

附件五：

《水质 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法》（征求意见稿）编制说明

《水质 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法》标准编制组

二〇一一年三月

项目名称：水质 碱性、中性和酸性有机污染物的测定 气相色谱-
质谱法

项目统一编号：365

项目承担单位：上海市环境监测中心

编制组主要成员：谢争 王一峰 戴军升 沈燕军

标准所技术管理负责人：武婷、王宗爽

标准处项目负责人：谷雪景

目 录

1 项目背景.....	3
1.1 任务来源.....	3
1.2 工作过程.....	3
2 标准制修订的必要性.....	3
2.1 标准被测对象（污染物项目）的环境危害.....	3
2.2 相关环保标准和环保工作的需要.....	4
2.3 污染物分析方法的最新进展.....	5
2.4 标准修订的主要内容及说明.....	5
3 国内外相关分析方法研究.....	6
3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究.....	6
3.2 国内相关分析方法研究.....	6
4 标准制定的基本原则和技术路线.....	7
4.1 标准制定的基本原则.....	7
4.2 标准制定的技术路线.....	7
5 方法研究报告.....	8
5.1 方法研究的目的.....	8
5.2 方法原理.....	8
5.3 试剂和材料.....	8
5.4 仪器和设备.....	9
5.5 样品.....	9
5.6 分析步骤.....	10
5.7 结果计算.....	11
5.8 精密度和准确度.....	7
6 标准内容的说明.....	7
7 方法验证.....	9
8 对实施本标准的建议.....	15
9 参考文献.....	16

《水质 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法》

编制说明

1 项目背景

1.1 任务来源

《环境监测分析与检测方法标准》课题来源于“十一五”国家环境保护标准规划，原国家环保局环科函[2005-47]关于制定环境保护标准问题的函，上海市环境监测中心与上海市环境保护局签订的沪环科（05—32）《环境监测分析与检测方法标准编制》科研项目计划合同书，项目统一编号：365。项目承担单位为上海市环境监测中心。

1.2 工作过程

标准项目任务下达后，上海市环境监测中心立即组成了标准编制组。标准编制组根据标准制修订项目的要求，收集国内、外关于气相色谱质谱法测定碱性、中性和酸性有机污染物的研究现状、相关分析方法及存在的问题，并组织专家进行了开题论证，制定了比较具体的技术路线，之后由专业技术人员对方法进行条件试验和验证工作并撰写方法文本和编制说明。

2 标准制修订的必要性

2.1 标准被测对象（污染物项目）的环境危害

半挥发性有机化合物（Semivolatile Organic Compounds,SVOCs）是指沸点在170-350℃、蒸气压在 10^{-7} -0.1mmHg柱之间，可在有机溶剂中分配，同时可进行气相色谱分析的一大类化合物。按照萃取条件的不同还可将这一大类有机化合物区分为碱-中性可萃取有机物和酸性可萃取有机物。半挥发性有机化合物种类较多，包括多环芳烃、氯苯类、硝基苯类、硝基甲苯类、邻苯二甲酸酯类、亚硝基胺类、苯胺类、氯代苯胺类、氯代烃类、氯代醚类、联苯胺类、氯代联苯胺类、氯代酚类和硝基酚类等。

随着中国工业化的快速发展，很多地方的环境受到了不同程度的污染。无锡发生的蓝藻危机，松花江流域发生的水污染事件，都使环境保护成为一种日益严重的挑战。由国家环保总局和国家质量监督检验检疫总局联合发布的中华人民共和国国家标准《地表水环境质量标准》（GB3838-2002）已于2002年6月1日起开始实施。新《地表水环境质量标准》^[1]增加了40项水质指标的检测。从法规的角度保证了饮用水的安全。饮用水、污水、地表水中的有害的半挥发性有机物，如酚类、苯胺类、多环芳烃、酞酸酯类等对环境破坏很大，其中多环芳烃

具有强致癌性，而环境中检出的酞酸酯类物质主要属于环境激素污染物，作为塑料的增塑剂已造成对各环境介质的普遍污染。如果长期接触，会造成人体慢性中毒，引发癌症，还会直接影响到生殖和神经系统，严重危害人体健康。所以水中的半挥发性有机物的分析是环境分析中的一项重要内容。

2.2 相关环保标准和环保工作的需要

由于半挥发性有机物的毒性高，对环境的危害较大，有多种化合物被我国、美国等国家列入水中优先控制的污染物。我国的《地表水环境质量标准》(GB 3838-2002)、《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2006)、《综合污水排放标准》(GB 8978-1996)、《渔业水质标准》(GB 11607-1989)^{[1] - [4]}等均规定了部分半挥发性有机物的标准值。因此为贯彻《中华人民共和国环境保护法》^[5]和《中华人民共和国水污染防治法》^[6]，建立快速、灵敏的水中半挥发性有机物的监测分析方法，对了解水环境的质量，保护水质环境安全，保障公众饮水安全，研究水体中半挥发性有机物暴露对人群健康的影响具有重要的意义。

表1 GB 3838-2002集中式生活饮用水地表水源地特定项目标准限值 单位: mg/L

序号	项目	标准值
25	1, 2-二氯苯	1.0
26	1, 4-二氯苯	0.3
29	六氯苯	0.05
30	硝基苯	0.017
33	2, 4, 6-三硝基甲苯	0.5
34	硝基氯苯	0.05
35	2, 4-二硝基氯苯	0.5
36	2, 4-二氯苯酚	0.093
37	2, 4, 6-三氯苯酚	0.2
38	五氯酚	0.009
39	苯胺	0.1
43	邻苯二甲酸二丁酯	0.003
44	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	0.008

表2 GB 5749-2006 水质非常规及生活饮用水水质指标及限值 单位:mg/L

指标	限值
2, 4, 6-三氯酚	0.2
五氯酚	0.009
六氯苯	0.001
1, 2-二氯苯	1
1, 4-二氯苯	0.3

三氯苯（总量）	0.02
邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯	0.008
氯苯	0.3
邻苯二甲酸二乙酯	0.3
邻苯二甲酸二丁酯	0.003
硝基苯	0.017

2.3 污染物分析方法的最新进展

随着环境监测事业的发展，有机污染物分析逐步成为当前重要的研究方向之一，近年来气相色谱质谱法在有机污染分析方面广泛普及，已经逐步应用到环境监测当中。半挥发性有机化合物是指可在有机溶剂中分配，同时可以进行气相色谱分析的一大类化合物。按照萃取条件的不同还可将这一大类有机物区分为碱-中性可萃取有机物和酸性可萃取有机物，包括多环芳烃、氯苯类、硝基苯类、硝基甲苯类、肽酸酯类、苯胺类、酚类、醚类等。在工农业生产发展的同时，伴随的环境污染使得这类化合有机污染物在环境样品中广泛存在。测定这些化合物常用的方法是将它们分类，液液萃取浓缩后，选用不同气相色谱的检测器分别测定，不仅费时费力，而且存在有机溶剂用量大、样品处理复杂等问题。本标准建立了液液萃取技术与气质联用(GC/MS)的方法，同时测定水中60多种半挥发性有机物，不仅准确度高，而且还具有操作简单、效率高、溶剂使用少等优点，对于保护环境、保障人民健康，具有重要意义。

2.4 标准修订的主要内容及说明

本标准的编制原则是既参考国外最新的方法技术，又考虑国内现有监测机构的监测能力和实际情况，确保方法标准的科学性、先进性、可行性和可操作性。

（1）标准试剂的选择

半挥发性有机物的测定试剂较多，采用经证实为合格的市售半挥发性有机物混标溶液、内标化合物、代用品，对于气相色谱法质谱测定灵敏度非常高，反应速度较快，完全能满足地表水的测定。

（2）色谱柱的选择

目前所有的气相色谱仪均能使用毛细柱，毛细柱由于分离度高、通用性强已成为气相色谱分离测定的首选色谱柱。方法推荐使用熔融石英毛细柱，固定相为5%苯基-95%甲基聚硅氧烷（30m×0.25mm(内径)×0.25μm（膜厚）），这是目前环境分析最常用的非极性色谱柱。由于此色谱柱是一般仪器供应商仪器配置的色谱柱，较常用易得到，使用该色谱柱可以同时分析六十多种半挥发法性有机化合物，且分离效果良好，每个样品的分析时间也不是很长，当

