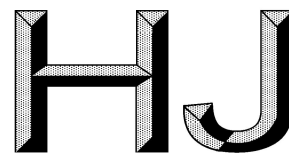


附件 4



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-20□□

水质 硝基酚类化合物的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法

Water quality—Determination of nitrophenol compounds
—Liquid chromatography triple quadrupole mass spectrometry

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□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 干扰和消除.....	1
5 试剂和材料.....	1
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.....	5
10 精密度和准确度.....	6
11 质量保证和质量控制.....	7
12 废物处理.....	8
附录 A（规范性附录） 方法的检出限和测定下限.....	9
附录 B（资料性附录） 质谱参考条件.....	10
附录 C（资料性附录） 方法的精密度和准确度.....	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，规范水中硝基酚类化合物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、生活污水和工业废水中4-硝基酚、2,4-二硝基酚、2,6-二硝基酚和2,4,6-三硝基酚的液相色谱-三重四极杆质谱法。

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。

本标准首次发布。

本标准由生态环境部环境监测司、科技标准司组织制订。

本标准起草单位：四川省环境监测总站。

本标准验证单位：重庆市生态环境监测中心、广元市环境监测中心站、攀枝花市环境监测中心站、泸州市环境监测中心站、宜宾市环境监测中心站和南充市环境监测中心站。

本标准生态环境部20□□年□□月□□日批准。

本标准自20□□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

水质 硝基酚类化合物的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法

警告：实验中的标准物质具有毒性，标准溶液的配制及样品前处理过程应在通风橱内进行；操作时应按要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中硝基酚类化合物的液相色谱-三重四极杆质谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中 4-硝基酚、2,4-二硝基酚、2,6-二硝基酚和 2,4,6-三硝基酚的测定。

当进样体积为 10 μl 时，方法检出限为 0.4 $\mu\text{g/L}$ ~0.6 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 1.6 $\mu\text{g/L}$ ~2.4 $\mu\text{g/L}$ 。具体见附录 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。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

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

3 方法原理

样品中的硝基酚类化合物经直接进样或酸碱分配净化后进样，用液相色谱-三重四极杆质谱法分离检测。根据目标化合物的保留时间和特征离子定性，内标法定量。

4 干扰和消除

液相色谱-三重四极杆质谱法存在基质效应干扰测定，可通过优化色谱条件、稀释样品、减少取样体积或进样体积以及对样品进行净化等方法降低或消除。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂，实验用水为新制备的不含目标物的纯水。

5.1 甲醇 (CH_3OH)：色谱纯。

5.2 二氯甲烷 (CH_2Cl_2)：色谱纯。

5.3 正己烷 (C_6H_{14})：色谱纯。

5.4 甲酸 (HCOOH)：色谱纯。

5.5 甲酸铵 (HCOONH_4)：色谱纯。

5.6 氨水 ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) : $\omega(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 25\% \sim 28\%$, 优级纯。

5.7 甲酸铵水溶液: $c(\text{HCOONH}_4) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

