



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 810—2016

水质 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法

Water quality—Determination of volatile organic compounds
—Headspace / Gas chromatography mass spectrometry

2016-07-26 发布

2016-10-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

中华人民共和国环境保护部 公告

2016年 第52号

为贯彻《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 亚硝胺类化合物的测定 气相色谱法》等六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 亚硝胺类化合物的测定 气相色谱法》(HJ 809—2016)；

二、《水质 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 810—2016)；

三、《水质 总硒的测定 3,3'-二氨基联苯胺分光光度法》(HJ 811—2016)；

四、《水质 可溶性阳离子(Li⁺、Na⁺、NH₄⁺、K⁺、Ca²⁺、Mg²⁺)的测定 离子色谱法》(HJ 812—2016)；

五、《水质 无机阴离子(F⁻、Cl⁻、NO₂⁻、Br⁻、NO₃⁻、PO₄³⁻、SO₃²⁻、SO₄²⁻)的测定 离子色谱法》(HJ 84—2016)；

六、《固定污染源废气 砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法》(HJ 540—2016)。

以上标准自2016年10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(kjs.mep.gov.cn/hjbhbz/)查询。

自以上标准实施之日起，下列国家环境保护标准废止，标准名称、编号如下：

一、《水质 无机阴离子的测定 离子色谱法》(HJ/T 84—2001)；

二、《环境空气和废气 砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法(暂行)》(HJ 540—2009)。

特此公告。

环境保护部
2016年7月26日

目 次

前 言.....	iv
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 样品.....	2
7 分析步骤.....	3
8 结果计算与表示.....	5
9 精密度和准确度.....	6
10 质量保证和质量控制.....	7
11 废物处理.....	7
附录 A（规范性附录） 目标化合物的特征离子、方法检出限和测定下限	8
附录 B（资料性附录） 参考色谱图	10
附录 C（资料性附录） 方法精密度和准确度	11

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顶空/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 和附录 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：南京市环境监测中心站。

本标准验证单位：江苏省环境监测中心、常州市环境监测中心、泰州市环境监测中心站、镇江市环境监测中心站、江苏省理化测试中心和南京水务集团有限公司水质监测中心。

本标准环境保护部 2016 年 7 月 26 日批准。

本标准自 2016 年 10 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 顶空/气相色谱-质谱法

警告：实验中所用有机溶剂和标准物质为有毒有害物质，其配制及样品前处理过程应在通风橱中进行；操作时应按规定佩戴防护器具，避免直接接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中挥发性有机物的顶空/气相色谱-质谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中 55 种挥发性有机物的测定。

当取样体积为 10.0 ml 时，用全扫描（Scan）模式测定，目标化合物的方法检出限为 2~10 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 8~40 $\mu\text{g/L}$ ；用选择离子（SIM）模式测定，目标化合物的方法检出限为 0.4~1.7 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 1.6~6.8 $\mu\text{g/L}$ 。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。

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

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分：样品采集、贮存与运输

3 方法原理

在一定的温度条件下，顶空瓶内样品中挥发性组分向液上空间挥发，产生蒸汽压，在气液两相达到热力学动态平衡后，气相中的挥发性有机物经气相色谱分离，用质谱仪进行检测。通过与标准物质保留时间和质谱图相比较进行定性，内标法定量。

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化学试剂。

4.1 实验用水：二次蒸馏水或纯水设备制备的水。

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没有干扰色谱峰出现或其中的目标化合物浓度低于方法检出限。

注 1：若实验室有使用挥发性强的溶剂如二氯甲烷，则需特别注意检查实验用水的质量，可选择煮沸、氮气吹扫或使用专用挥发性有机物去除柱等方式进行处理，直至满足要求。

4.2 甲醇（ CH_3OH ）：色谱纯。使用前需经过空白检验，确认无目标化合物或目标化合物浓度低于方法检出限。

4.3 氯化钠（ NaCl ）：使用前，在马弗炉中 400℃灼烧 4 h，置于干燥器中冷却至室温，转移至磨口玻璃瓶中保存。

4.4 抗坏血酸（ $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ）。

HJ 810—2016

4.5 盐酸： ρ (HCl) = 1.19 g/ml，优级纯。

4.6 盐酸溶液：1+1 (V/V)，用盐酸 (4.5) 配制。

4.7 标准贮备液： ρ = 1 000~5 000 mg/L。

市售有证标准溶液，按照说明书要求保存。

4.8 标准使用液： ρ = 50~200 mg/L。

用甲醇 (4.2) 稀释标准贮备液 (4.7)。氯乙烯标准使用液临用现配，其余标准使用液保存期为 30 d。

4.9 内标贮备液： ρ = 100~2 000 mg/L。

宜选用氟苯、1,2-二氯苯- d_4 作为内标，可直接购买市售有证标准溶液。在满足本方法要求且不干扰目标化合物测定的前提下，亦可使用其他内标。

4.10 内标使用液 I： ρ = 200 mg/L。

用甲醇 (4.2) 稀释内标贮备液 (4.9)。

4.11 内标使用液 II： ρ = 20 mg/L。

用甲醇 (4.2) 稀释内标贮备液 (4.9)。

4.12 质谱调谐溶液：4-溴氟苯 (C_6H_4BrF , BFB)， ρ = 25 mg/L。

可直接购买市售有证标准溶液，或用标准物质制备。

4.13 氦气：纯度 \geq 99.999%。

4.14 氮气：纯度 \geq 99.999%。

注 2：除非另有说明，溶液 (4.7~4.12) 均以甲醇 (4.2) 为溶剂，置于棕色密实瓶中 -10°C 以下避光保存，也可参照制造商的产品说明保存；氯乙烯单独保存。使用前应恢复至室温，混匀。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱/质谱仪：气相色谱部分具分流/不分流进样口，可程序升温。质谱部分具有 70 eV 电子轰击 (EI) 离子源，配 NIST 质谱图库，具有全扫描 (Scan) 和选择离子 (SIM) 扫描、手动/自动调谐、数据采集、定量分析及谱库检索等功能。

5.2 自动顶空进样器：加热温度控制范围在室温至 120°C 之间；温度控制精度为 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

5.3 毛细管色谱柱：60 m (或 30 m) \times 0.25 mm；膜厚 1.4 μm (6%腈丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷固定液)，或其他等效毛细管色谱柱。

5.4 采样瓶：40 ml 棕色螺口玻璃瓶，具硅橡胶-聚四氟乙烯衬垫螺旋盖，放置于不含挥发性有机物的区域。

5.5 顶空瓶：22 ml 玻璃顶空瓶，具密封垫 (聚四氟乙烯/硅橡胶或聚四氟乙烯/丁基橡胶材料)、密封盖 (螺旋盖或一次使用的压盖)，也可使用与自动顶空进样器 (5.2) 配套的玻璃顶空瓶。

注 3：顶空瓶 (5.5) 在使用前，须依次用洗涤剂、自来水、实验用水清洗干净，并置于马弗炉内 300°C 烘 30 min，冷却后待用；顶空瓶密封垫一般为一次性使用，拆封后的瓶垫应密闭保存于洁净且无挥发性有机物的区域。

5.6 玻璃微量注射器：10~100 μl 。

5.7 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品采集

地表水、生活污水和工业废水样品的采集按照 HJ/T 91 的相关规定执行；地下水样品的采集按照 HJ/T 164 的相关规定执行；海水样品的采集按照 GB 17378.3 的相关规定执行。采集样品时，不宜用水