然选择其它同样类型的色谱柱，不同的膜厚，不同的内径及不同的柱长也是可行的，但柱长增加虽然可以提高分离效果但是必然要增加分析时间，我们综合各项条件得出此色谱柱较经济实用。我们采取的色谱条件是初始炉温40度，保持数分钟，然后按每分钟8度的升温速率升至300度，再保持数分钟结束分析，由于被测组分中小分子的易挥发的化合物一般先流出，所以开始时柱温要稍低一点，随着被测组分化合物的分子量逐步增加，炉温也逐步升高至300度，这样有利于后面较大分子量的化合物逐步从色谱柱流出，最后在300度的炉温上再保持数分钟是为了在较高的柱温下将可能残留在柱中的化合物烤掉，使其残留不要影响到下一个样品的分析，故此我们选用此色谱条件。

（3）萃取溶剂的选择

一般分析实验室常用的溶剂为二氯甲烷和正己烷，通过回收率试验结果表明在萃取剂方面，常用的二氯甲烷更具有优势，应用于实验室分析适用性最佳。

（4）目标化合物的定性

以样品和标准中的内标化合物为参比物，根据目标化合物同参比物的相对保留时间和质谱图进行相对照来定性。样品中的一未知组分只有其相对保留时间在规定的时间窗内，并且其质谱图同对应的目标化合物的质谱图相匹配，才被确认为该目标化合物。

（5）校准曲线范围的确定

制订后的校准曲线范围的确定主要依据地表水环境质量标准。一般情况下，按照分析方法校准曲线最低点（定量下限）应达到所用标准，因此大部分化合物的校准曲线的最低点为0.001mg/L。线性范围为0.001~0.1mg/L，即测定下限为0.001mg/L，测定上限为0.1 mg/L。

3 国内外相关分析方法研究

3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究

国外对水中碱性、中性和酸性有机污染物气相色谱质谱测定方法，主要是美国EPA方法^[7]已及相关文献涉及较多。国外气相色谱法质谱联机测定半挥发性有机物的方法主要有EPA 8270、EPA8310和EPA625方法，其中8310方法使用液相色谱测定多环芳烃，8270和625方法是直接采用液液萃取的方法，在碱中性和酸性的条件下，用二氯甲烷分别对水样进行萃取，合并有机相经无水硫酸钠脱水后浓缩，用气相色谱—质谱法来分析水样中的半挥发性有机物。

3.2 国内相关分析方法研究

目前国内半挥发性有机物的测定主要有气相色谱法、气相色谱-质谱联机法和液相色谱

法。但尚无国家标准方法，只有国家环境保护总局编写的《水和废水监测分析方法》第四版^[11]作为推荐方法。

4 标准制定的基本原则和技术路线

4.1 标准制定的基本原则

在检索了大量国内外文献和已有的监测分析标准的基础上，结合国内环境监测机构的监测能力和发展状况，编制本标准。该标准主要依据国内现行《水质 采样技术指导》(GB/T 12998)^[12]、国家环境保护总局编写的《水和废水监测分析方法》第四版^[11]作为推荐方法，国外气相色谱法质谱联机测定半挥发性有机物的方法主要有EPA 8270方法等环境保护标准相关材料作为编制依据。本标准实施后，将为水质中半挥发性有机物的测定提供标准分析方法。

本标准的格式按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2010)^[13]的要求制定。

4.2 标准制定的技术路线

在标准制订过程中着重于从样品萃取、色谱条件及分析程序到数据处理整个过程的质量保证和质量控制。方法确定后要经过实验室验证，编写验证报告以及编制标准方法文本，使修订后的标准即具有可操作性、通用性，同时也符合当前分析技术的发展趋势。按照标准规范修订后，力求达到条理清晰、文字简洁。通过在全国进行标准征求意见稿的意见征求、汇总、修改，完成标准送审稿的编制。通过在标准送审稿的会议评审，完成标准报批稿的编制。

技术路线图见下图。

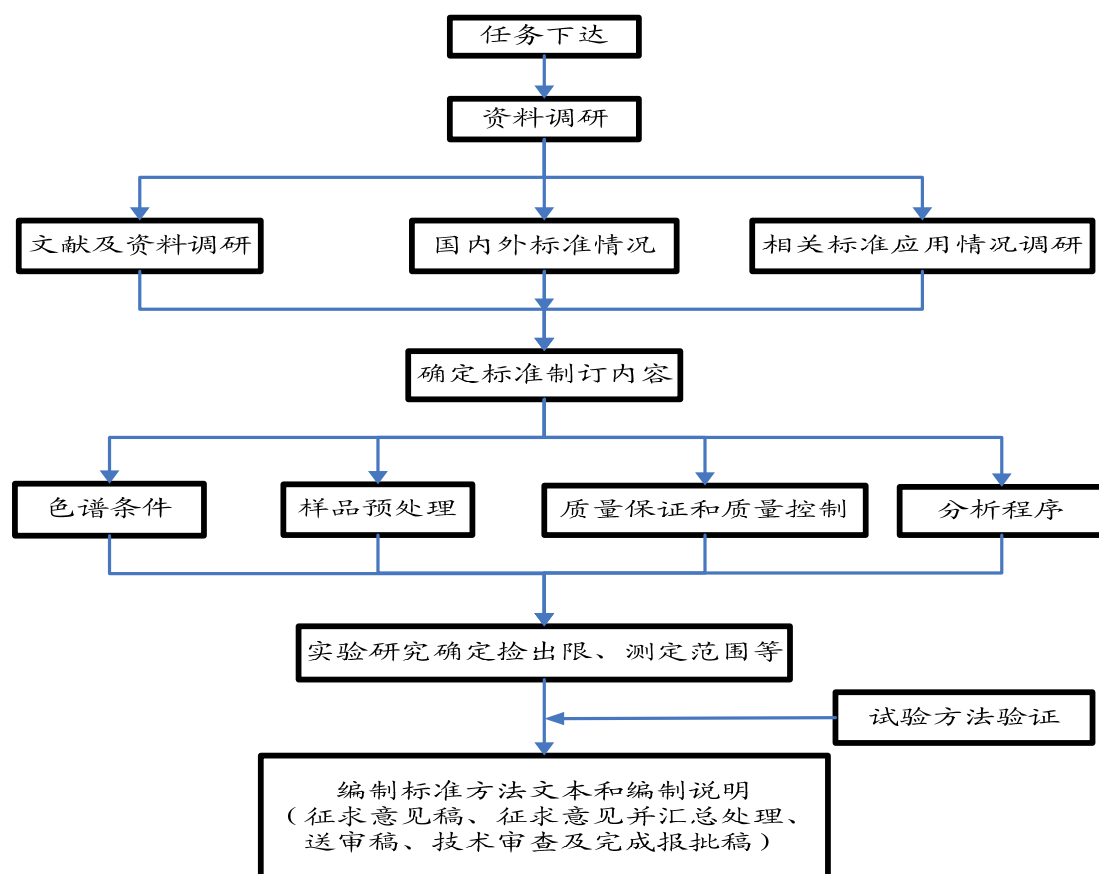


图1 标准制修订的技术路线示意图

5 方法研究报告

5.1 方法研究的目的

通过条件试验采用液液萃取地表水中的半挥发性有机污染物,能满足相关环保标准和环保工作要求的方法检出限、定量测定范围,能满足各项方法特性的要求。方法包括样品采集、样品提取、仪器分析、数据处理等方面的内容,详细说明实验室材料、试剂、仪器以及具体的操作步骤。

5.2 方法原理

液液萃取方法原理:在碱中性和酸性的条件下用二氯甲烷分别对水样中的半挥发性有机物进行萃取,萃取液经无水硫酸钠脱水及浓缩器浓缩后,用气相色谱/质谱法(GC/MS)分析。色谱峰按保留时间和目标化合物的特征离子定性,内标法定量,目标化合物特征离子见附录表4。

5.3 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。

5.3.1 载气：氦气，高纯（99.999%），用净化管净化。

5.3.2 配制标准样品和试样预处理时使用的试剂与材料：

5.3.2.1 二氯甲烷：农残级。

5.3.2.2 半挥发性有机物混标：市售有证标准品（浓度2000μg/mL），一般以二氯甲烷为溶剂，目标化合物共64个，详见表4。

5.3.2.3 内标化合物：市售有证标准品（浓度2000μg/mL），一般以二氯甲烷为溶剂，共6个，详见表4。每个用于分析的1mL萃取物中必须加入5μL内标溶液，使萃取物中内标的浓度为10μg/mL。

5.3.2.4 代用品：市售有证标准品（浓度2000μg/mL），一般以二氯甲烷为溶剂，共8个，详见表4。根据标准品计算加入量，使样品中代用品的浓度为20μg/mL。