称取0.315 g甲酸铵(5.5)溶于适量实验用水中,溶解后移至500 ml容量瓶中,用实验用水定容至标线,混匀。

5.8 甲酸铵-甲酸缓冲液: $\text{pH} = 4.0$ 。

用甲酸(5.4)调节甲酸铵水溶液(5.7),使得 $\text{pH} = 4.0$ 。

5.9 二氯甲烷-正己烷混合溶液: 2+1。

用二氯甲烷(5.2)和正己烷(5.3)按2:1的体积比混合。

5.10 标准溶液

5.10.1 硝基酚类化合物标准贮备液: $\rho = 100 \text{ mg/L}$ 。

可购买有证标准溶液,也可用标准物质制备,标准物质纯度大于99.0%。

5.10.2 硝基酚类化合物标准使用液: $\rho = 5.0 \text{ mg/L}$ (参考浓度)。

吸取适量硝基酚类化合物标准贮备液(5.10.1),用甲醇(5.1)稀释,使得4种硝基酚类化合物的浓度均为5.0 mg/L。

5.10.3 内标贮备液: $\rho = 5000 \text{ mg/L}$ 。

内标物为2,4-二硝基苯酚- d_3 ,可直接购买有证标准溶液,也可用标准物质制备,标准物质纯度大于98.0%。

5.10.4 内标使用液: $\rho = 200 \mu\text{g/L}$ (参考浓度)。

将内标贮备液(5.10.3)按需要用甲醇(5.1)稀释。

注:标准溶液(5.10)均以甲醇(5.1)为溶剂,置于棕色密实瓶中冷冻避光保存,也可参照制造商的产品说明保存。使用前应恢复至室温,混匀。

5.11 微孔滤膜: 0.22 μm 醋酸纤维滤膜。

6 仪器和设备

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准 A 级玻璃量器。

6.1 液相色谱-三重四极杆质谱仪: 配有电喷雾离子源(ESI)。

6.2 色谱柱: 填料为 2.2 μm ODS, 柱长 75 mm, 内径 3.0 mm 的反相液相色谱柱或其他性能相近的色谱柱。

6.3 微量注射器或移液器: 10 μl 、50 μl 、100 μl 、500 μl 、1.0 ml。

6.4 离心机: 转速不低于 4000 r/min。

6.5 具塞离心管: 10 ml。

6.6 样品瓶: 250 ml 磨口棕色玻璃瓶。

6.7 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集和保存

按照HJ/T 91和HJ/T 164的相关规定进行样品的采集。样品采集时应充满样品瓶（6.6），不留空隙。在0℃~4℃冷藏避光保存，7 d内分析完毕。

7.2 试样的制备

7.2.1 直接进样法

取经微孔滤膜（5.11）过滤后的样品1.0 ml于棕色进样瓶中，加入10.0 μl内标使用液（5.10.4），混匀待测。

注：清洁样品可直接进样分析，基体复杂的样品应采用酸碱分配净化后进样分析。

7.2.2 酸碱分配净化

用氨水（5.6）或甲酸（5.4）调节样品 pH 值至 7~9，取 5 ml 样品置于具塞离心管（6.5）中，加入 1 ml 二氯甲烷-正己烷混合溶液（5.9），振荡 5 min，以 4000 r/min 的转速离心 5 min。吸取 3 ml 上层水相溶液（有机相在下层），用微孔滤膜（5.11）过滤，然后取 1.0 ml 滤液于棕色进样瓶中，加入 10.0 μl 内标使用液（5.10.4），混匀待测。

7.3 空白试样的制备

用实验用水代替样品，按照试样的制备（7.2）相同的步骤进行实验室空白试样的制备。

8 分析步骤

8.1 仪器参考条件

8.1.1 液相色谱参考条件

流动相 A：甲酸铵-甲酸缓冲液（5.8），流动相 B：甲醇（5.1），梯度洗脱程序见表 1；流速：0.2 ml/min；柱温：30℃；进样体积：10 μl。

表 1 液相色谱流动相梯度洗脱程序

时间/min	A%	B%
0.00	60	40
8.00	40	60
11.00	10	90
13.00	10	90
13.01	60	40
18.00	60	40