样进行荡洗，应使水样在样品瓶中溢流且不留空间，取样时应尽量避免或减少样品在空气中暴露。所有样品均采集平行双样。

若水样中含有余氯，采样前，应向 40 ml 棕色采样瓶（5.4）中加 25 mg（精确至 0.001 g）抗坏血酸（4.4）。若水样中余氯含量超过 5 mg/L，应按比例增加抗坏血酸的加入量，余氯含量每增加 5 mg/L，则应多加入 25 mg（精确至 0.001 g）抗坏血酸。

6.2 样品保存

样品采集后，应立即加入适量盐酸溶液（4.6），使样品 $\text{pH} \leq 2$ ，拧紧瓶塞，贴上标签，立即放入冷藏箱中于 4℃ 以下冷藏运输。样品运回实验室后，应于 4℃ 以下冷藏、避光和密封保存，14 d 内完成分析测定。样品存放区域应无挥发性有机物干扰，样品测定前应将水样恢复至室温。

注 4：若水样加入盐酸溶液后有气泡产生，须重新采样，重新采集的样品不加盐酸溶液保存，样品标签上须注明未酸化，于 24 h 内完成分析测定。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

不同型号顶空进样器、气相色谱/质谱仪的最佳工作条件不同，应按照仪器使用说明书进行设定。本标准推荐仪器参考条件如下：

7.1.1 顶空进样器参考条件

加热平衡温度：65℃；加热平衡时间：40 min；取样针温度：80℃；传输线温度：105℃；进样体积：1.0 ml。

7.1.2 气相色谱参考条件（使用 60 m 色谱柱时）

进样口温度：250℃；载气：氦气（4.13）；进样模式：分流进样（分流比 5：1）；柱流量（恒流模式）：1.0 ml/min；升温程序：40℃ 保持 2 min，以 5℃/min 的速率升至 120℃，保持 3 min，再以 10℃/min 的速率升至 230℃ 保持 5 min。

Scan 模式和 SIM 模式参考总离子流色谱图见附录 B。

7.1.3 质谱参考条件

离子源：电子轰击（EI）离子源。离子源温度：230℃。离子化能量：70 eV。接口温度：280℃。四极杆温度：150℃。扫描模式：全扫描（Scan）或选择离子扫描（SIM）。扫描范围：35~300 u。

SIM 模式测定时，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。同一时间窗内同时监测的离子数量不宜过多，否则可能影响灵敏度，可适当分时间段采集相对应的特征离子。

7.2 校准

7.2.1 仪器性能检查

每批样品分析前，GC/MS 系统需进行仪器性能检查。用微量注射器（5.6）移取 1~2 μl 质谱调谐溶液（4.12），通过气相色谱进样口直接进样，或将 20 μl 质谱调谐溶液（4.12）加入到 10.0 ml 实验用水中，通过顶空进样器（5.2）进样，用四极杆质谱得到的 4-溴氟苯关键离子相对丰度应符合表 1 中的规定，否则需对质谱仪的参数进行调整或清洗离子源。

注 5：仪器性能检查前需通过自动调谐。

表 1 BFB 离子相对丰度标准

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%		

7.2.2 校准曲线的绘制

7.2.2.1 Scan 模式: 顶空瓶 (5.5) 中预先加入 4 g (精确至 0.1 g) 氯化钠 (4.3), 加入 10.0 ml 实验用水, 再用微量注射器 (5.6) 分别移取一定体积的标准使用液 (4.8) 注入其中, 配制成目标化合物质量浓度分别为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 、40.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 、200 $\mu\text{g/L}$ 和 400 $\mu\text{g/L}$ 的五个浓度点标准系列, 同时分别在每个顶空瓶中加入 10.0 μl 的内标使用液 I (4.10), 使得标准系列中的内标浓度为 200 $\mu\text{g/L}$, 立即密闭顶空瓶, 轻振摇匀, 按照仪器参考条件 (7.1), 从低浓度到高浓度依次进样分析, 记录标准系列目标物和相对应内标的保留时间、定量离子的响应值。以目标化合物浓度与内标化合物浓度的比值为横坐标, 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为纵坐标, 绘制校准曲线; 也可按照式 (1) 计算目标物的相对响应因子 (RRF), 按照式 (2) 计算目标物全部标准浓度点的平均相对响应因子 ($\overline{\text{RRF}}$)。

7.2.2.2 SIM 模式: 顶空瓶 (5.5) 中预先加入 4 g (精确至 0.1 g) 氯化钠 (4.3), 加入 10.0 ml 实验用水, 再用微量注射器 (5.6) 分别移取一定体积的标准使用液 (4.8) 注入其中, 配制成目标化合物质量浓度分别为 2.0 $\mu\text{g/L}$ 、4.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 和 40.0 $\mu\text{g/L}$ 的五个浓度点标准系列, 同时分别在每个顶空瓶中加入 10.0 μl 的内标使用液 II (4.11), 使得标准系列中的内标浓度为 20.0 $\mu\text{g/L}$, 立即密闭顶空瓶, 轻振摇匀, 按照仪器参考条件 (7.1), 从低浓度到高浓度依次进样分析, 记录标准系列目标物和相对应内标的保留时间、定量离子的响应值。以目标化合物浓度与内标化合物浓度的比值为横坐标, 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为纵坐标, 绘制校准曲线; 也可按照式 (1) 计算目标物的相对响应因子 (RRF), 按照式 (2) 计算目标物全部标准浓度点的平均相对响应因子 ($\overline{\text{RRF}}$)。

注 6: 加入标准使用液和内标使用液的溶液总体积不能超过 200 μl 。

注 7: 可根据仪器状态和实际样品的浓度适当调整校准曲线浓度范围, 调整后的校准曲线仍需满足 10.2 要求。

7.2.3 平均相对响应因子 ($\overline{\text{RRF}}$) 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) 计算。

$$\text{RRF}_i = \frac{A_i}{A_{\text{IS}_i}} \times \frac{\rho_{\text{IS}_i}}{\rho_i} \quad (1)$$

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_{IS_i} ——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_i} ——标准系列中内标物的质量浓度, $\mu\text{g/L}$;

ρ_i ——标准系列中第 i 点目标化合物的质量浓度, $\mu\text{g/L}$ 。

校准曲线中目标化合物的平均相对响应因子 $\overline{\text{RRF}}$, 按照式 (2) 计算。

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

式中: $\overline{\text{RRF}}$ ——校准曲线中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 的相对标准偏差 (RSD)，按照式 (3) 计算。

$$RSD = \frac{SD}{RRF} \times 100\% \quad (3)$$

式中：SD—— RRF_i 的标准偏差。

7.3 样品的测定

7.3.1 Scan 模式：顶空瓶 (5.5) 中预先加入 4 g (精确至 0.1 g) 氯化钠 (4.3)，加入 10.0 ml 水样，再加入 10.0 μ l 的内标使用液 I (4.10)，使样品中内标浓度为 200 μ g/L，立即密闭顶空瓶，轻振摇匀，按照仪器参考条件 (7.1) 分析测定。

7.3.2 SIM 模式：顶空瓶 (5.5) 中预先加入 4 g (精确至 0.1 g) 氯化钠 (4.3)，加入 10.0 ml 水样，再加入 10.0 μ l 的内标使用液 II (4.11)，使样品中内标浓度为 20.0 μ g/L，立即密闭顶空瓶，轻振摇匀，按照仪器参考条件 (7.1) 分析测定。

注 8：若样品浓度超过校准曲线的最高浓度点，需从未开封的样品瓶中重新取样分析。应减少取样量，用实验用水补足至 10.0 ml，作适当稀释后进样，稀释后样品响应值应在校准曲线范围内。分析高浓度样品之后，应进行一次或多次实验室空白试验 (7.4)，直至空白测定值满足 10.3.1 要求，才能分析下一个样品。