5.3.2.5 DFTPP（十氟三苯基膦酸酯）标准调机化合物，市售有证标准品，一般以二氯甲烷为溶剂。

5.3.2.6 浓硫酸（H₂SO₄）。

5.3.2.7 氢氧化钠（NaOH）。

5.3.2.8 无水硫酸钠，在400℃下灼烧或烘烤4h，冷却后备用。

5.3.2.9 纯水：二次蒸馏水。

5.4 仪器和设备

5.4.1 气相色谱仪，连接带EI源的四极杆质谱仪。

5.4.2 自动进样塔，配10μL微量注射器。

5.4.3 进样盘和1.5mL进样瓶

5.4.4 色谱柱：固定相为5%苯基-95%甲基聚硅氧烷 30m×0.25mm的熔融石英毛细柱液膜厚度0.25μm或同等效果的其他型号色谱柱均可。

5.4.5 吹氮浓缩仪：配有1.00mL刻度的浓缩管。

5.4.6 分液漏斗：2000mL，具聚四氟乙烯旋塞。

5.4.7 250mL具塞锥形瓶。

5.4.8 样品瓶：1L棕色具塞玻璃瓶。

5.5 样品

5.5.1 采集与保存

5.5.1.1 水样采集：用棕色具塞玻璃瓶（5.4.8）采集水样。采样前用待测水样将样品瓶清洗2-3次；采样后，水样应充满样品瓶并加盖密封。

5.5.1.2 水样保存：水样采集后应尽快分析。如不能及时分析，应在4℃冰箱中保存，保存时间不超过7天。萃取后的浓缩液应在40天内分析完毕。

5.5.2 水样的预处理

取1000mL均匀水样于2000mL分液漏斗，在样品萃取前加入代用品（5.3.2.4），混合均匀用氢氧化钠将水样的pH值调到9~10，加入30mL二氯甲烷到水样中，振摇萃取10min，在萃取时注意放气。然后静置分层，从分液漏斗中放出有机相，收集在锥形瓶中，重复以上萃取步骤两次，将萃取液合并入锥形瓶中。然后用浓硫酸将水样的pH值调到<2，再用各30mL二氯甲烷萃取三次，将萃取液全部合并入锥形瓶中。将有机相通过装有无水硫酸钠的漏斗脱水后接至浓缩管中。用二氯甲烷淋洗无水硫酸钠，淋洗液合并于同一根浓缩管中，将浓缩管置于吹氮浓缩仪中，在40℃下用高纯氮气将其吹至近干，用二氯甲烷定容至1.0mL，加入内标（5.3.2.3）供GC/MS分析。

5.6 分析步骤

5.6.1 色谱分析条件

气相色谱采用非分流进样，载气为氦气，流量为1mL/min，进样口温度为280℃，初始温度为40℃，保持4min，然后以8℃/min的速率升温至300℃，一直保持到所有组分从色谱柱中流出。

5.6.2 质谱条件

质谱离子源温度为180℃，气相色谱-质谱的传输线温度为280℃，离子源电子能量为70eV，质谱扫描范围为35~500amu，扫描速率为每秒钟扫描一次。

5.6.3 仪器的校准

首先按照厂家对仪器的要求对质谱仪进行质量、分辨和灵敏度的校准，然后进样1μL浓度为50ug/mL的DFTPP（十氟三苯基膦酸酯）对质谱系统进行调谐校准，质谱强度应符合表3的要求。

表3 DFTPP（十氟三苯基膦酸酯）的质谱强度要求

m/z	离子丰度标准
51	m/z198 峰的 30 到 60 %
127	m/z198 峰的 40 到 60 %
198	基峰 100 % 的相对强度
199	m/z198 峰的 5 到 9 %
275	m/z198 峰的 10 到 30 %
442	大于 m/z198 峰的 40 % 到 100 %

5.6.4 校准曲线的制备

建立校准曲线,包括建立目标化合物的定性标准谱库、和测定各目标化合物的响应因子。校准曲线一般采用五点法,分别将加有内标和代用品的五个不同浓度(5, 20, 50, 80, 100 $\mu\text{g/mL}$)的校准样品进样1 μl 进行GC/MS分析。对校准标准的分析结果进行处理,先根据色谱图中的色谱峰按保留时间对各目标化合物、代用品和内标物进行定性,同时建立和保留时间相对应的质谱库,用于未知样品的定性。

在本标准色谱条件下各目标化合物的保留时间和定量离子详见表4。

制备校准曲线,计算化合物的相对响应因子及其相对标准偏差,其校准曲线5个浓度点RRF的相对标准偏差(RSD)应不大于30%。若分析人员发现校准曲线某一浓度点大部分目标化合物偏差较大,应补做此点。

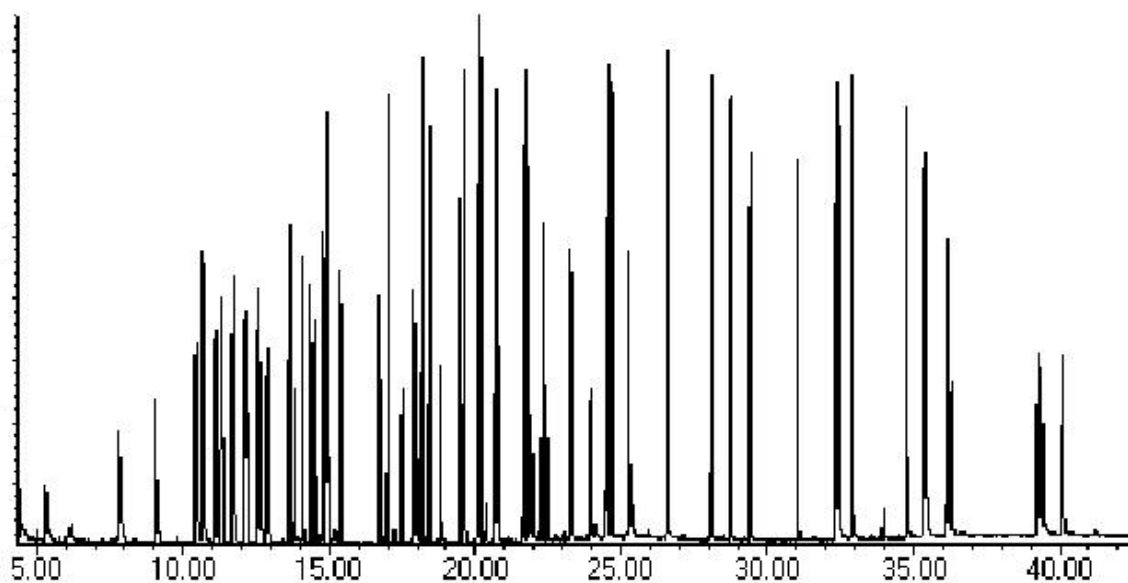


图2 目标化合物在毛细管色谱柱(5.4.4)上的标准色谱图

5.7 结果计算与表示

以样品和标准中的内标化合物为参比物根据目标化合物同参比物的相对保留时间和质谱图进行相对照来定性。样品中的一未知组分只有其相对保留时间在规定的时间窗内并且其质谱图同对应的目标化合物的质谱图相匹配,才被确认为该目标化合物。

半挥发性有机物的测定采用内标法进行定量计算,按公式(1)计算相对响应因子RRF

$$RRF = \frac{A_x}{A_{IS}} \times \frac{\rho_{IS}}{\rho_x} \quad (1)$$

式中：RRF——相对响应因子；

A_x ——目标化合物或代用品的峰面积(或峰高)；

A_{IS} ——内标化合物的峰面积(或峰高)；

ρ_x ——目标化合物或代用品的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

ρ_{IS} ——内标化合物的浓度， $\mu\text{g/mL}$ 。

水样浓度按公式(2)计算：

$$\rho = \frac{(A_x)(\rho_{IS})}{(A_{IS})(RRF)} \times V_{ex} \times DF / V_0 \quad (2)$$

式中： ρ ——待测水样的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

A_x ——目标化合物的特征离子的峰面积；

ρ_{IS} ——内标化合物的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

A_{IS} ——内标化合物的特征离子的峰面积；

RRF——目标化合物的相对响应因子；

V_{ex} ——水样提取液体积，mL；

DF——稀释倍数；

V_0 ——水样取样体积，L。

本标准按 HJ168 的规定增加了结果的计算公式和结果的表示内容。化合物的定性定量引用了 EPA8270 的部分内容。

5.8 精密度和准确度

通过五家以上有资质的实验室进行精密度和准确度的验证，具体数据结果见验证附录表4、表5，实际水样加标回收率测定的结果见验证附录表6。加标样品中的目标化合物的回收率均在30%-120%之间。