8.1.2 质谱参考条件

离子源：电喷雾离子源（ESI），负离子模式。

监测方式：多反应监测（MRM）。

其余条件参见附录B。

8.1.3 仪器调谐

不同厂家的仪器调谐参数存在一定差异，应按照仪器使用说明书在规定时间和频次内对质谱仪进行仪器质量数和灵敏度校正，以确保仪器处于最佳测试状态。

在仪器使用过程中，如发现仪器质量数出现明显偏差或灵敏度大幅度下降时，应立即对仪器重新进行质量数和灵敏度校正。

8.2 校准

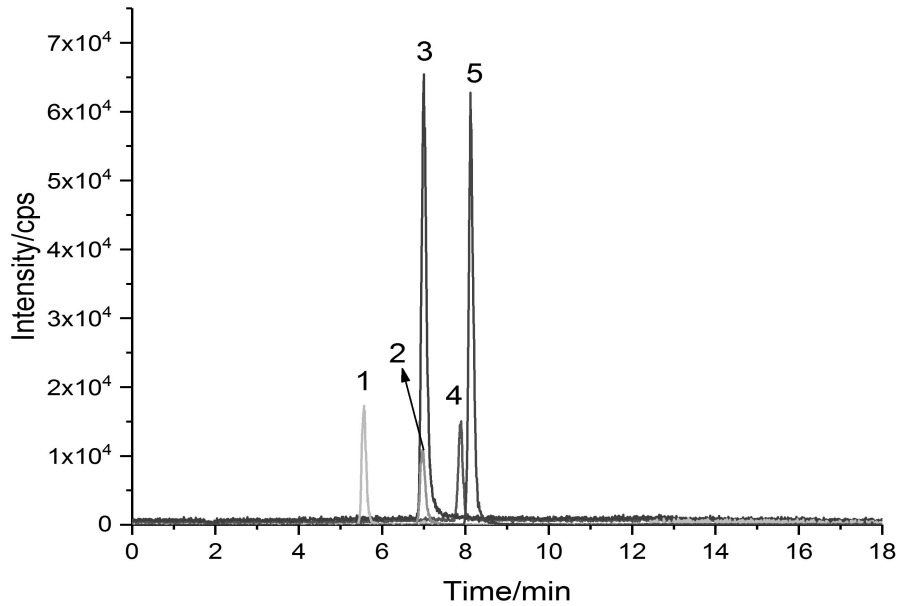
8.2.1 标准曲线的建立

取一定量的硝基酚类化合物标准使用液（5.10.2）于实验用水中，配制至少5个浓度点的标准系列溶液，硝基酚类化合物的质量浓度分别为1.0 μg/L、5.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、50.0 μg/L（此为参考浓度），取1.0 ml标准系列溶液于棕色进样瓶中，加入10.0 μl内标使用液（5.10.4），混匀待测。

按照仪器参考条件（8.1），由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进行测定。以目标物的质量浓度（μg/L）为横坐标，以其对应的响应值与内标物的响应值的比值和内标物浓度的乘积为纵坐标，建立标准曲线。

8.2.2 液相色谱-三重四极杆质谱标准谱图

在本标准推荐的仪器参考条件下，目标物的总离子流色谱图见图1（4种硝基酚类化合物的质量浓度为10.0 μg/L）。



1—2,6-二硝基酚；2—2,4-二硝基酚-d₃（内标物）；3—2,4-二硝基酚；4—4-硝基酚；5—2,4,6-三硝基酚

图1 4种硝基酚类化合物和内标物的总离子流色谱图

8.3 试样测定

按照与校准曲线的建立（8.2.1）相同的仪器条件进行试样（7.2）的测定。

8.4 空白试验

按照与试样测定（8.3）相同的仪器条件进行实验室空白试样（7.3）的测定。

9 结果计算与表示

9.1 定性分析

每种被测组分选择1个母离子和2个子离子进行监测。在相同的实验条件下，试样中待测组分的保留时间与标准样品中目标组分的保留时间的相对偏差的绝对值应小于2.5%；且待测样品谱图中，各组分定性离子的相对丰度（ K_{sam} ）与浓度接近的标准溶液谱图中对应的定性离子相对丰度（ K_{std} ）进行比较，偏差不超过表2中规定的范围，则可判定样品中存在对应的待测物。

$$K_{sam} = \frac{A_2}{A_1} \times 100\% \quad (1)$$

式中： K_{sam} ——样品中某组分定性离子的相对丰度，%；

A_2 ——样品中某组分定性离子的响应值；

A_1 ——样品中某组分定量离子的响应值。

$$K_{std} = \frac{A_{std2}}{A_{std1}} \times 100\% \quad (2)$$

式中： K_{std} ——标准样品中某组分定性离子的相对丰度，%；

A_{std2} ——标准样品中某组分定性离子的响应值；

A_{std1} ——标准样品中某组分定量离子的响应值。

表 2 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

$K_{std}/\%$	K_{sam} 允许的相对偏差/%
$K_{std} > 50$	± 20
$20 < K_{std} \leq 50$	± 25
$10 < K_{std} \leq 20$	± 30
$K_{std} \leq 10$	± 50

9.2 结果计算

目标化合物经定性鉴别后，根据其定量离子的响应值，用内标法定量。

样品中硝基酚类化合物的质量浓度（ $\mu\text{g/L}$ ），按照公式（3）进行计算：

$$\rho = \rho_1 \times f \quad (3)$$

式中： ρ ——样品中硝基酚类化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

ρ_1 ——根据校准曲线计算得到的试样中硝基酚类化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

f ——稀释倍数。

9.3 结果表示

当测定结果小于 10.0 $\mu\text{g/L}$ ，保留至小数点后一位；当结果大于等于 10.0 $\mu\text{g/L}$ 时，保留三位有效数字。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

10.1.1 直接进样法

6家实验室对含硝基酚类化合物浓度为1.0 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 的统一空白加标样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为2.4%~12%、2.1%~9.5%和1.0%~10%；实验室间相对标准偏差分别为5.5%~14%、3.8%~8.2%和3.3%~4.2%；重复性限分别