注 9：SIM 模式只适用于 Scan 模式灵敏度达不到相应标准要求的样品。

7.4 空白试验

以 10.0 ml 实验用水代替实际水样，按照样品的测定 (7.3) 相同条件和步骤进行空白测定。

8 结果计算与表示

8.1 目标化合物的定性

根据样品中目标物与标准系列中目标物的保留时间和质谱图，对目标化合物进行定性。

8.1.1 保留时间定性

样品分析前，建立保留时间窗 $t \pm 3S$ 。 t 为校准时，各浓度级别目标化合物的保留时间均值， S 为初次校准时各浓度级别目标化合物保留时间的标准偏差。样品分析时，目标化合物应在保留时间窗内出峰。

8.1.2 质谱离子信息定性

Scan 模式：目标化合物在标准质谱图中的相对丰度高于 30% 的所有离子应在样品质谱图中存在；样品质谱图和标准质谱图中上述特征离子的相对丰度偏差要在 $\pm 30\%$ 之内。例如，一个离子在标准质谱图中的相对丰度为 50%，则该离子在样品质谱图中的相对丰度应在 20%~80% 之间。对于某些化合物，一些特殊的离子如分子离子峰，即使其相对丰度低于 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，比较时应扣除背景影响。

SIM 模式：目标化合物的确认离子应在样品中存在。对于保留时间窗口内的每一个化合物，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相比较，相对偏差应小于 30%。

8.2 目标化合物的定量

采用平均相对响应因子或校准曲线法进行定量计算。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。具体离子见附录 A。

HJ 810—2016

8.2.1 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 按式（4）计算。

$$\rho_x = \frac{A_x \times \rho_{IS}}{A_{IS} \times \overline{RRF}} \quad (4)$$

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

A_x ——试样中目标化合物定量离子的响应值；

A_{IS} ——试样中与目标化合物相对应内标定量离子的响应值；

ρ_{IS} ——试样中内标物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

\overline{RRF} ——校准曲线中目标化合物的平均相对响应因子。

8.2.2 校准曲线法

采用线性校准曲线法校准时，样品中目标化合物质量浓度 ρ_x 按式（5）计算。

$$\rho_x = R_{cal} \times \rho_{IS} \quad (5)$$

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

R_{cal} ——由校准曲线得到目标化合物与对应内标的响应值比值，量纲为 1；

ρ_{IS} ——试样中内标物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ 。

8.3 结果表示

8.3.1 Scan 模式：当测定结果小于 $100 \mu\text{g/L}$ 时，结果保留至整数位；当测定结果大于或等于 $100 \mu\text{g/L}$ 时，结果保留 3 位有效数字。

SIM 模式：当测定结果小于 $100 \mu\text{g/L}$ 时，保留至小数点后 1 位；当测定结果大于或等于 $100 \mu\text{g/L}$ 时，结果保留 3 位有效数字。

8.3.2 使用本标准推荐的毛细管色谱柱（5.3），对-二甲苯和间-二甲苯的测定结果为两者之和。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

6 家实验室对 $20.0 \mu\text{g/L}$ 、 $100 \mu\text{g/L}$ 和 $200 \mu\text{g/L}$ 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 $0.5\% \sim 24\%$ 、 $0.4\% \sim 28\%$ 和 $0.2\% \sim 20\%$ ；实验室间相对标准偏差分别为 $3.0\% \sim 27\%$ 、 $4.6\% \sim 18\%$ 和 $0.8\% \sim 14\%$ ；重复性限 r 分别为 $0.9 \sim 8.8 \mu\text{g/L}$ 、 $0.1 \sim 35 \mu\text{g/L}$ 和 $6.8 \sim 81 \mu\text{g/L}$ ；再现性限 R 分别为 $2.6 \sim 16 \mu\text{g/L}$ 、 $16 \sim 54 \mu\text{g/L}$ 和 $7.7 \sim 86 \mu\text{g/L}$ 。

9.2 准确度

6 家实验室对地表水实际样品加标样进行了测定（加标浓度分别为 $20.0 \mu\text{g/L}$ 和 $100 \mu\text{g/L}$ ），平均加标回收率范围分别为 $81.0\% \sim 107\%$ 和 $88.4\% \sim 105\%$ ；对工业废水实际样品加标样进行了测定（加标浓度分别为 $50.0 \mu\text{g/L}$ 和 $200 \mu\text{g/L}$ ），平均加标回收率范围分别为 $78.1\% \sim 112\%$ 和 $86.8\% \sim 115\%$ 。

精密度和准确度结果详见附录 C。

10 质量保证和质量控制

10.1 样品采集

所有样品均采集平行双样。

每批样品应至少做一个全程序空白：按照（6.1）和（6.2），在实验室将一份实验用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，之后随样品运回实验室。

10.2 校准

校准系列至少需 5 个浓度水平，采用平均相对响应因子法校准时，5 个浓度目标化合物相对响应因子（ RRF_i ）的相对标准偏差（RSD）应不大于 20%；采用校准曲线法时，校准曲线的相关系数应不小于 0.99。否则，应查找原因，重新绘制校准曲线。

连续分析时，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标准偏差应不大于 20%。否则，须重新绘制校准曲线。

10.3 样品

10.3.1 每批样品须至少做一个全程序空白和一个实验室空白，测定结果中目标物浓度应低于方法检出限。不应将空白样品中检出的目标化合物浓度在样品中扣除。

10.3.2 每批样品（最多 20 个样品）应分析 1 个平行样，平行样测定结果相对偏差应小于 30%。

10.3.3 每批样品（最多 20 个样品）应分析 1 个基体加标样，基体加标回收率应控制在 70%~130% 范围之内。若基体加标回收率不合格，须重新分析一个基体加标样品，若基体加标回收率仍不合格，但两次基体加标测定值相对偏差小于 30%，说明样品存在基体效应。此时应分析 1 个实验室空白加标样品，空白加标回收率应在 80%~120% 之间。

10.4 内标

样品中内标的保留时间与当天连续校准或者最近绘制的校准曲线中内标保留时间偏差应不超过 20 s，定量离子峰面积变化应在 50%~200% 之间。

11 废物处理

实验过程中产生的所有废液和废物（包括检测后的残液）应置于密闭容器中集中收集和保管，做好标记贴上标签，委托有资质的单位处理。

附 录 A
(规范性附录)