6 标准内容的说明

6.1 标准物质的选择

半挥发性有机物的测定试剂较多，采用经证实为合格的市售半挥发性有机物混标溶液，

有60多种半挥发性有机物，涵盖了碱-中性可萃取有机物和酸性可萃取有机物，包括多环芳烃、氯苯类、硝基苯类、硝基甲苯类、肽酸酯类、苯胺类、酚类、醚类等，完全能满足地表水的测定。代用品及内标采用EPA8270方法推荐的标准，但在分析目标物中去掉了有机氯、多氯联苯和有机磷农药。

6.2 色谱柱及条件的选择

目前所有的气相色谱仪均能使用毛细柱，毛细柱由于分离度高、通用性强已成为气相色谱分离测定的首选色谱柱。方法采用EPA8270方法推荐毛细柱熔融石英毛细柱固定相为5%苯基-95%甲基聚硅氧烷（30m×0.25mm(内径)×0.25μm（膜厚））或同等效果的色谱柱，因为此柱目前环境分析最常用的非极性色谱柱，该色谱柱基本能满足水中60多种半挥发性有机物的分离。色谱条件基本采用EPA8270方法推荐的条件。目标化合物在柱上分离的保留时间和定量的特征离子见表4。

表4 目标化合物在色谱柱上的保留时间和定量的特征离子

化合物中文名称	化合物英文名称	保留时间 (min)	质谱定量离子 (m/z)
内标代用品			
1, 4-二氯苯-d ₄	1, 4- Dichlorobenzene-d ₄	11. 8	150
萘-d ₈	Naphthalene-d ₈	14. 99	150
茚-d ₁₀	Acenaphthene-d ₁₀	20. 17	164
菲-d ₁₀	Phenanthrene-d ₁₀	24. 58	188
蒽-d ₁₂	Chrysene-d ₁₂	32. 46	240
花-d ₁₂	Perylene-d ₁₂	24. 58	264
代用品			
2-氟酚	2-Fluorophenol	8. 11	112
酚-d ₅	Phenol-d ₅	10. 75	99
2-氯酚- d ₄	2-Chlorophenol-d ₄	10. 85	132
1, 2-二氯酚-d ₄	1, 2-Dichlorobenzene-d ₄	11. 39	152
硝基苯-d ₅	Nitrobenzene-d ₅	12. 97	82
2-氟联二苯	2-Fluorobiphenyl	18. 27	172
2, 4, 6-三溴酚	2, 4, 6-Tribromophenol	22. 55	330
三联苯- d ₁₄	P-Terphenyl-d ₁₄	29. 49	244
目标化合物			
二氢茚	Acenaphthene	20. 26	154
茚	Acenaphthylene	19. 73	152
蒽	Anthracene	24. 80	178
偶氮苯	Azobenzene	22. 38	77
苯并(a)蒽	Benzo(a)anthracene	32. 44	228
苯并(b)荧蒽	Benzo(b)fluoranthene	35. 42	252

苯并(k)荧蒽	Benzo(k)fluoranthene	35.49	252
苯并(a)芘	Benzo(a)pyrene	36.23	252
苯并(ghi)芘	Benzo(ghi)perylene	40.21	276
双(2-氯乙基)醚	Bis(2-chloroethyl)ether	10.79	93
双(2-氯乙氧基)甲烷	Bis(2-chloroethoxy)methane	14.48	93
双(2-乙基己基)酞酸酯	Bis(2-ethylhexyl)phthalate	32.95	149
双(2-氯异丙基)醚	Bis(2-chloroisopropyl)ether	12.29	45
4-溴苯基苯基醚	4-Bromophenyl phenyl ether	23.36	248
丁基苄基酞酸酯	Benzyl butyl phthalate	31.12	149
咔唑	Carbazole	25.40	167
4-氯-3-甲基酚	4-Chloro-3-methylphenol	16.99	107
2-氯萘	2-Chloronaphthalene	18.53	162
2-氯酚	2-Chlorophenol	10.89	128
4-氯苯基苯基醚	4-Chlorophenyl phenyl ether	21.92	204
蒽	Chrysene	32.54	228
二苯并(a,h)蒽	Dibenzo(a,h)anthracene	39.49	278
二正丁基酞酸酯	Dibutylphthalate	26.67	149
1,3-二氯苯	1,3-Dichlorobenzene	11.22	146
1,4-二氯苯	1,4-Dichlorobenzene	11.44	146
1,2-二氯苯	1,2-Dichlorobenzene	11.84	146
2,4-二氯酚	2,4-Dichlorophenol	14.74	162
二乙基酞酸酯	Diethylphthalate	21.72	149
二甲基酞酸酯	Dimethylphthalat	19.58	163
2,4-二甲基酚	2,4-Dimethylphenol	14.30	122
2,4-二硝基甲苯	2,4-Dinitrotoluene	19.71	165
2,4-二硝基酚	2,4-Dinitrophenol	20.49	184
4,6-二硝基-2-甲基酚	4,6-Dinitro-2-methylphenol	22.06	198
2,6-二硝基甲苯	2,6-dinitrotoluene	20.88	165
二正辛基酞酸酯	di-n-Octylphthalate	34.81	149
荧蒽	Fluoranthene	28.18	202
芴	Fluorene	21.81	166
六氯苯	Hexachlorobenzene	23.40	284
六氯丁二烯	Hexachlorobutadiene	15.47	225
六氯环戊二烯	Hexachlorocyclopentadiene	17.58	237
六氯乙烯	Hexachloroethane	12.76	117
茚并(1,2,3-cd)芘	Indeno(1,2,3-cd)pyrene	39.36	276
异佛尔酮	Isophorone	13.75	82
2-甲基酚	2-Methylphenol	12.38	108
4-甲基酚	4-Methylphenol	12.85	108
2-甲基萘	2-Methylnaphthalene	17.11	142
萘	Naphthalene	15.05	128

硝基苯	Nitrobenzene	13.03	77
2-硝基酚	2-Nitrophenol	13.94	139
4-硝基酚	4-Nitrophenol	21.02	109
N-二正丙基亚硝胺	N-Nitrosodi-n-propylamine	12.64	70
N-二甲基亚硝胺	N-Nitrosodimethylamine	4.65	74
菲	Phenanthrene	24.65	178
五氯酚	Pentachlorophenol	24.10	266
酚	Phenol	10.79	94
芘	Pyrene	28.83	202
1,2,4-三氯苯	1,2,4-Trichlorobenzene	14.85	180
2,4,6-三氯酚	2,4,6-Trichlorophenol	18.05	196
2,4,5-三氯酚	2,4,5-Trichlorophenol	18.19	196

6.3 萃取溶剂的选择

根据实验室的具体情况,由于正己烷挥发性较差影响样品的浓缩而丙酮处理的样品在浓缩时会带入水分影响后续分析,正己烷萃取的样品目标化合物的回收率较二氯甲烷的低,同时考虑到二氯甲烷沸点较低,易蒸发浓缩,所以采用EPA8270方法推荐的溶剂二氯甲烷,它基本可以符合水中60多种半挥发性有机物的分离,回收率水平也能符合标准要求。

表5 两种溶剂萃取回收率比较表

化合物名称	英文名称	二氯甲烷回收率	正己烷回收率
1,2-二氯苯	1,2-Dichlorobenzene	68.4	28.6
1,3-二氯苯	1,3-Dichlorobenzene	47.5	12.5
1,4-二氯苯	1,4-Dichlorobenzene	55.7	30.5
2-甲基酚	2-Methylphenol	67.7	29.5
六氯乙烷	Hexachloroethane	56.0	8.51
4-甲基酚	4-Methylphenol	73.1	17.7
硝基苯	Nitrobenzene	71.6	48.5
异氟尔酮	Isophorone	80.2	10.5
2-硝基酚	2-Nitrophenol	72.2	40.1
2,4-二氯酚	2,4-Dichlorophenol	75.9	41.5
4-氯-3-甲基酚	4-chloro-3-methylphenol	76.8	14.2
萘烯	Acenaphthylene	82.0	3.62
萘	Acenaphthene	68.5	25.9
二苯并呋喃	Dibenzofuran	75.0	25.5
2,6-二硝基甲苯	2,6-Dinitrotoluene	74.1	19.6
二乙基酞酸酯	Diethylphthalate	76.0	44.9
4-溴苯基苯基醚	4-Bromophenyl-phenylether	72.0	78.1
2-甲基-4,6-二硝基酚	2-Methyl-4,6-Dinitrophenol	44.6	8.78
4-溴苯基苯基醚	4-Bromophenyl-phenylether	75.9	78.1
菲	Phenanthrene	74.1	26.2