为0.2 µg/L、0.7 µg/L~0.8 µg/L和2.3 µg/L~3.3 µg/L；再现性限分别为0.2 µg/L~0.4 µg/L、0.9 µg/L~1.3 µg/L和3.0 µg/L~3.8 µg/L。

6家实验室对硝基酚类化合物加标浓度为5.0 µg/L、20.0 µg/L的实际样品（地表水和废水）进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为1.2%~7.9%和1.8%~10%；实验室间相对标准偏差分别为4.7%~20%和5.1%~12%；重复性限分别为0.5 µg/L~0.9 µg/L和2.1 µg/L~3.8 µg/L；再现性限分别为0.9 µg/L~3.4 µg/L和4.5 µg/L~7.1 µg/L。

10.1.2 酸碱分配净化

6家实验室对含硝基酚类化合物浓度为1.0 µg/L、5.0 µg/L、20.0 µg/L的统一空白加标样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为3.1%~14%、2.1%~9.5%和1.7%~9.9%；实验室间相对标准偏差分别为13%~18%、4.7%~5.7%和5.5%~7.2%；重复性限分别为0.2 µg/L~0.3 µg/L、0.7 µg/L~0.9 µg/L和2.6 µg/L~3.4 µg/L；再现性限分别为0.4 µg/L~0.6 µg/L、0.9 µg/L~1.1 µg/L和4.3 µg/L~5.1 µg/L。

6家实验室对硝基酚类化合物加标浓度为5.0 µg/L、20.0 µg/L的实际样品（地表水和废水）进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为1.4%~16%和2.0%~15%；实验室间相对标准偏差分别为9.7%~20%和4.5%~12%；重复性限分别为0.9 µg/L~1.3 µg/L和2.9 µg/L~4.8 µg/L；再现性限分别为1.7 µg/L~3.3 µg/L和3.9 µg/L~7.4 µg/L。

精密度结果统计具体参见附录 C。

10.2 准确度

10.2.1 直接进样法

6家实验室对地表水进行了加标分析测定，加标浓度分别为5.0 µg/L和20.0 µg/L：加标回收率范围分别为81.6%~107%和85.5%~116%，加标回收率最终值分别为93.5%±20.2%~97.3%±14.9%和99.8%±22.0%~105%±18.3%。

6家实验室对废水进行了加标分析测定，加标浓度分别为5.0 µg/L和20.0 µg/L：加标回收率范围分别为81.2%~114%和84.0%~116%，加标回收率最终值分别为94.1%±15.9%~99.6%±24.8%和96.3%±17.5%~105%±20.6%。

10.2.2 酸碱分配净化

6家实验室对地表水进行了加标分析测定，加标浓度分别为5.0 µg/L和20.0 µg/L，加标回收率范围分别为77.1%~119%和77.0%~116%，加标回收率最终值分别为94.1%±28.7%~97.5%±26.0%和93.5%±18.3%~101%±21.0%。

6家实验室对废水进行加标回收实验，加标浓度分别为5.0 µg/L和20.0 µg/L，加标回收率范围分别为72.6%~109%和75.0%~112%，加标回收率最终值分别为91.8%±19.7%~95.5%±22.5%和98.7%±14.5%~104%±10.2%。

准确度结果统计具体参见附录 C。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

每批样品至少测定一个实验室空白，其测定结果应低于方法检出限，否则应重新采样或分析。

11.2 校准

每批样品应建立标准曲线，相关系数应 ≥ 0.995 ，否则须重新建立标准曲线。

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）应测定一个标准曲线中间浓度点标准溶液，其测定结果与该点浓度的相对误差应在 $\pm 20\%$ 以内，否则须重新建立标准曲线。

11.3 平行样

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）应至少测定一个平行样，平行样的相对偏差应 $\leq 25\%$ 。

11.4 基体加标

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）应至少测定1个基体加标样，加标样与原样品在完全相同的测试条件下进行分析。基体加标回收率范围应在70%~130%之间。

12 废物处理

实验中产生的所有废液和废物（包括检测后的残液）应分类收集和保管，并做好相应标识，委托有资质的单位进行处理。

附录 A
(规范性附录)
方法的检出限和测定下限

表A.1给出了本方法中目标化合物的检出限和测定下限。

表 A. 1 方法的检出限和测定下限

序号	化合物名称	英文名称	CAS号	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
1	4-硝基酚	4-Nitrophenol	100-02-7	0.4	1.6
2	2,4-二硝基酚	2,4-Dinitrophenol	51-28-5	0.4	1.6
3	2,6-二硝基酚	2,6-Dinitrophenol	573-56-8	0.6	2.4
4	2,4,6-三硝基酚	2,4,6-Trinitrophenol	88-89-1	0.5	2.0

