氯苯；55—1,4-二氯苯- d_4 （内标）；56—1,2-二氯苯；57—正丁基苯；58—1,2-二溴-3-氯丙烷；59—1,2,4-三氯苯；60—六氯丁二烯；61—萘；62—1,2,3-三氯苯

附 录 C
(资料性附录)
方法精密度和准确度

附表 C.1 中给出了方法的重复性、再现性等精密度指标。

附表 C.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 r / ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 R / ($\mu\text{g/L}$)
1	氯乙烯	4.30	3.0~10	26	1.2	2.5
		94.4	2.1~8.0	8.5	17.5	28.9
2	1,1-二氯乙烯	4.58	1.5~13	14	0.9	2.0
		95.0	0.6~7.4	6.7	13.6	21.7
3	二氯甲烷	4.95	3.3~8.3	10	0.8	1.6
		99.0	0.5~12	11	22.2	36.1
4	反-1,2-二氯乙烯	4.78	0.8~6.8	14	0.7	1.9
		97.6	1.1~9.7	6.5	16.6	23.3
5	1,1-二氯乙烷	4.79	2.0~12	11	0.8	1.7
		96.6	1.1~11	6.0	16.0	21.8
6	氯丁二烯	4.56	2.6~9.2	22	1.1	3.0
		97.5	1.2~7.5	8.4	13.0	23.5
7	顺-1,2-二氯乙烯	4.71	0.7~11	12	0.8	1.7
		99.7	0.1~8.7	5.3	15.2	20.3
8	2,2-二氯丙烷	4.18	2.2~12	22	0.9	2.7
		92.7	3.0~14	11	23.6	35.4
9	溴氯甲烷	5.14	3.0~9.2	26	1.06	3.8
		97.0	0.2~8.2	2.4	13.0	13.5
10	氯仿	4.75	3.6~9.7	19	0.9	2.7
		96.6	2.3~12	7.2	20.0	26.7
11	1,1,1-三氯乙烷	5.06	1.3~5.9	11	0.7	1.6
		93.5	0.5~8.5	4.0	14.0	16.5
12	1,1-二氯丙烯	4.72	2.8~16	21	0.9	2.9
		97.4	0.4~4.5	5.3	9.40	16.9
13	四氯化碳	4.73	1.6~10	14	0.9	2.0
		94.9	1.3~9.7	5.9	14.4	20.4
14	苯	4.78	1.2~9.1	13	0.8	1.9
		97.1	0.3~9.7	3.8	16.9	18.6
15	1,2-二氯乙烷	4.41	1.5~9.8	28	0.8	3.5
		98.5	1.4~8.5	5.6	13.4	19.7
16	三氯乙烯	5.10	1.6~7.1	9.1	0.7	1.5
		98.8	1.1~10	2.8	14.1	14.9
17	环氧氯丙烷	24.7	3.0~14	20	1.1	3.4
		479	3.8~9.2	16	15.7	38.3
18	1,2-二氯丙烷	4.56	1.7~9.8	14	0.8	1.9
		96.1	2.4~8.0	6.7	13.1	21.7