目标化合物的特征离子、方法检出限和测定下限

表 A.1 按出峰顺序给出了目标化合物、内标物的中英文名称、定量内标、定量离子和辅助离子，以及方法的检出限和测定下限。

表 A.1 目标化合物的特征离子、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)	全扫描模式		SIM 模式	
							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	5	20	0.7	2.8
2	1,1-二氯乙烯	1,1-Dichloroethene	目标化合物	1	96	61, 63	6	24	1.3	5.2
3	二氯甲烷	Methylene chloride	目标化合物	1	84	86, 49	7	28	0.6	2.4
4	反式-1,2-二氯乙烯	<i>trans</i> -1,2-dichloroethene	目标化合物	1	96	61, 98	4	16	0.6	2.4
5	1,1-二氯乙烷	1,1-Dichloroethane	目标化合物	1	63	65, 83	5	20	0.7	2.8
6	顺式-1,2-二氯乙烯	<i>cis</i> -1,2-Dichloroethene	目标化合物	1	96	61, 98	3	12	0.5	2.0
7	2,2-二氯丙烷	2,2-Dichloropropane	目标化合物	1	77	41, 97	7	28	0.5	2.0
8	溴氯甲烷	Bromochloromethane	目标化合物	1	128	49, 130	6	24	0.4	1.6
9	氯仿	Chloroform	目标化合物	1	83	85, 47	3	12	1.1	4.4
10	1,1,1-三氯乙烷	1,1,1-Trichloroethane	目标化合物	1	97	99, 61	3	12	0.8	3.2
11	1,1-二氯丙烯	1,1-Dichloropropene	目标化合物	1	75	110, 77	4	16	1.0	4.0
12	四氯化碳	Carbon tetrachloride	目标化合物	1	117	119, 121	3	12	0.8	3.2
13	1,2-二氯乙烷	1,2-Dichloroethane	目标化合物	1	62	64, 98	4	16	0.8	3.2
14	苯	Benzene	目标化合物	1	78	77, 51	3	12	0.8	3.2
15	氟苯	Fluorobenzene	内标 1	—	96	77	—	—	—	—
16	三氯乙烯	Trichloroethylene	目标化合物	1	95	130, 132	6	24	0.8	3.2
17	1,2-二氯丙烷	1,2-Dichloropropane	目标化合物	1	63	41, 112	5	20	0.8	3.2
18	二溴甲烷	Dibromomethane	目标化合物	1	93	95, 174	4	16	0.7	2.8
19	一溴二氯甲烷	Bromodichloromethane	目标化合物	1	83	85, 127	3	12	0.6	2.4
20	顺-1,3-二氯丙烯	<i>cis</i> -1,3-Dichloropropene	目标化合物	1	75	39, 77	7	28	1.2	4.8
21	甲苯	Toluene	目标化合物	1	91	92	3	12	1.0	4.0
22	反-1,3-二氯丙烯	<i>trans</i> -1,3-Dichloropropene	目标化合物	1	75	39, 77	8	32	1.1	4.4
23	1,1,2-三氯乙烷	1,1,2-Trichloroethane	目标化合物	1	83	97, 85	5	20	0.9	3.6
24	四氯乙烯	Tetrachloroethylene	目标化合物	1	166	168, 129	3	12	0.8	3.2
25	1,3-二氯丙烷	1,3-Dichloropropane	目标化合物	1	76	41, 78	5	20	0.9	3.6
26	二溴一氯甲烷	Dibromochloromethane	目标化合物	1	129	127, 131	4	16	0.9	3.6
27	1,2-二溴乙烷	1,2-Dibromoethane	目标化合物	1	107	109, 188	5	20	0.6	2.4
28	氯苯	Chlorobenzene	目标化合物	2	112	77, 114	4	16	1.0	4.0
29	1,1,1,2-四氯乙烷	1,1,1,2-Tetrachloroethane	目标化合物	2	131	133, 119	6	24	0.6	2.4
30	乙苯	Ethylbenzene	目标化合物	2	91	106	4	16	1.0	4.0
31/32	对/间-二甲苯	<i>m,p</i> -Xylene	目标化合物	2	106	91	8	32	0.7	2.8

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>)	全扫描模式		SIM 模式	
							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	邻-二甲苯	<i>o</i> -Xylene	目标化合物	2	106	91	4	16	0.8	3.2
34	苯乙烯	Styrene	目标化合物	2	104	78, 103	5	20	0.8	3.2
35	三溴甲烷	Bromoform	目标化合物	2	173	175, 254	6	24	0.9	3.6
36	异丙苯	Isopropylbenzene	目标化合物	2	105	120	3	12	0.9	3.6
37	1,1,2,2-四氯乙烷	1,1,2,2-Tetrachloroethane	目标化合物	2	83	131, 85	7	28	0.9	3.6
38	溴苯	Bromobenzene	目标化合物	2	156	77, 158	4	16	1.0	4.0
39	1,2,3-三氯丙烷	1,2,3-Trichloropropane	目标化合物	2	75	110, 77	8	32	0.6	2.4
40	正丙苯	<i>n</i> -Propylbenzene	目标化合物	2	91	120	4	16	0.7	2.8
41	2-氯甲苯	2-Chlorotoluene	目标化合物	2	91	126	3	12	0.5	2.0
42	1,3,5-三甲基苯	1,3,5-Trimethylbenzene	目标化合物	2	105	120	4	16	0.5	2.0
43	4-氯甲苯	4-Chlorotoluene	目标化合物	2	91	126	5	20	1.7	6.8
44	叔丁基苯	<i>tert</i> -Butylbenzene	目标化合物	2	119	91, 134	3	12	0.8	3.2
45	1,2,4-三甲基苯	1,2,4-trimethylbenzene	目标化合物	2	105	120	3	12	0.5	2.0
46	仲丁基苯	<i>sec</i> -Butylbenzene	目标化合物	2	105	134	4	16	0.6	2.4
47	1,3-二氯苯	1,3-Dichlorobenzene	目标化合物	2	146	111, 148	3	12	1.0	4.0
48	4-异丙基甲苯	4-Isopropyltoluene	目标化合物	2	119	134, 91	3	12	0.6	2.4
49	1,4-二氯苯	1,4-Dichlorobenzene	目标化合物	2	146	111, 148	5	20	0.8	3.2
50	正丁基苯	<i>n</i> -Butylbenzene	目标化合物	2	91	92, 134	3	12	0.6	2.4
51	1,2-二氯苯- d_4	1,2-Dichlorobenzene- d_4	内标 2	—	150	115, 152	—	—	—	—
52	1,2-二氯苯	1,2-Dichlorobenzene	目标化合物	2	146	111, 148	3	12	0.9	3.6
53	1,2-二溴-3-氯丙烷	1,2-Dibromo-3-chloropropane	目标化合物	2	157	75, 155	10	40	0.8	3.2
54	1,2,4-三氯苯	1,2,4-Trichlorobenzene	目标化合物	2	180	182, 145	6	24	0.7	2.8
55	六氯丁二烯	Hexachlorobutadiene	目标化合物	2	225	223, 227	7	28	0.6	2.4
56	萘	Naphthalene	目标化合物	2	128	—	8	32	0.6	2.4
57	1,2,3-三氯苯	1,2,3-Trichlorobenzene	目标化合物	2	180	182, 145	8	32	0.5	2.0

附录 B
(资料性附录)
参考色谱图

附录 B 给出了用 60 m×0.25 mm, 膜厚 1.4 μm (6%腈丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷固定液) 毛细管柱分析, Scan 模式和 SIM 模式总离子流色谱图。