附录 B
(资料性附录)
质谱参考条件

- a) 喷雾电压: 4500 V。
- b) 离子源温度: 600℃。
- c) 雾化气压力: 4.48×10^5 Pa (65 psi)。
- d) 辅助气压力: 5.52×10^5 Pa (80 psi)。
- e) 气帘气压力: 3.45×10^5 Pa (50 psi)。
- f) 硝基酚类化合物的多反应监测条件见表 B.1。

表 B.1 硝基酚类化合物的多反应监测条件

化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	驻留时间 (s)	碰撞电压 (V)	去簇电压 (V)	碰撞室入口 电压 (V)	碰撞室出口 电压 (V)
4-硝基酚	138	46*	0.05	48	49	4	4
		92		35	50	4	7
2,4-二硝基酚	183	109*	0.05	36	51	10	7
		123		26	51	12	7
2,6-二硝基酚	183	79*	0.05	30	63	4	3
		64		40	40	4	10
2,4,6-三硝基 酚	228	182*	0.05	26	68	6	0
		198		26	68	6	0
2,4-二硝基酚 -d ₃	186	112*	0.05	36	57	3	3
		126		27	62	2	4

注 1: 带*的为二级质谱定量离子, 另一个为定性离子。
注 2: 对于不同质谱仪器, 参数可能存在差异, 测定前应将质谱参数优化到最佳。

附录 C
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

表C.1~表C.4和表C.5~表C.6分别给出了方法的精密度和准确度。

表 C. 1 空白样品加标测定的精密度汇总表（直接进样法）

化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	总均值 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)
4-硝基酚	1.0	1.0	2.6~12	13	0.2	0.4
	5.0	4.9	2.6~7.2	7.6	0.7	1.2
	20.0	20.1	2.5~6.2	3.3	2.6	3.0
2,4-二硝基酚	1.0	1.0	3.0~8.5	14	0.2	0.4
	5.0	4.8	2.7~7.6	4.4	0.7	0.9
	20.0	20.8	1.7~4.7	3.8	2.3	3.1
2,6-二硝基酚	1.0	0.9	3.7~12	5.5	0.2	0.2
	5.0	4.8	3.2~8.7	3.8	0.8	0.9
	20.0	19.8	3.1~10	4.2	3.3	3.8
2,4,6-三硝基酚	1.0	1.0	2.4~10	12	0.2	0.4
	5.0	5.0	2.1~9.5	8.2	0.8	1.3
	20.0	20.6	1.6~6.3	4.0	2.7	3.4

C.2 实际样品加标测定的精密度汇总表（直接进样法）

化合物名称	基体类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	总均值 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)
4-硝基酚	地表水	5.0	4.8	2.3~6.8	4.7	0.7	0.9
		20.0	20.4	2.8~6.5	8.0	2.6	5.1
	废水	5.0	6.0	2.4~7.9	20	0.9	3.4
		20.0	21.0	3.6~8.2	7.0	2.8	4.9
2,4-二硝基酚	地表水	5.0	4.7	2.9~5.2	11	0.5	1.5
		20.0	20.0	2.5~5.1	11	2.1	6.5
	废水	5.0	5.7	3.0~8.6	18	0.8	3.0
		20.0	20.5	2.0~7.3	12	2.6	7.1
2,6-二硝基酚	地表水	5.0	4.8	4.0~8.1	8.1	0.7	1.3
		20.0	20.5	4.2~10	5.1	3.8	4.5
	废水	5.0	4.8	3.0~8.1	11	0.8	1.6
		20.0	20.2	3.8~7.5	8.8	3.4	5.9
2,4,6-三硝基酚	地表水	5.0	4.9	1.7~7.0	7.7	0.6	1.2
		20.0	21.0	1.8~7.1	8.5	3.3	5.8
	废水	5.0	5.8	1.2~7.8	14	0.9	2.4
		20.0	21.7	2.0~5.9	8.8	2.4	5.8