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 r / ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 R / ($\mu\text{g/L}$)
19	二溴甲烷	4.80	1.6~9.0	11	0.7	1.6
		98.8	0.9~6.5	4.2	11.4	15.5
20	一溴二氯甲烷	5.05	2.8~8.0	12	0.8	1.9
		100	2.3~13	9.1	17.9	30.3
21	顺-1,3-二氯丙烯	5.13	0.7~6.6	17	0.6	2.5
		95.3	1.0~5.0	14	10.7	37.6
22	甲苯	4.72	1.2~8.2	21	0.7	2.8
		98.8	0.3~10	3.5	14.3	16.2
23	反-1,3-二氯丙烯	5.08	1.0~13	14	1.00	2.2
		96.5	2.4~6.6	12	11.8	33.6
24	1,1,2-三氯乙烷	4.50	1.2~9.3	14	0.8	1.8
		99.6	0.4~11	5.6	15.8	21.3
25	四氯乙烯	4.95	2.0~7.3	16	0.7	2.3
		98.8	1.8~8.7	4.0	16.2	18.4
26	1,3-二氯丙烷	4.81	1.0~8.5	17	0.7	2.4
		97.8	1.3~8.8	2.2	14.1	14.3
27	二溴一氯甲烷	4.60	2.2~10	10	0.8	1.5
		99.5	3.2~9.6	9.1	17.0	29.7
28	1,2-二溴乙烷	4.69	1.2~8.9	14	0.8	1.9
		96.8	0.4~10	6.9	14.2	22.7
29	氯苯	4.90	3.0~11	12	0.8	1.9
		100	2.1~14	4.5	17.7	20.5
30	1,1,1,2-四氯乙烷	4.3	1.0~20	19	0.9	2.5
		94.9	0.5~7.0	12	9.8	33.1
31	乙苯	4.64	0.8~8.1	23	0.6	3.1
		99.6	1.1~5.8	3.4	9.6	12.9
32/33	间, 对-二甲苯	7.83	0.7~13	28	1.2	6.3
		202	0.3~6.1	6.0	22.9	40.0
34	邻-二甲苯	4.82	1.5~9.4	15	0.7	2.1
		98.4	0.3~3.6	1.1	7.6	7.6
35	苯乙烯	4.68	0.4~7.2	19	0.5	2.5
		99.4	0.1~5.2	4.2	9.0	14.2
36	溴仿	4.55	3.2~19	15	1.1	2.2
		95.4	0.7~6.4	12	9.1	31.8
37	异丙基苯	4.73	2.0~7.5	26	0.6	3.4
		98.6	1.4~6.1	5.0	10.8	17.0
38	1,1,2,2-四氯乙烷	4.23	4.9~19	25	1.5	3.2
		96.8	1.6~8.4	5.7	18.9	23.1
39	溴苯	4.64	3.3~9.2	20	0.8	2.7
		101	0.4~4.1	4.0	7.6	13.4
40	1,2,3-三氯丙烷	4.04	1.6~11	27	0.8	3.2
		102	1.7~8.0	6.8	14.5	23.5
41	丙基苯	4.82	0.7~8.2	19	0.6	2.6
		99.5	0.1~8.6	4.0	11.8	15.4
42	2-氯甲苯	4.83	1.5~8.0	22	0.7	3.0
		99.4	0.9~13	4.9	17.9	21.3

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 r / ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 R / ($\mu\text{g/L}$)
43	1,3,5-三甲苯	4.66	1.7~16	17	1.0	2.4
		99.5	0.8~6.9	4.0	10.7	14.8
44	4-氯甲苯	4.73	1.5~8.2	19	0.6	2.5
		96.8	0.9~9.9	5.1	15.8	20.0
45	叔丁基苯	4.90	1.3~11	16	0.7	2.3
		100	1.7~8.2	4.9	13.5	18.5
46	1,2,4-三甲苯	4.71	2.3~7.1	19	0.7	2.6
		99.3	1.2~7.4	3.2	12.8	14.7
47	仲丁基苯	5.10	1.3~8.1	12	0.7	1.8
		99.3	1.5~3.8	3.5	7.6	12.0
48	1,3-二氯苯	4.67	0.8~7.7	16	0.7	2.2
		99.6	0.8~10	3.7	16.1	18.0
49	对-异丙基甲苯	4.78	1.4~7.6	19	0.7	2.6
		101	1.2~8.2	5.4	11.9	18.8
50	1,4-二氯苯	4.76	3.2~16	14	1.0	2.1
		97.7	2.9~9.3	4.7	16.3	19.7
51	正丁基苯	4.83	1.9~8.7	22	0.7	3.1
		99.7	2.9~5.3	3.3	11.2	13.8
52	1,2-二氯苯	4.76	3.1~7.7	16	0.7	2.2
		98.4	2.9~7.6	5.4	13.9	19.6
53	1,2-二溴-3-氯丙烷	4.34	2.6~8.1	20	0.8	2.5
		92.4	0.1~7.9	11	14.5	30.4
54	1,2,4-三氯苯	4.96	2.5~8.0	18	0.8	2.6
		99.3	1.4~7.7	5.8	13.0	20.1
55	六氯丁二烯	4.62	1.6~7.8	22	0.7	2.9
		102	2.1~5.7	5.5	12.8	19.4
56	萘	5.10	1.5~8.2	16	0.9	2.4
		105	1.9~12	4.2	24.7	25.7
57	1,2,3-三氯苯	4.97	0.7~7.3	18	0.8	2.6
		102	3.4~7.9	6.3	14.4	22.3