蒽	Anthracene	80.5	11.6
荧蒽	Fluoranthene	83.5	59.6
二正丁基酞酸酯	Di-n-butylphthalate	77.4	15.3
屈	Chrysene	84.3	69.9
苯并(a)蒽	Benzo(a)anthracene	68.0	52.7
双(2-乙基己基)酞酸酯	Bis(2-ethylhexyl)phthalate	91.4	11.9
苯并(a)芘	Benzo(a)pyrene	81.0	39.8
酚	Phenol	58.1	9.84

6.4 样品存放的条件

水样样品的存放条件，参阅GB/T5750.2-2006，以及国家环境保护总局编写的《水和废水监测分析方法》第四版的推荐方法。

7 方法验证

7.1 方法验证方案

(1) 参与方法验证的实验室及验证人员基本情况

参与方法验证的实验室有浙江省环境监测站、浙江省杭州市环境监测站、上海市疾病预防控制中心、江苏省环境监测站、上海市疾病预防控制中心及上海市松江环境监测站等成，在区域和水平上有代表性，以上实验室分析人员均具有中等以上操作水平和实验经验，长期从事环境检测工作，实验设备符合方法要求并按规定校准。

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ/T 168)的要求，组织五家有资质的实验室进行验证，根据影响方法的精密度和准确度的主要因素和数理统计学的要求，编写方法验证报告，验证数据主要包括检出限、测定下限、准确度、精密度以及加标回收率。

(2) 方法验证的方案

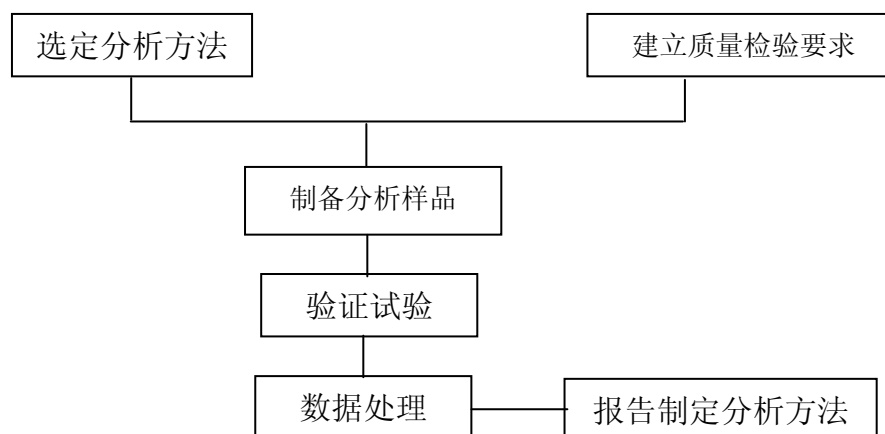


图3 验证工作程序图式

作为标准分析方法，必须要经过“方法验证”方能认可。而验证的程序一般应包括：验证方案设计（规定出相对规范化的验证程序；选定分析方法；建立质量检验要求；选定分析人员和分析单位；样品的统一制备，分发保存；数据记录、处理；最后报告结果。

具体验证方案如下：

方法检出限：测定浓度为 1 µg/mL 的实验室空白加标样品，剔除离群值后将 7 次测定结果计算其标准偏差 S，此时检出限 MDL=S×3.143。

方法测定下限：参照 HJ/T 168，以四倍的方法检出限作为本方法目标化合物的测定下限。

方法精密度、准确度：配制浓度为 10 µg/L 的标准溶液和 50 µg/L 的标准溶液，对上述两种溶液测定结果剔除离群值后将各平行测定 6 次的结果，并规定进行计算平均值，标准偏差，相对标准偏差等。

加标回收率：选取 1 个实际水样，每一个样品平行测定剔除离群值后将 6 次测定结果。再将实际样品加入标准溶液（加标量为 20 µg/L）平行测定剔除离群值后将 6 次测定结果，分别计算平均值、标准偏差、相对标准偏差、加标回收率等。

7.2 方法验证过程

（1）方法验证的主要过程为：验证方案设计（规定出相对规范化的验证程序）；选定分析方法；建立质量检验要求；选定分析人员和分析单位；样品的统一制备，分发保存；数据记录、处理；最后报告结果。其中江苏省环境监测站的部分数据由于未按验证要求的方法测定，故本次的统计数据中只采用了检出限的数据，其余数据未采用。

（2）方法精密度、准确度统计分析结论见《方法验证报告》（附后）。

表6 方法的最低检出限MDL和测定下限RQL的范围

化合物	MDL (µg/L)	测定下限 RQL (mg/L)
N-亚硝基二甲胺	0.04-0.15	0.001
酚	0.04-0.4	0.002
2-氯酚	0.02-0.43	0.002
双(2-氯乙基)醚	0.04-0.28	0.001
1,3-二氯苯	0.02-0.31	0.001
1,4-二氯苯	0.02-0.32	0.001
1,2-二氯苯	0.03-0.3	0.001
2-甲基酚	0.03-0.42	0.002
双(2-氯异丙基)醚	0.02-0.78	0.003
N-亚硝基二正丙胺	0.05-0.5	0.002

六氯乙烷	0.04-0.17	0.001
4-甲基酚	0.04-0.4	0.002
硝基苯	0.03-0.6	0.002
异佛尔酮	0.04-0.5	0.003
2-硝基酚	0.03-0.4	0.002
2,4-二甲基酚	0.03-0.5	0.002
双(2-氯乙氧基)甲烷	0.02-0.38	0.002
2,4-二氯酚	0.03-0.4	0.002
1,2,4-三氯苯	0.03-0.37	0.002
萘	0.02-0.32	0.001
4-氯苯胺	0.03-0.4	0.002
六氯丁二烯	0.05-0.45	0.01
4-氯-3-甲酚	0.07-0.4	0.002
2-甲基萘	0.03-0.35	0.001
六氯环戊二烯	0.04-0.3	0.001
2,4,6-三氯酚	0.05-0.4	0.002
2,4,5-三氯酚	0.07-0.6	0.002
茚烯	0.03-0.33	0.001
二甲基酞酸酯	0.03-0.31	0.001
2,4-二硝基甲苯	0.04-0.34	0.001
2-氯萘	0.02-0.27	0.001
2-硝基苯胺	0.04-0.31	0.001
二氢茚	0.03-0.34	0.001
2,4-二硝基酚	0.27-0.71	0.001
3-硝基苯胺	0.08-0.3	0.005
二苯并呋喃	0.02-0.31	0.001
4-硝基酚	0.02-0.22	0.001
2,6-二硝基甲苯	0.03-0.3	0.001
芴	0.04-0.3	0.002
二乙基酞酸酯	0.04-0.4	0.002
4-氯苯基苯基醚	0.02-0.23	0.001
4-硝基苯胺	0.03-0.59	0.003
4,6-二硝基-2-甲酚	0.03-0.16	0.007
偶氮苯	0.02-0.8	0.003
4-溴苯基苯基醚	0.05-0.26	0.001
六氯苯	0.02-1.5	0.006
五氯酚	0.04-0.19	0.001
菲	0.03-0.21	0.001
蒽	0.03-0.3	0.001
呋唑	0.03-0.8	0.002
二正丁基酞酸酯	0.03-0.8	0.002
荧蒽	0.02-0.4	0.002
芘	0.04-0.4	0.002
丁基苯基酞酸酯	0.03-0.8	0.003

苯并(a)蒽	0.01-0.7	0.003
蒽	0.03-0.5	0.002
双(2-乙基己基)酞酸酯	0.04-0.9	0.004
二正辛基酞酸酯	0.03-0.7	0.003
苯并(b)荧蒽	0.04-0.5	0.002
苯并(k)荧蒽	0.04-0.4	0.002
苯并(a)芘	0.06-0.36	0.002
茚并(1,2,3-c,d)芘	0.12-1.5	0.006
二苯并(a,h)蒽	0.09-0.7	0.003
苯并(g,h,i)芘	0.04-0.5	0.002

注：MDL 表示检出限，一般采用三倍标准偏差计算，RQL 表示测定下限，一般以 4 倍检出限计算。

验证结果表明实验间加标回收率的标准偏差大部分小于30%，大部分目标化合物的回收率范围在40-120%之间。

8 对实施本标准的建议

在实际样品分析中，根据测定目标化合物的不同，有时需要对样品萃取液进行净化处理后，可以根据不同类型的目标化合物分别采取氧化铝柱、佛罗里硅土、硅胶柱或凝胶渗透柱净化后再进行 GC/MS 分析。