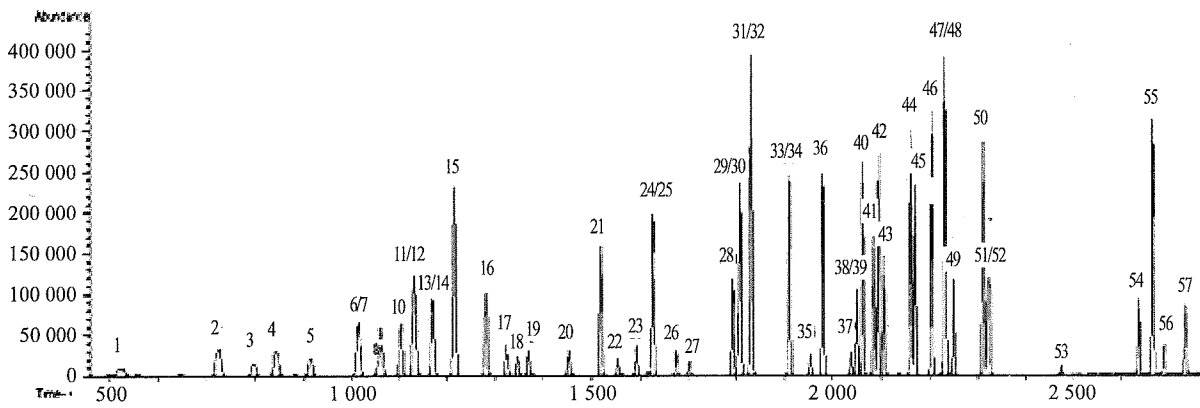


图 B.1 Scan 模式总离子流色谱图

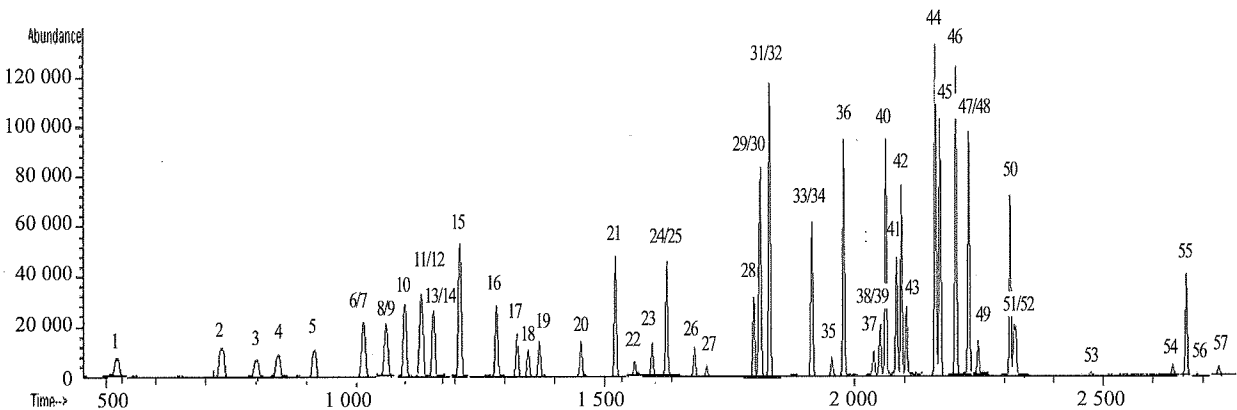


图 B.2 SIM 模式总离子流色谱图

出峰顺序: 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; 6/7-顺式-1,2-二氯乙烯/2,2-二氯丙烷; 8-溴氯甲烷; 9-三氯甲烷; 10-1,1,1-三氯乙烷; 11/12-1,1-二氯乙烯/四氯化碳; 13/14-1,2-二氯乙烷/苯; 15-氟苯 (内标 1); 16-三氯乙烯; 17-1,2-二氯丙烷; 18-二溴甲烷; 19-一溴二氯甲烷; 20-顺式-1,3-二氯丙烯; 21-甲苯; 22-反式-1,3-二氯丙烯; 23-1,1,2-三氯乙烷; 24/25-四氯乙烯/1,3-二氯丙烷; 26-二溴一氯甲烷; 27-1,2-二溴乙烷; 28-氯苯; 29/30-1,1,1,2-四氯乙烯/乙苯; 31/32: 对/间-二甲苯; 33-邻-二甲苯; 34-苯乙烯; 35-三溴甲烷; 36-异丙苯; 37-1,1,2,2-四氯乙烯; 38/39-溴苯/1,2,3-三氯丙烷; 40-正丙苯; 41-2-氯甲苯; 42-1,3,5-三甲基苯; 43-4-氯甲苯; 44-叔丁基苯; 45-1,2,4-三甲基苯; 46-仲丁基苯; 47-1,3-二氯苯; 48-4-异丙基甲苯; 49-1,4-二氯苯; 50-正丁基苯; 51-1,2-二氯苯-d₄ (内标 2); 52-1,2-二氯苯; 53-1,2-二溴-3-氯丙烷; 54-1,2,4-三氯苯; 55-六氯丁二烯; 56-萘; 57-1,2,3-三氯苯。

附 录 C
(资料性附录)
方法精密度和准确度

表 C.1 给出了方法重复性限、再现性限等精密度指标。

表 C.1 方法精密度

序号	化合物名称	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	20.0	1.3~8.2	14	2.4	7.9
		96.1	1.2~11	12	15	35
		196	1.2~6.7	2.0	28	28
2	1,1-二氯乙烯	19.4	1.7~5.5	9.3	1.8	5.3
		93.7	3.6~11	11	18	31
		195	1.8~5.7	3.1	19	24
3	二氯甲烷	22.5	1.0~9.1	10	4.1	7.3
		93.0	0.7~7.4	8.8	12	26
		197	1.3~6.4	2.3	19	22
4	反式-1,2-二氯乙烯	18.8	1.4~6.4	8.5	2.3	4.9
		94.6	0.6~13	8.0	15	25
		196	0.2~5.8	1.3	16	16
5	1,1-二氯乙烷	18.9	1.3~2.6	8.3	1.1	4.5
		88.6	0.4~15	15	12	39
		196	0.6~5.7	2.2	19	21
6	顺式-1,2-二氯乙烯	18.6	2.3~9.2	16	3.3	8.5
		87.3	1.1~20	16	30	46
		167	3.9~17	14	46	77
7	2,2-二氯丙烷	20.6	5.7~17	26	6.0	16
		93.9	0.9~4.9	7.4	6.4	21
		201	1.1~5.2	0.9	17	16
8	溴氯甲烷	18.3	1.8~7.9	8.8	2.1	4.9
		91.2	1.1~4.7	7.0	6.7	19
		201	1.2~6.1	1.6	19	20
9	三氯甲烷	18.9	0.6~3.1	7.7	1.1	4.2
		95.8	0.4~5.2	8.9	6.3	25
		200	0.9~6.2	1.8	20	21
10	1,1,1-三氯乙烷	19.3	0.9~2.5	6.4	0.9	3.5
		96.5	0.6~9.9	8.2	14	26
		200	0.9~5.7	1.6	18	19
11	1,1-二氯丙烯	19.7	1.4~2.5	6.4	1.1	3.7
		99.2	0.8~11	8.1	17	28
		203	1.6~5.9	2.5	20	23

续表

序号	化合物名称	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 / ($\mu\text{g/L}$)
12	四氯化碳	18.7	1.4~6.3	14	2.3	7.3
		92.3	1.1~7.0	6.8	9.5	20
		206	1.3~6.1	3.4	18	26
13	1,2-二氯乙烷	19.3	1.6~5.4	13	1.6	7.0
		96.6	0.7~3.9	5.9	6.8	18
		197	1.3~6.0	2.2	20	22
14	苯	19.2	1.6~3.7	11	1.4	5.7
		98.6	0.6~1.4	9.3	3.1	26
		201	0.7~5.8	0.9	15	15
15	三氯乙烯	17.6	14~24	20	8.8	13
		95.7	0.6~20	12	32	43
		215	3.1~20	7.3	81	86
16	1,2-二氯丙烷	17.8	2.2~5.9	7.7	2.2	4.4
		97.9	0.6~19	5.5	21	25
		198	0.8~6.5	1.7	19	19
17	二溴甲烷	18.4	3.8~5.7	6.5	2.6	4.1
		97.2	0.9~3.4	8.7	6.3	25
		203	1.8~6.4	1.3	19	19
18	一溴二氯甲烷	18.4	1.5~3.6	7.5	1.4	4.1
		95.8	1.0~3.1	6.7	6.0	19
		198	1.5~6.5	1.3	20	19
19	顺式-1,3-二氯丙烯	16.1	2.1~14	5.2	3.7	4.1
		91.8	0.6~27	7.3	30	33
		189	1.6~8.4	5.9	27	40
20	甲苯	15.6	1.0~14	3.9	4.0	4.0
		92.1	0.7~5.6	9.9	7.8	27
		211	0.4~6.1	3.3	19	26
21	反式-1,3-二氯丙烯	18.1	2.2~9.9	17	3.4	9.0
		92.3	0.8~28	12	30	41
		187	1.9~11	7.2	35	49
22	1,1,2-三氯乙烷	19.9	3.6~7.0	8.5	2.9	5.4
		96.3	0.4~7.6	14	9.8	38
		197	1.1~5.7	2.0	20	21
23	四氯乙烯	18.8	1.2~3.8	5.5	1.2	3.1
		96.5	0.5~7.4	8.2	9.6	24
		207	1.3~6.0	3.6	19	27
24	1,3-二氯丙烷	17.2	2.3~7.4	3.4	2.2	2.6
		92.1	1.4~16	8.0	18	27
		202	1.0~6.3	1.7	18	19
25	二溴一氯甲烷	18.6	1.6~4.0	4.5	1.6	2.7
		97.7	0.4~4.5	6.4	6.1	19
		199	1.6~2.0	1.1	19	18