附表 C.2 中给出了测定地表水时,方法的平均加标回收率、标准偏差及加标回收率最终值等准确度指标。

附表 C.2 方法的准确度

序号	化合物	加标浓度/ ($\mu\text{g/L}$)	$\bar{p}\%$	S_p	$\bar{p}\% \pm 2S_p$
1	氯乙烯	5.0	86.0	14.9	86.0 \pm 29.8
		20.0	89.5	12.3	89.5 \pm 24.6
		100	94.4	8.5	94.4 \pm 17.0
2	1,1-二氯乙烯	5.0	85.6	13.1	85.6 \pm 26.1
		20.0	92.3	10.1	92.3 \pm 20.2
		100	91.5	7.0	91.5 \pm 14.0
3	二氯甲烷	5.0	95.0	14.2	95.0 \pm 28.4
		20.0	100	21.8	100 \pm 43.6
		100	98.1	11.0	98.1 \pm 22.0

续表

序号	化合物	加标浓度/($\mu\text{g/L}$)	$\bar{p}\%$	S_p	$\bar{p}\% \pm 2S_p$
4	反-1,2-二氯乙烯	5.0	92.1	13.8	92.1 \pm 27.6
		20.0	93.1	11.1	93.1 \pm 22.2
		100	96.1	6.80	96.1 \pm 13.6
5	1,1-二氯乙烯	5.0	92.7	12.6	92.7 \pm 25.2
		20.0	95.1	5.3	95.1 \pm 10.6
		100	95.2	6.2	95.2 \pm 12.4
6	氯丁二烯	5.0	91.2	9.8	91.2 \pm 19.6
		20.0	92.1	8.9	92.1 \pm 17.8
		100	97.5	6.1	97.5 \pm 12.2
7	顺-1,2-二氯乙烯	5.0	91.5	13.5	91.5 \pm 27.0
		20.0	96.8	8.8	96.8 \pm 17.6
		100	96.9	7.1	96.9 \pm 14.2
8	2,2-二氯丙烷	5.0	86.4	22.2	86.4 \pm 44.4
		20.0	97.3	9.6	97.3 \pm 19.2
		100	95.1	9.4	95.1 \pm 18.8
9	溴氯甲烷	5.0	105	24.1	105 \pm 48.2
		20.0	96.4	8.9	96.4 \pm 17.6
		100	95.3	3.7	95.3 \pm 7.4
10	氯仿	5.0	91.7	20.5	91.7 \pm 41.0
		20.0	93.3	19.4	93.3 \pm 38.8
		100	93.8	8.9	93.8 \pm 17.8
11	1,1,1-三氯乙烷	5.0	97.9	15.4	97.9 \pm 30.8
		20.0	95.2	5.9	95.2 \pm 11.8
		100	91.8	3.7	91.8 \pm 7.4
12	1,1-二氯丙烯	5.0	91.4	17.0	91.4 \pm 34.0
		20.0	95.8	8.7	95.8 \pm 17.4
		100	93.5	7.3	93.5 \pm 14.6
13	四氯化碳	5.0	89.0	17.6	89.0 \pm 35.2
		20.0	91.6	9.0	91.6 \pm 18.0
		100	93.8	6.4	93.8 \pm 12.8
14	苯	5.0	94.4	11.6	94.4 \pm 23.2
		20.0	96.5	5.9	96.5 \pm 11.8
		100	95.1	5.5	95.1 \pm 11.0
15	1,2-二氯乙烷	5.0	85.6	26.2	85.6 \pm 52.4
		20.0	94.8	8.8	94.8 \pm 17.6
		100	96.6	5.9	96.6 \pm 11.8
16	三氯乙烯	5.0	98.5	13.4	98.5 \pm 26.8
		20.0	97.3	8.9	97.3 \pm 17.8
		100	94.8	8.2	94.8 \pm 16.4
17	环氧氯丙烷	25.0	98.9	14.6	98.9 \pm 29.2
		100	96.5	11.3	96.5 \pm 22.6
		500	95.8	4.3	95.8 \pm 8.6
18	1,2-二氯丙烷	5.0	84.7	18.1	84.7 \pm 36.2
		20.0	92.3	4.2	92.3 \pm 8.4
		100	93.2	5.8	93.2 \pm 11.6