使用本方法分析时可能会出现以下情况：六氯环戊二烯容易在GC的进样口分解，N - 亚硝基二甲胺难以从溶液中分离出来，五氯苯酚、2, 4-二硝酚、4-硝基苯酚、4, 6-二硝基-2-甲基酚等物质本身的GC响应信号均不够良好，以上这些化合物在测定加标回收率等指标时均较低，建议可采用换专用衬管进行测定。

9 参考文献

- [1] 中华人民共和国地表水环境质量标准，GB3838-2002，2002
- [2] 《生活饮用水卫生标准》，GB 5749-2006，2006
- [3] 《综合污水排放标准》，GB 8978-1996，1996
- [4] 《渔业水质标准》，GB 11607-1989，1989
- [5] 中华人民共和国环境保护法
- [6] 中华人民共和国水污染防治法
- [7] EPA 8270D Semivolatile organic compounds by gas chromatography/mass spectrometry(gc/ms)
- [8] EPA 8310 Polynuclear aromatic hydrocarbon

- [9] EPA Method 625 Determination of Semi-volatile Organic Compounds by Gas Chromatography/ Mass Spectrometry (GC/MS) Analysis
- [10] 生活饮用水标准检验方法 GB/T5057.2-2006, 2006
- [11] 《水和废水监测分析方法》第四版, 2002
- [12] 《水质 采样技术指导》, GB/T 12998-1991, 1991
- [13] 《环境监测分析方法标准制订技术导则》, HJ/T 168-2004, 2004

附

方法验证报告

水质 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法

项目负责单位_____上海市环境监测中心_____

通信地址_____上海市南丹路 1 号_____电话_____021-24011500_____

项目负责人_____张明旭_____

报告编写_____王一峰_____

报告复核_____周亚康_____

报告审核_____谢争_____

报告批准_____张明旭_____

报告日期_____2010_____年_____9_____月_____28_____日_____

1 原始测试数据

1.1 实验室基本情况

表 1 参加验证的人员情况登记表

验证实验室	实验室号	姓名	职称	验证方法名称
上海市环境监测中心	1	王一峰	高工	水质 半挥发性有机物的测定 气相色谱—质谱法
杭州市环境监测中心	2	朱军林	高工	水质 半挥发性有机物的测定 气相色谱—质谱法
浙江省环境监测中心	3	叶伟红	工程师	水质 半挥发性有机物的测定 气相色谱—质谱法
南京市环境监测中心	4	杨丽莉	高工	水质 半挥发性有机物的测定 气相色谱—质谱法
上海市疾病预防控制中心	5	邱歆磊	技师	水质 半挥发性有机物的测定 气相色谱—质谱法
上海市松江区环境监测站	6	范慧群	工程师	水质 半挥发性有机物的测定 气相色谱—质谱法

表 2 使用仪器情况登记表

验证实验室	仪器名称	规格型号	性能状况	备注
上海市环境监测中心	气相色谱质谱仪	Agilent 6890N Agilent 5973I	良好	
杭州市环境监测中心	气相色谱质谱仪	Agilent 6890N Agilent 5973N	良好	
浙江省环境监测中心	气相色谱质谱仪	Agilent 7890A Agilent 5975C	良好	
南京市环境监测中心	气相色谱质谱仪	Agilent 7890A Agilent 5975C	良好	
上海市疾病预防控制中心	气相色谱质谱仪	Agilent 6890 Agilent 5973	良好	
上海市松江区环境监测站	气相色谱质谱仪	Agilent 7890A Agilent 5975B	良好	

1.2 方法检出限、测定下限测试数据

分别测定浓度为 1μg/mL 的实验室空白加标样品，剔除离群值后将 7 次测定结果填入表 10 和表 11 中。计算其标准偏差 S。MDL= $S \times t_{(n-1, 0.99)}$ （如果连续分析 7 个样品，在 99% 的置信区间，七个值均是一样的，此时 $t(6, 0.99) = 3.143$ ） 其中： $t_{(n-1, 0.99)}$ 为置信度为 99%、自由度为 n-1 时的 t 值。n 为重复分析的样品数。

表 3 为对 6 家实验室《水质 半挥发性有机物的测定 气相色谱—质谱法》中的检出限的原始测试数据。

表3 方法的检出限测试原始数据表

检出限 化合物 名称	1		2		3		4		5		6	
	检出 限 (μ g/L)	测定 下限 (μ g/L)	检出 限 (μ g/L)	测定 下限 (μ g/L)	检出 限 (μ g/L)	测定 下限 (μ g/L)	检出 限 (μ g/L)	测定 下限 (μ g/L)	检出 限 (μ g/L)	测定 下限 (μ g/L)	检出 限 (μ g/L)	测定 下限 (μ g/L)
N-亚硝基二甲胺			0.04	0.16			0.13	0.52	0.15	0.60		
酚	0.4	1.6			0.04	0.16	0.06	0.24	0.13	0.52	0.06	0.24
2-氯酚	0.3	1.2	0.02	0.08	0.07	0.28	0.43	1.72	0.11	0.44	0.08	0.32
双(2-氯乙基)醚	0.2	0.8	0.04	0.16	0.05	0.20	0.28	1.12	0.08	0.32	0.06	0.24
1,3-二氯苯	0.1	0.4	0.03	0.12	0.04	0.16	0.31	1.24	0.02	0.08	0.06	0.24
1,4-二氯苯	0.1	0.4	0.02	0.08	0.03	0.12	0.32	0.96	0.03	0.12	0.07	0.28
1,2-二氯苯	0.1	0.4	0.04	0.16	0.03	0.12	0.3	1.20	0.03	0.12	0.07	0.28
2-甲基酚	0.3	1.2	0.03	0.12	0.1	0.4	0.42	1.68	0.10	0.40	0.03	0.12
双(2-氯异丙基)醚	0.3	1.2	0.02	0.08	0.78	3.12	0.2	0.8	0.10	0.40	0.04	0.16
六氯乙烷	0.1	0.4	0.05	0.20	0.07	0.28	0.17	0.68	0.04	0.16	0.12	0.48
4-甲基酚	0.4	1.6	0.04	0.16	0.06	0.24	0.3	1.20	0.15	0.60	0.03	0.12
N-亚硝基二正丙胺	0.5	2.0	0.05	0.20	0.1	0.4	0.43	1.72	0.16	0.64	0.11	0.44
硝基苯	0.6	2.4	0.03	0.12	0.05	0.20	0.41	1.64	0.19	0.76	0.06	0.24
异佛尔酮	0.5	2.0	0.04	0.16	0.05	0.20	0.36	1.44	0.16	0.64	0.07	0.28
2-硝基酚	0.4	1.6	0.03	0.12	0.08	0.32	0.38	1.52	0.13	0.52	0.13	0.52
2,4-二甲基酚	0.5	2.0	0.03	0.12	0.08	0.32	0.33	1.32	0.15	0.60	0.06	0.24
双(2-氯乙氧基)甲烷	0.3	1.2	0.05	0.20	0.02	0.08	0.38	1.52	0.10	0.40	0.04	0.16
2,4-二氯酚	0.4	1.6	0.03	0.12	0.08	0.32	0.36	1.44	0.15	0.60	0.09	0.36
1,2,4-三氯苯	0.1	0.4	0.04	0.16	0.03	0.12	0.37	1.48	0.05	0.20	0.04	0.16
萘	0.2	0.8	0.02	0.08	0.03	0.12	0.32	0.96	0.06	0.24	0.03	0.12
4-氯苯胺	0.4	1.6	0.06	0.24	0.03	0.12	0.35	1.40	0.13	0.52	0.09	0.36
六氯丁二烯	0.2	0.8	0.06	0.24	0.05	0.20	0.45	1.80	0.06	0.24	0.10	0.40
4-氯-3-甲酚	0.4	1.6	0.07	0.28	0.08	0.32	0.29	1.18	0.15	0.60	0.08	0.32
2-甲基萘	0.2	0.8	0.03	0.12	0.03	0.12	0.35	1.40	0.07	0.28	0.02	0.08
六氯环戊二烯			0.04	0.16			0.3	1.20	0.09	0.36	0.12	0.48
2,4,6-三氯酚	0.4	1.6	0.05	0.20	0.07	0.28	0.36	1.44	0.13	0.52	0.09	0.36
2,4,5-三氯酚	0.6	2.4	0.07	0.28	0.12	0.48	0.36	1.44	0.20	0.80	0.12	0.48
2-氯萘	0.2	0.8	0.02	0.08	0.02	0.08	0.27	1.08	0.06	0.24	0.05	0.20
2-硝基苯胺	0.2	0.8			0.04	0.16	0.31	1.24	0.06	0.24	0.08	0.32
萘烯	0.2	0.8	0.05	0.20	0.03	0.12	0.33	1.32	0.08	0.32	0.10	0.40
二甲基酞酸酯	0.3	1.2	0.04	0.16	0.03	0.12	0.31	1.24	0.09	0.36	0.07	0.28
2,4-二硝基甲苯	0.3	1.2	0.06	0.24	0.04	0.16	0.34	1.36	0.10	0.40	0.08	0.32