续表

序号	化合物名称	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 / ($\mu\text{g/L}$)
26	1,2-二溴乙烷	17.7	3.7~7.5	3.2	2.7	2.9
		91.1	0.6~5.0	6.4	7.6	18
		200	1.0~6.7	2.4	21	24
27	氯苯	19.2	1.8~3.2	6.0	1.3	3.4
		92.5	0.6~8.7	4.6	11	16
		192	0.7~6.1	1.9	18	19
28	1,1,1,2-四氯乙烷	17.4	2.1~23	27	5.6	14
		94.8	0.6~6.9	9.1	0.1	26
		181	0.8~18	6.3	47	54
29	乙苯	16.7	2.3~8.0	3.4	2.7	2.9
		98.7	0.8~8.9	12	13	34
		202	1.1~7.8	3.1	27	31
30/31	对/间-二甲苯	39.9	0.5~3.0	4.1	1.8	4.9
		205	0.5~6.4	7.9	21	50
		391	1.1~8.3	2.1	54	54
32	邻-二甲苯	16.4	2.0~9.4	3.0	3.1	3.2
		98.0	1.0~11	7.5	14	24
		212	1.0~7.6	2.6	26	28
33	苯乙烯	17.2	2.5~9.5	13	2.6	6.6
		94.6	0.8~9.3	9.3	12	26.7
		216	0.7~3.5	1.5	11	14
34	三溴甲烷	20.6	3.9~9.4	14	3.0	8.4
		95.6	1.0~12	14	18	39
		185	0.8~15	3.9	39	41
35	异丙苯	17.2	1.4~6.7	4.2	2.3	2.9
		96.0	0.5~7.6	8.9	13	27
		210	0.9~8.6	3.6	32	37
36	1,1,2,2-四氯乙烷	18.3	5.1~20	7.4	7.7	8.0
		104	1.0~16	8.4	35	40
		176	8.2~18	9.5	71	81
37	溴苯	19.4	1.8~3.7	6.3	1.4	3.7
		98.5	0.6~9.4	13	13	37
		198	0.7~3.4	1.8	12	15
38	1,2,3-三氯乙烷	20.8	3.4~24	8.6	6.4	7.7
		102	1.0~9.5	8.7	17	30
		183	1.7~11	3.6	34	36
39	正丙苯	17.6	1.2~5.5	5.2	2.0	3.2
		97.9	0.8~7.0	7.2	11	22
		210	0.5~6.6	3.1	23	28
40	2-氯甲苯	20.0	1.1~3.6	8.8	1.2	5.0
		93.4	0.7~13	13	13	34
		206	1.0~5.3	1.9	18	20

续表

序号	化合物名称	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 / ($\mu\text{g/L}$)
41	1,3,5-三甲基苯	18.7	1.5~3.8	6.2	1.5	3.5
		95.3	0.6~7.6	7.9	11	24
		208	1.0~6.1	2.4	21	24
42	4-氯甲苯	19.8	1.3~4.9	7.1	1.7	4.2
		94.8	0.6~9.0	8.5	12	25
		209	0.9~2.5	1.4	11	13
43	叔丁基苯	18.1	1.4~4.7	5.8	1.8	3.4
		91.8	1.3~9.8	7.2	17	25
		210	0.8~8.5	3.7	31	36
44	1,2,4-三甲基苯	18.8	1.7~3.4	6.7	1.4	3.8
		96.2	0.7~8.1	6.5	11	21
		210	0.5~4.4	1.6	15	17
45	仲丁基苯	19.5	1.6~4.6	8.6	1.6	4.9
		93.8	1.9~11	11	18	32
		207	1.1~8.1	4.2	30	37
46	1,3-二氯苯	20.3	2.0~6.2	8.1	2.1	5.0
		99.9	1.3~17	18	26	54
		208	1.0~5.9	2.5	17	22
47	4-异丙基甲苯	20.1	2.0~8.2	8.1	2.7	5.1
		104	2.4~23	13	35	48
		208	1.6~4.4	2.5	18	22
48	1,4-二氯苯	19.2	1.6~5.5	8.6	1.8	4.9
		96.0	0.9~9.5	11	12	31
		209	1.2~3.0	3.6	23	30
49	正丁基苯	20.4	1.8~7.8	8.5	2.6	5.4
		95.8	1.6~11	6.1	16	22
		209	1.6~7.8	6.1	25	43
50	1,2-二氯苯	21.2	1.8~8.9	9.7	2.6	6.3
		97.2	0.7~4.8	5.5	6.9	17
		203	0.7~1.4	0.8	6.8	7.7
51	1,2-二溴-3-氯丙烷	19.0	7.6~18	3.7	7.0	6.7
		94.7	2.4~16	12	22	37
		198	2.4~7.6	2.8	27	30
52	1,2,4-三氯苯	21.7	4.1~18	9.5	6.1	8.0
		93.6	0.8~17	8.3	22	30
		214	2.6~16	6.9	43	57
53	六氯丁二烯	19.7	4.8~17	16	6.0	11
		97.6	1.2~14	9.3	20	32
		199	3.9~15	7.5	44	58
54	萘	19.1	6.8~18	7.9	6.8	7.5
		89.9	2.7~21	6.9	27	31
		216	1.9~2.3	8.7	51	71

续表

序号	化合物名称	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 / ($\mu\text{g/L}$)
55	1,2,3-三氯苯	22.3	3.7~19	12	7.7	9.9
		95.6	0.8~6.6	8.0	13	25
		211	2.0~15	6.3	38	51