续表

序号	化合物	加标浓度/ (μg/L)	$\bar{p}\%$	S_p	$\bar{p}\% \pm 2S_p$
19	二溴甲烷	5.0	95.2	10.4	95.2±20.8
		20.0	98.6	9.3	98.6±18.6
		100	98.2	4.3	98.2±8.6
20	一溴二氯甲烷	5.0	101	14.4	101±28.8
		20.0	102	20.8	102±41.6
		100	98.8	9.6	98.8±19.2
21	顺-1,3-二氯丙烯	5.0	108	12.0	108±24.0
		20.0	99.4	3.4	99.4±6.8
		100	94.8	5.3	94.8±10.6
22	甲苯	5.0	93.8	14.8	93.8±29.6
		20.0	96.2	8.8	96.2±17.6
		100	96.5	5.1	96.5±10.2
23	反-1,3-二氯丙烯	5.0	108	7.1	108±14.2
		20.0	87.1	13.7	87.1±27.4
		100	94.4	12.2	94.4±24.4
24	1,1,2-三氯乙烷	5.0	89.7	11.6	89.7±23.2
		20.0	98.9	5.0	98.9±10.0
		100	99.7	6.6	99.7±13.2
25	四氯乙烯	5.0	95.8	17.5	95.8±35.0
		20.0	101	9.9	101±19.8
		100	97.3	5.5	97.3±11.0
26	1,3-二氯丙烷	5.0	95.5	16.5	95.5±33.0
		20.0	94.5	4.9	94.5±9.8
		100	97.0	2.7	97.0±5.4
27	二溴一氯甲烷	5.0	92.3	10.0	92.3±20.0
		20.0	97.1	13.0	97.1±26.0
		100	99.2	9.1	99.2±18.2
28	1,2-二溴乙烷	5.0	91.4	11.9	91.4±23.8
		20.0	96.1	5.8	96.1±11.6
		100	96.8	7.1	96.8±14.2
29	氯苯	5.0	96.9	11.9	96.9±23.8
		20.0	102	10.0	102±20.0
		100	99.7	5.3	99.7±10.6
30	1,1,1,2-四氯乙烷	5.0	86.0	14.7	86.0±29.4
		20.0	93.8	14.8	93.8±29.6
		100	94.8	11.4	94.8±22.8
31	乙苯	5.0	88.9	19.8	88.9±39.6
		20.0	98.0	6.0	98.0±12.0
		100	98.7	5.1	98.7±10.2
32/33	间, 对-二甲苯	5.0	96.2	19.5	96.2±39.0
		20.0	98.7	8.8	98.7±17.6
		100	100	6.9	100±13.8
34	邻-二甲苯	5.0	93.0	14.0	93.0±28.0
		20.0	93.5	4.9	93.5±9.6
		100	98.1	2.5	98.1±5.0