3-硝基苯胺	0.3	1.2	0.08	0.32	0.08	0.32			0.11	0.44	0.10	0.40
芘	0.1	0.4	0.03	0.12	0.04	0.16	0.34	1.36	0.03	0.12	0.03	0.12
2,4-二硝基 酚							0.27	1.08			0.71	2.84
二苯并呋喃	0.2	0.8	0.04	0.16	0.02	0.08	0.31	1.24	0.06	0.24	0.05	0.20
4-硝基酚			0.05	0.20	0.03	0.12	0.22	0.88	0.05	0.20	0.17	0.68
2,6-二硝基 甲苯	0.3	1.2	0.02	0.08	0.05	0.20	0.08	0.32	0.10	0.40	0.08	0.32
芴	0.2	0.8	0.04	0.16	0.03	0.12	0.3	1.20	0.07	0.28	0.09	0.36
二乙基酞酸 酯	0.4	1.6			0.04	0.16	0.3	1.20	0.14	0.56	0.08	0.32
4-氯苯基苯 基醚	0.1	0.4	0.05	0.20	0.02	0.08	0.23	0.92	0.05	0.20	0.08	0.32
4-硝基苯胺			0.03	0.12	0.13	0.52	0.14	0.56	0.32	0.96	0.59	2.36
4,6-二硝基 -2-甲酚			0.03	0.12			0.16	0.64			0.05	0.20
偶氮苯	0.8	3.2	0.02	0.08	0.04	0.16	0.34	1.36	0.28	1.12	0.07	0.28
4-溴苯基苯 基醚	0.2	0.8	0.05	0.20	0.08	0.32	0.26	1.04	0.08	0.32	0.06	0.24
六氯苯	1.5	6.0	0.02	0.08	0.06	0.24	0.26	1.04	0.50	2.00	0.09	0.36
五氯酚			0.04	0.16			0.19	0.76	0.06	0.24	0.15	0.60
菲	0.2	0.8	0.07	0.28	0.03	0.12	0.21	0.84	0.07	0.28	0.09	0.36
蒽	0.3	1.2	0.07	0.28	0.03	0.12	0.21	0.84	0.10	0.40	0.03	0.12
咔唑	0.8	3.2	0.03	0.12	0.08	0.32	0.16	0.64	0.26	1.04	0.09	0.36
二正丁基酞 酸酯	0.8	3.2	0.03	0.12	0.04	0.16	0.24	0.96	0.25	1.00	0.42	1.68
荧蒽	0.4	1.6	0.03	0.12	0.02	0.08	0.14	0.56	0.14	0.56	0.12	0.48
芘	0.4	1.6	0.04	0.16	0.32	0.96	0.13	0.52	0.15	0.60	0.08	0.32
丁基苯基酞 酸酯	0.8	3.2	0.03	0.12	0.17	0.68	0.15	0.60	0.28	1.12		
苯并(a)蒽	0.7	2.8	0.01	0.04	0.63	2.52	0.16	0.64	0.24	0.96		
蒽	0.5	2.0	0.03	0.12	0.37	1.48	0.14	0.56	0.17	0.68		
双(2-乙基己 基)酞酸酯	0.9	3.6	0.04	0.16	0.13	0.52	0.19	0.76	0.29	1.16		
二正辛基酞 酸酯	0.7	2.8	0.03	0.12	0.16	0.64	0.15	0.60	0.24	0.96		
苯并(b)荧蒽	0.5	2.0	0.04	0.16	1.33	5.32	0.2	0.80	0.18	0.72		
苯并(k)荧蒽	0.4	1.6	0.04	0.16	1.46	5.84	0.17	0.68	0.14	0.56		
苯并(a)芘	0.2	0.8	0.36	1.44			0.2	0.80	0.06	0.24		
茚并 (1,2,3-c,d) 芘	1.5	6.0	0.12	0.48			0.3	1.20	0.49	1.96		
二苯并(a,h) 蒽	0.7	2.8	0.09	0.36			0.22	0.88	0.22	0.88		
苯并(g,h,i) 芘	0.5	2.0	0.04	0.16			0.28	1.12	0.17	0.68		

1.3 精密度测试原始数据

配制浓度为 $10\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液和 $50\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液，对上述两种溶液测定结果剔除离群值后将各平行测定 6 次的结果填入表 3 到表 4 中，并按表中规定进行计算。

1.3.1 浓度为 $10\mu\text{g/L}$ 的样品目标化和物的精密度原始测试数据

表 4 为 6 家实验室对《水质 半挥发性有机物的测定气相色谱—质谱法》浓度为 $10\mu\text{g/L}$ 的样品目标化合物的精密度原始测试数据。

表 4 $10\mu\text{g/L}$ 标准溶液的精密度测试数据

化 合 物	实 验 室	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						平 均 值 ($\mu\text{g/L}$)	标 准 偏差	相 对 标准 偏差
		第 一 次	第 二 次	第 三 次	第 四 次	第 五 次	第 六 次			
N-亚硝基二甲胺	1	6.50	7.88	7.86	7.75	7.63	7.52	7.52	0.58	7.72
	2	8.50	8.43	8.39	8.4	8.34	8.30	8.39	0.07	0.80
	3	12.80	11.76	10.11	11.95	12.18	11.97	11.80	0.90	7.63
	4									
	5	6.85	10.04	9.48	9.22	8.40	8.60	8.77	1.11	12.7
	6									
酚	1	10.11	10.01	10.14	9.78	9.64	9.94	9.94	0.22	2.19
	2	8.52	8.50	8.52	8.51	8.49	8.52	8.51	0.01	0.10
	3	13.30	12.98	12.89	12.82	12.94	12.96	12.98	0.17	1.28
	4									
	5	6.83	8.84	8.80	8.68	9.54	9.18	8.64	0.94	10.9
	6	9.43	9.3	9.78	9.49	9.81	9.58	9.57	0.200	2.09
2-氯酚	1	10.75	10.57	10.67	10.47	10.11	10.51	10.51	0.25	2.37
	2	8.13	8.13	8.13	8.12	8.08	8.13	8.12	0.02	0.20
	3	13.17	13.05	12.91	12.90	12.98	12.85	12.98	0.12	0.91
	4									
	5	6.92	9.45	9.40	9.37	10.21	10.03	9.23	1.19	12.8
	6	9.71	9.72	9.82	9.79	9.77	9.78	9.77	0.042	0.43
双 (2-氯乙基) 醚	1	9.72	9.42	9.49	9.48	9.39	9.50	9.50	0.13	1.37
	2	8.10	7.95	7.91	7.85	7.80	7.69	7.88	0.14	1.80
	3	13.65	13.32	13.45	13.34	13.36	13.45	13.43	0.12	0.91
	4									
	5	8.04	8.69	8.99	9.98	8.94	8.73	8.90	0.63	7.08
	6	9.62	9.39	9.7	9.48	9.48	9.46	9.52	0.115	1.21
1,3-二氯苯	1	9.35	9.16	9.09	8.97	8.95	9.10	9.10	0.16	1.78
	2	8.09	8.20	8.22	8.20	8.14	8.24	8.18	0.06	0.70
	3	12.94	12.82	12.81	12.98	12.81	12.81	12.86	0.08	0.60
	4									
	5	7.83	9.74	10.28	9.53	10.59	10.53	9.75	1.03	10.6
	6	9.72	9.68	9.74	9.7	9.63	9.73	9.70	0.040	0.42
1,4-二氯苯	1	10.13	10	10.15	9.42	9.6	9.86	9.86	0.33	3.36
	2	7.72	7.77	7.68	7.68	7.65	7.67	7.70	0.04	0.60
	3	12.93	12.81	12.85	12.91	12.87	12.90	12.88	0.04	0.34
	4									
	5	7.56	9.37	9.97	9.18	10.33	10.22	9.44	1.03	10.9