表 C.2 给出了测定地表水和废水时, 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。

表 C.2 方法的准确度

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度/ ($\mu\text{g/L}$)	$\bar{p}/\%$	$S_{\bar{p}}$	$\bar{p} \pm 2S_{\bar{p}}/\%$
1	氯乙烯	地表水	20.0	91.3	9.0	91.3 \pm 17.9
		地表水	100	96.9	6.2	96.9 \pm 12.4
		废水	50.0	98.5	10.0	98.5 \pm 19.9
		废水	200	99.4	9.3	99.4 \pm 18.6
2	1,1-二氯乙烯	地表水	20.0	98.0	3.3	98.0 \pm 6.6
		地表水	100	98.0	4.0	98.0 \pm 8.0
		废水	50.0	99.6	3.8	99.6 \pm 7.5
		废水	200	99.4	9.7	99.4 \pm 19.3
3	二氯甲烷	地表水	20.0	101	11.2	101 \pm 22.3
		地表水	100	96.3	7.4	96.3 \pm 14.8
		废水	50.0	94.4	8.3	94.4 \pm 16.5
		废水	200	98.5	3.3	98.5 \pm 6.5
4	反式-1,2-二氯乙烯	地表水	20.0	105	6.0	105 \pm 12.0
		地表水	100	97.7	1.4	97.7 \pm 2.7
		废水	50.0	92.0	13.2	92.0 \pm 26.3
		废水	200	102	2.1	102 \pm 4.2
5	1,1-二氯乙烷	地表水	20.0	97.3	3.4	97.3 \pm 6.7
		地表水	100	93.6	8.4	93.6 \pm 16.7
		废水	50.0	97.8	6.2	97.8 \pm 12.3
		废水	200	97.4	10.6	97.4 \pm 21.2
6	顺式-1,2-二氯乙烯	地表水	20.0	99.4	10.9	99.4 \pm 21.8
		地表水	100	92.4	5.3	92.4 \pm 10.6
		废水	50.0	94.9	8.3	94.9 \pm 16.6
		废水	200	86.8	9.4	86.8 \pm 18.7
7	2,2-二氯丙烷	地表水	20.0	103	18.0	103 \pm 36.0
		地表水	100	98.4	1.3	98.4 \pm 2.5
		废水	50.0	91.4	11.5	91.4 \pm 22.9
		废水	200	99.2	3.7	99.2 \pm 7.4
8	溴氯甲烷	地表水	20.0	95.6	16.8	95.6 \pm 33.5
		地表水	100	97.6	6.1	97.6 \pm 12.2
		废水	50.0	97.7	5.0	97.7 \pm 10.0
		废水	200	100	5.8	100 \pm 11.5

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度/ (μg/L)	$\bar{p}/\%$	$S_{\bar{p}}$	$\bar{p} \pm 2S_{\bar{p}}/\%$
9	三氯甲烷	地表水	20.0	95.1	8.9	95.1±17.7
		地表水	100	99.2	4.7	99.2±9.4
		废水	50.0	100	7.3	100±14.5
		废水	200	99.9	4.6	99.9±9.1
10	1,1,1-三氯乙烷	地表水	20.0	96.6	7.5	96.6±14.9
		地表水	100	97.2	7.6	97.2±15.1
		废水	50.0	95.7	12.6	95.7±25.1
		废水	200	104	5.8	104±11.6
11	1,1-二氯丙烯	地表水	20.0	99.9	1.8	99.9±3.5
		地表水	100	101	2.8	101±5.6
		废水	50.0	96.1	10.4	96.1±20.8
		废水	200	104	9.3	104±18.5
12	四氯化碳	地表水	20.0	93.9	5.5	93.9±11.0
		地表水	100	95.4	5.2	95.4±10.3
		废水	50.0	96.9	8.5	96.9±17.0
		废水	200	107	14.9	107±29.7
13	1,2-二氯乙烷	地表水	20.0	90.6	6.3	90.6±12.6
		地表水	100	99.1	8.0	99.1±15.9
		废水	50.0	89.2	15.4	89.2±30.8
		废水	200	98.8	13.1	98.8±26.1
14	苯	地表水	20.0	92.6	6.0	92.6±12.0
		地表水	100	98.1	3.0	98.1±6.0
		废水	50.0	105	12.4	105±24.8
		废水	200	95.3	12.2	95.3±24.3
15	三氯乙烯	地表水	20.0	94.1	16.1	94.1±32.2
		地表水	100	98.2	8.9	98.2±17.8
		废水	50.0	95.2	9.5	95.2±19.0
		废水	200	94.9	8.3	94.9±16.6
16	1,2-二氯丙烷	地表水	20.0	93.0	13.1	93.3±26.1
		地表水	100	97.4	6.2	97.4±12.4
		废水	50.0	98.8	7.3	98.8±14.6
		废水	200	102	4.0	102±7.9
17	二溴甲烷	地表水	20.0	95.3	1.7	95.3±3.3
		地表水	100	97.4	1.5	97.4±3.0
		废水	50.0	99.0	3.0	99.0±6.0
		废水	200	103	3.8	103±7.6
18	一溴二氯甲烷	地表水	20.0	95.0	4.9	95.0±9.8
		地表水	100	97.4	5.7	97.4±11.3
		废水	50.0	101	4.9	101±9.8
		废水	200	99.6	4.0	99.6±8.1
19	顺式-1,3-二氯丙烯	地表水	20.0	87.9	7.2	87.9±14.4
		地表水	100	92.5	4.3	92.5±8.5
		废水	50.0	93.9	12.8	93.9±25.6
		废水	200	97.2	8.0	97.2±16.0

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度/($\mu\text{g/L}$)	$\bar{p}/\%$	$S_{\bar{p}}$	$\bar{p} \pm 2S_{\bar{p}}/\%$
20	甲苯	地表水	20.0	81.0	7.9	81.0 ± 15.8
		地表水	100	96.8	5.3	96.8 ± 10.6
		废水	50.0	90.4	16.1	90.4 ± 32.1
		废水	200	108	6.5	108 ± 12.9
21	反式-1,3-二氯丙烯	地表水	20.0	84.5	8.7	84.5 ± 17.4
		地表水	100	92.7	5.6	92.7 ± 11.2
		废水	50.0	90.4	16.5	90.4 ± 32.9
		废水	200	102	13.8	102 ± 27.5
22	1,1,2-三氯乙烷	地表水	20.0	93.1	11.8	93.1 ± 23.5
		地表水	100	97.9	6.2	97.9 ± 12.4
		废水	50.0	92.6	17.8	92.6 ± 35.6
		废水	200	102	16.0	102 ± 31.9
23	四氯乙烯	地表水	20.0	96.3	7.0	96.3 ± 14.0
		地表水	100	96.9	3.1	96.9 ± 6.2
		废水	50.0	98.4	5.1	98.4 ± 10.2
		废水	200	100	10.3	100 ± 20.6
24	1,3-二氯丙烷	地表水	20.0	89.7	4.7	89.7 ± 9.4
		地表水	100	97.4	3.4	97.4 ± 6.8
		废水	50.0	97.4	4.4	97.4 ± 8.7
		废水	200	99.6	6.1	99.6 ± 12.2
25	二溴一氯甲烷	地表水	20.0	91.3	4.6	91.3 ± 9.1
		地表水	100	97.6	2.3	97.6 ± 4.6
		废水	50.0	98.4	3.3	98.4 ± 6.6
		废水	200	96.9	7.8	96.9 ± 15.6
26	1,2-二溴乙烷	地表水	20.0	91.0	3.7	91.0 ± 7.4
		地表水	100	96.0	2.0	96.0 ± 4.0
		废水	50.0	97.4	6.0	97.4 ± 12.0
		废水	200	96.7	6.6	96.7 ± 13.1
27	氯苯	地表水	20.0	95.3	4.9	95.3 ± 9.8
		地表水	100	96.1	3.6	96.1 ± 7.17
		废水	50.0	91.9	15.4	91.9 ± 30.8
		废水	200	99.2	6.2	99.2 ± 12.3
28	1,1,1,2-四氯乙烷	地表水	20.0	93.1	17.9	93.1 ± 35.7
		地表水	100	97.9	5.2	97.9 ± 10.4
		废水	50.0	108	17.5	108 ± 35.0
		废水	200	95.8	9.0	95.8 ± 17.9
29	乙苯	地表水	20.0	86.9	17.7	86.9 ± 35.4
		地表水	100	101	4.8	101 ± 9.6
		废水	50.0	105	4.9	105 ± 9.7
		废水	200	108	4.8	108 ± 9.6
30/31	对/间-二甲苯	地表水	20.0	96.0	5.7	96.0 ± 11.3
		地表水	100	101	1.8	101 ± 3.6
		废水	50.0	112	6.2	112 ± 12.3
		废水	200	107	3.3	107 ± 6.5