续表

序号	化合物	加标浓度/($\mu\text{g/L}$)	$\bar{p}\%$	S_p	$\bar{p}\% \pm 2S_p$
35	苯乙烯	5.0	90.9	16.2	90.9 \pm 32.4
		20.0	95.5	4.9	95.5 \pm 9.8
		100	98.2	6.2	98.2 \pm 12.4
36	溴仿	5.0	91.0	12.6	91.0 \pm 25.2
		20.0	89.6	13.1	89.6 \pm 26.2
		100	95.9	11.1	95.9 \pm 22.2
37	异丙基苯	5.0	93.8	16.9	93.8 \pm 33.8
		20.0	98.1	6.0	98.1 \pm 12.0
		100	97.0	7.1	97.0 \pm 14.2
38	1,1,2,2-四氯乙烷	5.0	87.0	22.0	87.0 \pm 44.0
		20.0	94.3	8.0	94.3 \pm 16.0
		100	99.5	12.4	99.5 \pm 24.8
39	溴苯	5.0	90.8	15.5	90.8 \pm 31.0
		20.0	99.8	5.1	99.8 \pm 10.2
		100	99.8	5.1	99.8 \pm 10.2
40	1,2,3-三氯丙烷	5.0	80.5	21.0	80.5 \pm 42.0
		20.0	101	5.0	101 \pm 10.0
		100	103	6.0	103 \pm 12.0
41	丙基苯	5.0	92.5	17.4	92.5 \pm 34.8
		20.0	98.8	7.4	98.8 \pm 14.8
		100	97.4	7.6	97.4 \pm 15.2
42	2-氯甲苯	5.0	95.2	14.9	95.2 \pm 29.8
		20.0	100	6.1	100 \pm 12.2
		100	96.4	9.9	96.4 \pm 19.8
43	1,3,5-三甲苯	5.0	89.2	13.7	89.2 \pm 27.4
		20.0	98.9	8.3	98.9 \pm 16.6
		100	99.2	4.6	99.2 \pm 9.2
44	4-氯甲苯	5.0	89.4	14.5	89.4 \pm 29.0
		20.0	99.7	7.1	99.7 \pm 14.2
		100	96.0	4.4	96.0 \pm 8.8
45	叔丁基苯	5.0	91.8	18.9	91.8 \pm 37.8
		20.0	102	8.5	102 \pm 17.0
		100	98.9	6.2	98.9 \pm 12.4
46	1,2,4-三甲苯	5.0	90.4	16.2	90.4 \pm 32.4
		20.0	97.7	6.6	97.7 \pm 13.2
		100	99.2	3.7	99.2 \pm 7.4
47	仲丁基苯	5.0	94.3	19.1	94.3 \pm 38.2
		20.0	98.3	5.9	98.3 \pm 11.8
		100	97.8	6.8	97.8 \pm 13.6
48	1,3-二氯苯	5.0	89.9	13.8	89.9 \pm 27.6
		20.0	101	5.2	101 \pm 10.4
		100	99.7	3.3	99.7 \pm 6.6
49	对-异丙基甲苯	5.0	91.7	17.2	91.7 \pm 34.4
		20.0	97.9	5.5	97.9 \pm 11.0
		100	99.7	7.5	99.7 \pm 15.0

续表

序号	化合物	加标浓度/($\mu\text{g/L}$)	$\bar{p}\%$	S_p	$\bar{p}\% \pm 2S_p$
50	1,4-二氯苯	5.0	93.4	11.3	93.4 \pm 22.6
		20.0	100	4.3	100 \pm 8.6
		100	98.3	3.8	98.3 \pm 7.6
51	正丁基苯	5.0	92.8	20.9	92.8 \pm 41.8
		20.0	99.2	4.9	99.2 \pm 9.8
		100	96.4	10.4	96.4 \pm 20.8
52	1,2-二氯苯	5.0	92.9	13.2	92.9 \pm 26.4
		20.0	101	5.3	101 \pm 10.6
		100	99.6	4.4	99.6 \pm 8.8
53	1,2-二溴-3-氯丙烷	5.0	86.9	17.5	86.9 \pm 35.0
		20.0	91.6	13.1	91.6 \pm 26.2
		100	93.0	10.0	93.0 \pm 20.0
54	1,2,4-三氯苯	5.0	93.6	19.2	93.6 \pm 38.4
		20.0	102	5.4	102 \pm 10.8
		100	98.6	5.9	98.6 \pm 11.8
55	六氯丁二烯	5.0	93.5	22.1	93.5 \pm 44.2
		20.0	102	4.2	102 \pm 8.4
		100	100	6.8	100 \pm 13.6
56	萘	5.0	99.5	21.7	99.5 \pm 43.4
		20.0	111	10.9	111 \pm 21.8
		100	103	8.9	103 \pm 17.8
57	1,2,3-三氯苯	5.0	90.8	23.0	90.8 \pm 46.0
		20.0	102	5.3	102 \pm 10.6
		100	103	6.5	103 \pm 13.0