表 C.3 空白样品加标测定的精密度汇总表（酸碱分配净化）

化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	总均值 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)
4-硝基酚	1.0	1.0	3.1~11	18	0.2	0.6
	5.0	4.8	3.1~9.3	5.1	0.8	1.0
	20.0	20.5	2.0~9.9	5.5	3.4	4.4
2,4-二硝基酚	1.0	1.0	4.2~9.6	13	0.2	0.4
	5.0	5.1	2.4~7.4	5.7	0.7	1.1
	20.0	20.5	1.7~7.9	6.2	2.6	4.3
2,6-二硝基酚	1.0	1.0	4.0~14	16	0.3	0.5
	5.0	4.9	2.5~9.5	5.5	0.9	1.1
	20.0	21.4	1.8~7.0	7.2	3.0	5.1
2,4,6-三硝基酚	1.0	1.0	3.8~14	20	0.2	0.6
	5.0	4.9	2.1~6.1	4.7	0.7	0.9
	20.0	19.9	1.7~8.0	6.6	2.8	4.5

表 C.4 实际样品加标测定的精密度汇总表（酸碱分配净化）

化合物名称	基体类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	总均值 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)
4-硝基酚	地表水	5.0	4.8	2.3~8.8	14	0.9	2.0
		20.0	20.3	4.2~7.9	10	3.3	6.6
	废水	5.0	5.8	2.0~12	20	0.9	3.3
		20.0	21.7	4.1~13	8.5	4.8	6.8
2,4-二硝基酚	地表水	5.0	4.7	3.8~12	15	1.0	2.2
		20.0	19.6	3.2~15	6.0	4.3	5.2
	废水	5.0	5.6	3.1~14	18	1.1	3.0
		20.0	21.4	2.5~10	5.8	3.6	4.8
2,6-二硝基酚	地表水	5.0	5.0	3.8~11	18	1.1	2.7
		20.0	18.7	3.1~10	10	3.7	6.2
	废水	5.0	4.6	4.8~16	16	1.3	2.4
		20.0	19.8	2.0~8.5	12	2.9	7.4
2,4,6-三硝基酚	地表水	5.0	4.84	2.6~14	11	1.2	1.8
		20.0	19.7	2.4~10	4.5	3.2	3.9
	废水	5.0	5.5	1.4~7.6	9.7	0.9	1.7
		20.0	20.6	2.8~10	5.3	3.8	4.6

表 C.5 方法准确度汇总表（直接进样法）

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 $\bar{p} \pm 2S_p$ (%)
4-硝基酚	废水	5.0	81.2~108	94.7 \pm 23.4
		20.0	91.8~116	99.5 \pm 17.6
	地表水	5.0	87.2~99.0	95.8 \pm 8.96
		20.0	92.5~114	102 \pm 16.2
2,4-二硝基酚	废水	5.0	85.3~104	94.1 \pm 15.9
		20.0	85.0~108	96.3 \pm 17.5
	地表水	5.0	81.6~105	93.5 \pm 20.2
		20.0	85.5~115	99.8 \pm 22.0
2,6-二硝基酚	废水	5.0	84.0~109	96.7 \pm 21.4
		20.0	84.0~110	101 \pm 17.5
	地表水	5.0	87.0~107	96.5 \pm 15.7
		20.0	97.0~111	103 \pm 10.4
2,4,6-三硝基酚	废水	5.0	85.3~114	99.6 \pm 24.8
		20.0	85.2~113	105 \pm 20.6
	地表水	5.0	85.1~101	97.3 \pm 14.9
		20.0	90.8~116	105 \pm 18.3

表 C.6 方法准确度汇总表（酸碱分配净化）

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 $\bar{p} \pm 2S_p$ (%)
4-硝基酚	废水	5.0	79.4~107	91.8 \pm 19.7
		20.0	99.0~112	104 \pm 10.2
	地表水	5.0	81.9~118	97.1 \pm 26.6
		20.0	86.7~116	101 \pm 21.0
2,4-二硝基酚	废水	5.0	80.1~106	94.6 \pm 19.7
		20.0	91.9~108	102 \pm 13.1
	地表水	5.0	77.1~117	94.1 \pm 28.7
		20.0	90.1~105	98.0 \pm 11.5
2,6-二硝基酚	废水	5.0	72.6~109	92.3 \pm 28.8
		20.0	75.0~110	98.7 \pm 24.6
	地表水	5.0	80.4~119	97.5 \pm 26.0
		20.0	77.0~102	93.5 \pm 18.3
2,4,6-三硝基酚	废水	5.0	83.0~105	93.3 \pm 17.0
		20.0	87.0~106	98.7 \pm 14.5
	地表水	5.0	81.2~113	96.9 \pm 20.5
		20.0	91.0~103	98.6 \pm 8.96