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度/($\mu\text{g/L}$)	$\bar{p}/\%$	$S_{\bar{p}}$	$\bar{p} \pm 2S_{\bar{p}}/\%$
32	邻-二甲苯	地表水	20.0	91.7	17.5	91.7 \pm 35.0
		地表水	100	96.2	7.2	96.2 \pm 14.4
		废水	50.0	98.2	5.0	98.2 \pm 10.0
		废水	200	105	10.1	105 \pm 20.2
33	苯乙烯	地表水	20.0	95.4	15.0	95.4 \pm 29.9
		地表水	100	97.7	3.0	97.7 \pm 5.9
		废水	50.0	97.2	5.4	97.2 \pm 10.8
		废水	200	104	9.6	104 \pm 19.2
34	三溴甲烷	地表水	20.0	95.8	14.6	95.8 \pm 29.1
		地表水	100	95.8	6.9	95.8 \pm 13.8
		废水	50.0	107	14.9	107 \pm 29.7
		废水	200	99.2	7.4	99.5 \pm 14.7
35	异丙苯	地表水	20.0	94.4	8.7	94.4 \pm 17.4
		地表水	100	98.8	2.7	98.8 \pm 5.3
		废水	50.0	107	4.2	107 \pm 8.4
		废水	200	108	7.1	108 \pm 14.2
36	1,1,2,2-四氯乙烷	地表水	20.0	93.7	4.8	93.7 \pm 9.6
		地表水	100	105	7.4	105 \pm 14.7
		废水	50.0	104	9.0	104 \pm 17.9
		废水	200	100	11.2	100 \pm 22.3
37	溴苯	地表水	20.0	101	8.6	101 \pm 17.1
		地表水	100	100	7.3	100 \pm 14.5
		废水	50.0	96.0	7.8	96.0 \pm 15.6
		废水	200	101	7.7	101 \pm 15.3
38	1,2,3-三氯丙烷	地表水	20.0	98.9	8.2	98.9 \pm 16.4
		地表水	100	99.6	5.7	99.6 \pm 11.3
		废水	50.0	107	10.1	107 \pm 20.1
		废水	200	96.5	6.2	96.5 \pm 12.4
39	正丙苯	地表水	20.0	97.8	9.7	97.8 \pm 19.4
		地表水	100	96.5	4.1	96.5 \pm 8.1
		废水	50.0	98.6	8.3	98.6 \pm 16.6
		废水	200	107	7.6	107 \pm 15.2
40	2-氯甲苯	地表水	20.0	98.3	9.2	98.3 \pm 18.4
		地表水	100	94.8	6.3	94.8 \pm 12.5
		废水	50.0	102	9.0	102 \pm 17.9
		废水	200	100	7.5	100 \pm 15.0
41	1,3,5-三甲基苯	地表水	20.0	95.5	3.3	95.5 \pm 6.6
		地表水	100	99.4	2.4	99.4 \pm 4.7
		废水	50.0	105	8.9	105 \pm 17.8
		废水	200	98.6	8.3	98.6 \pm 16.5
42	4-氯甲苯	地表水	20.0	101	8.2	101 \pm 16.4
		地表水	100	97.4	3.3	97.4 \pm 6.5
		废水	50.0	90.2	14.4	105 \pm 17.9
		废水	200	102	9.8	102 \pm 19.5

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度/ (μg/L)	$\bar{p}/\%$	$S_{\bar{p}}$	$\bar{p} \pm 2S_{\bar{p}}/\%$
43	叔丁基苯	地表水	20.0	93.3	6.2	93.3±12.4
		地表水	100	96.8	4.5	96.8±9.0
		废水	50.0	109	7.8	109±15.6
		废水	200	100	8.9	100±17.8
44	1,2,4-三甲基苯	地表水	20.0	91.7	10.7	91.7±21.4
		地表水	100	98.5	2.5	98.5±5.0
		废水	50.0	101	12.9	101±25.7
		废水	200	99.6	10.8	99.6±21.6
45	仲丁基苯	地表水	20.0	103	3.5	103±6.9
		地表水	100	96.6	3.6	96.6±7.1
		废水	50.0	99.3	8.2	99.3±16.3
		废水	200	103	9.1	103±18.2
46	1,3-二氯苯	地表水	20.0	101	7.4	101±14.8
		地表水	100	103	15.9	103±31.7
		废水	50.0	96.9	3.7	96.9±7.3
		废水	200	100	7.7	100±15.4
47	4-异丙基甲苯	地表水	20.0	101	6.0	101±12.0
		地表水	100	102	12.4	102±24.8
		废水	50.0	96.7	8.9	96.7±17.7
		废水	200	98.3	7.6	98.3±15.1
48	1,4-二氯苯	地表水	20.0	98.7	5.1	98.7±10.1
		地表水	100	98.4	6.9	98.4±13.7
		废水	50.0	105	8.5	105±16.9
		废水	200	102	12.3	102±24.6
49	正丁基苯	地表水	20.0	103	6.0	103±11.9
		地表水	100	98.3	3.1	98.3±6.2
		废水	50.0	101	4.9	101±9.8
		废水	200	98.8	14.7	98.8±29.3
50	1,2-二氯苯	地表水	20.0	101	13.8	101±27.5
		地表水	100	98.1	3.0	98.1±5.9
		废水	50.0	103	10.6	103±21.2
		废水	200	94.4	12.1	94.4±24.2
51	1,2-二溴-3-氯丙烷	地表水	20.0	100	7.0	100±13.9
		地表水	100	95.0	6.2	95.0±12.4
		废水	50.0	111	7.2	111±14.3
		废水	200	100	13.0	100±25.9
52	1,2,4-三氯苯	地表水	20.0	107	12.8	107±25.5
		地表水	100	91.2	4.3	91.2±8.6
		废水	50.0	78.1	16.2	78.1±32.3
		废水	200	97.0	5.5	97.0±11.0
53	六氯丁二烯	地表水	20.0	101	11.3	101±22.5
		地表水	100	96.5	3.9	96.5±7.7
		废水	50.0	101	8.6	101±17.1
		废水	200	107	14.5	107±29.0

续表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度/($\mu\text{g/L}$)	$\bar{p}/\%$	$S_{\bar{p}}$	$\bar{p} \pm 2S_{\bar{p}}/\%$
54	萘	地表水	20.0	97.6	9.6	97.6 \pm 19.1
		地表水	100	88.4	5.9	88.4 \pm 11.8
		废水	50.0	104	9.6	104 \pm 19.2
		废水	200	115	15.0	115 \pm 29.9
55	1,2,3-三氯苯	地表水	20.0	102	15.8	102 \pm 31.5
		地表水	100	94.1	8.2	94.1 \pm 16.3
		废水	50.0	90.2	9.7	90.2 \pm 19.4
		废水	200	105	6.7	105 \pm 13.3

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
顶空/气相色谱-质谱法
HJ 810—2016

*

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: 010-67113412

010-67125803

北京市联华印刷厂印刷

版权所有 违者必究

*

2016年10月第1版 开本 880×1230 1/16

2016年10月第1次印刷 印张 1.75

字数 60千字

统一书号: 135111·490

定价: 30.00元

*



135111490