附表 C.3 中给出了废水样品的加标回收率。

附表 C.3 废水样品的加标回收率

序号	化合物	加标回收率/%		
		加标 5.0 $\mu\text{g/L}$	加标 20.0 $\mu\text{g/L}$	加标 100 $\mu\text{g/L}$
1	氯乙烯	69.8	91.5	103
2	1,1-二氯乙烯	90.2	83.8	80.8
3	二氯甲烷	69.1	62.7	61.8
4	反-1,2-二氯乙烯	124	126	128
5	1,1-二氯乙烷	108	102	102
6	氯丁二烯	94.7	105	105
7	顺-1,2-二氯乙烯	93.6	95.8	101
8	2,2-二氯丙烷	101	96.5	93.2
9	溴氯甲烷	111	105	106
10	氯仿	65.6	76.2	82.3
11	1,1,1-三氯乙烷	97.0	92.9	91.8
12	1,1-二氯丙烷	83.9	94.6	101
13	四氯化碳	110	104	101
14	苯	96.2	96.5	96.9
15	1,2-二氯乙烷	87.6	82.4	82.2

续表

序号	化合物	加标回收率/%		
		加标 5.0 µg/L	加标 20.0 µg/L	加标 100 µg/L
16	三氯乙烯	60.0	61.2	63.9
17	环氧氯丙烷	90.4	81.9	95.2
18	1,2-二氯丙烷	85.5	86.0	89.0
19	二溴甲烷	116	112	113
20	一溴二氯甲烷	70.7	84.0	93.5
21	顺-1,3-二氯丙烯	72.7	89.1	102
22	甲苯	80.3	99.5	107
23	反-1,3-二氯丙烯	79.3	98.8	110
24	1,1,2-三氯乙烷	103	99.9	102
25	四氯乙烯	115	116	116
26	1,3-二氯丙烷	88.1	96.7	101
27	二溴一氯甲烷	89.8	104	112
28	1,2-二溴乙烷	106	110	117
29	氯苯	93.0	91.8	79.8
30	1,1,1,2-四氯乙烷	109	93.0	75.9
31	乙苯	86.5	108	92.9
32/33	间, 对-二甲苯	101	107	87.7
34	邻-二甲苯	86.0	107	93.8
35	苯乙烯	97.7	109	91.0
36	溴仿	109	97.4	83.2
37	异丙基苯	86.1	113	101
38	1,1,2,2-四氯乙烷	129	111	92.5
39	溴苯	104	99.5	84.5
40	1,2,3-三氯丙烷	94.7	81.8	67.4
41	丙基苯	90.5	111	94.4
42	2-氯甲苯	103	104	84.3
43	1,3,5-三甲苯	105	112	91.3
44	4-氯甲苯	98.3	108	89.9
45	叔丁基苯	89.1	116	101
46	1,2,4-三甲苯	102	113	93.4
47	仲丁基苯	98.3	114	96.1
48	1,3-二氯苯	118	104	82.6
49	对-异丙基甲苯	103	115	94.7
50	1,4-二氯苯	119	106	82.4
51	正丁基苯	105	105	85.0
52	1,2-二氯苯	115	96.6	76.8
53	1,2-二溴-3-氯丙烷	114	110	102
54	1,2,4-三氯苯	111	112	100
55	六氯丁二烯	93.6	107	90.1
56	萘	96.6	116	105
57	1,2,3-三氯苯	120	111	93.9

中华人民共和国国家环境保护标准

水质 挥发性有机物的测定
吹扫捕集/气相色谱-质谱法

HJ 639—2012

*

中国环境出版社出版发行

(100062 北京市东城区广渠门内大街16号)

网址: <http://www.cesp.com.cn>

电话: 010-67112738

北京市联华印刷厂印刷

版权所有 违者必究

*

2013年4月第1版 开本 880×1230 1/16

2013年4月第1次印刷 印张 1.75

字数 60千字

统一书号: 135111·247

定价: 25.00元