	6	9.59	9.48	9.56	9.58	9.55	9.59	9.56	0.042	0.44
1,2-二氯苯	1	10.05	9.8	9.99	9.72	9.84	9.88	9.88	0.14	1.38
	2	8.27	8.34	8.38	8.33	8.24	8.27	8.30	0.05	0.60
	3	13.20	13.08	13.09	13.06	13.06	13.01	13.08	0.06	0.49
	4									
	5	7.87	9.75	10.39	9.68	10.79	10.71	9.86	1.08	11.0
	6	9.8	9.68	9.62	9.68	9.7	9.74	9.70	0.061	0.63
2-甲基酚	1	10.59	10.05	9.97	9.56	9.67	9.97	9.97	0.40	4.04
	2	7.91	7.78	7.76	7.70	7.64	7.62	7.74	0.11	1.40
	3	13.00	12.75	12.85	12.77	12.76	12.83	12.83	0.09	0.73
	4									
	5	6.60	8.82	8.92	8.79	9.68	9.36	8.69	1.08	12.5
	6	10.09	10.03	10.07	10.12	10.09	10.08	10.08	0.030	0.29
双(2-氯异丙基)醚	1	10.02	10.8	11.17	10.27	11.77	10.81	10.81	0.70	6.49
	2	7.89	7.82	7.77	7.82	7.81	7.72	7.80	0.06	0.70
	3	13.05	12.90	12.84	12.82	12.76	12.79	12.86	0.10	0.81
	4									
	5	9.33	9.09	8.25	9.63	9.54	9.66	9.25	0.53	5.78
	6	11.39	11.33	11.38	11.4	11.47	11.36	11.39	0.047	0.41
六氯乙烷	1	10.63	10.66	10.48	10.79	10.86	10.68	10.68	0.15	1.38
	2	7.74	7.95	8.01	8.13	8.07	8.18	8.01	0.16	2.00
	3	12.64	12.54	12.36	12.36	12.38	12.38	12.44	0.12	0.95
	4									
	5	9.31	11.61	11.10	11.55	10.97	12.86	11.23	1.16	10.3
	6	9.28	9.23	9.34	9.37	9.49	9.44	9.36	0.097	1.04
4-甲基酚	1	10.1	10.12	9.97	9.93	9.81	9.99	9.99	0.13	1.28
	2	8.30	8.50	8.44	8.59	8.42	8.47	8.45	0.10	1.10
	3	13.39	13.17	13.09	12.84	12.96	12.90	13.06	0.20	1.55
	4									
	5	7.88	9.92	9.88	9.76	10.87	10.47	9.79	1.03	10.5
	6	9.61	9.56	9.6	9.65	9.68	9.65	9.63	0.043	0.45
N-亚硝基二正丙胺	1	9.54	9.3	9.07	8.58	9.15	9.13	9.13	0.35	3.89
	2	8.40	8.41	8.41	8.28	8.37	8.30	8.36	0.06	0.70
	3	12.79	12.22	12.37	12.37	12.25	12.23	12.37	0.22	1.74
	4									
	5	10.93	9.97	10.06	10.34	10.50	10.46	10.38	0.35	3.35
	6	8.87	8.88	9.12	8.87	9.17	9.47	9.06	0.240	2.65
硝基苯	1	10.74	10.47	10.22	9.74	10.77	10.39	10.39	0.43	4.10
	2	10.61	10.44	10.66	10.49	10.48	10.45	10.52	0.09	0.90
	3	10.15	10.12	10.11	10.09	10.02	10.09	10.10	0.04	0.43
	4									
	5	7.38	8.50	7.83	9.22	8.94	8.55	8.40	0.69	8.21
	6	9.08	9.16	9.19	9.24	9.35	9.16	9.20	0.091	0.99
异佛尔酮	1	10.33	9.96	9.91	9.96	10.29	10.09	10.09	0.20	2.01
	2	10.23	10.19	10.35	10.29	10.27	10.31	10.27	0.06	0.60
	3	10.17	9.92	9.99	9.84	9.85	9.91	9.95	0.12	1.23
	4									
	5	10.35	10.18	10.14	10.11	10.05	10.06	10.15	0.11	1.09
	6	8.86	8.87	8.86	8.86	8.91	8.9	8.88	0.023	0.25
2-硝基酚	1	10.56	10.09	9.77	9.37	9.66	9.89	9.89	0.45	4.60
	2	10.13	10.28	10.34	10.37	10.29	10.38	10.30	0.09	0.90

	3	9.02	8.62	8.41	8.43	8.33	8.23	8.51	0.28	3.32
	4									
	5	8.70	8.60	8.09	8.56	8.43	8.25	8.44	0.23	2.75
	6	9.39	9.27	9.46	9.4	9.55	9.6	9.45	0.119	1.26
2,4-二甲基酚	1	10.6	11.02	10.89	10.54	11	10.81	10.81	0.23	2.09
	2	10.40	10.40	10.44	10.43	10.39	10.42	10.41	0.02	0.20
	3	10.73	10.46	10.61	10.55	10.50	10.52	10.56	0.10	0.91
	4									
	5	9.91	9.87	9.50	9.84	9.88	9.74	9.79	0.15	1.57
	6	9.23	9.18	9.4	9.32	9.26	9.42	9.30	0.096	1.03
双(2-氯乙氧基)甲烷	1	10.11	10.39	10.05	10.16	10.08	10.16	10.16	0.14	1.34
	2	10.01	10.00	10.06	10.04	9.930	10.03	10.01	0.04	0.50
	3	10.45	10.34	10.34	10.19	10.17	10.23	10.29	0.11	1.05
	4									
	5	10.07	10.04	9.89	9.99	10.05	10.02	10.01	0.06	0.63
	6	9.57	9.53	9.59	9.56	9.64	9.68	9.60	0.055	0.58
2,4-二氯酚	1	10.37	9.95	10.48	10.25	9.97	10.20	10.20	0.24	2.32
	2	10.13	10.10	10.12	10.17	10.10	10.13	10.12	0.03	0.30
	3	10.00	9.77	9.78	9.62	9.71	9.69	9.76	0.13	1.34
	4									
	5	9.18	9.00	8.49	8.92	8.83	8.61	8.84	0.25	2.87
	6	9.37	9.48	9.43	9.39	9.54	9.5	9.45	0.066	0.70
1,2,4-三氯苯	1	10.83	10.19	10.81	10.75	10.8	10.68	10.68	0.27	2.56
	2	9.30	9.57	9.58	9.68	9.67	10.07	9.64	0.25	2.60
	3	10.41	10.36	10.52	10.51	10.35	10.52	10.45	0.08	0.78
	4									
	5	10.07	10.15	10.08	9.99	10.04	10.03	10.06	0.05	0.52
	6	9.63	9.62	9.63	9.59	9.64	9.47	9.60	0.064	0.670
萘	1	10.9	10.58	11.02	10.68	10.79	10.79	10.79	0.17	1.61
	2	10.11	10.20	10.27	10.28	10.20	10.37	10.24	0.09	0.90
	3	10.70	10.70	10.72	10.70	10.68	10.68	10.70	0.02	0.14
	4									
	5	12.18	12.43	12.32	12.38	11.91	11.39	12.10	0.40	3.27
	6	10.83	10.87	10.69	10.79	10.81	10.8	10.80	0.060	0.56
4-氯苯胺	1	10.7	10.61	10.98	10.07	11.13	10.70	10.70	0.41	3.82
	2	10.12	10.29	10.29	10.35	10.20	10.42	10.28	0.11	1.00
	3	10.45	10.22	10.27	10.07	10.15	10.19	10.23	0.13	1.26
	4									
	5	8.49	8.99	8.45	8.99	8.94	8.61	8.75	0.26	2.93
	6	12.27	12.14	12.09	12.15	12.33	12.43	12.24	0.131	1.07
六氯丁二烯	1	10.08	9.95	10.3	10.59	10.83	10.35	10.35	0.36	3.49
	2	10.53	10.43	10.45	10.44	10.53	10.46	10.47	0.04	0.40
	3	10.44	10.36	10.65	10.56	10.46	10.41	10.48	0.11	1.02
	4									
	5	10.46	10.47	10.56	10.42	10.25	10.36	10.42	0.10	1.00
	6	10.66	10.72	10.23	10.38	10.57	10.46	10.50	0.183	1.74
4-氯-3-甲酚	1	10.75	10.13	9.83	10.05	10.35	10.22	10.22	0.35	3.41
	2	10.45	10.37	10.38	10.35	10.34	10.39	10.38	0.04	0.40
	3	9.72	9.45	9.50	9.48	9.30	9.38	9.47	0.14	1.50
	4									
	5	9.06	9.21	8.76	9.08	8.90	8.76	8.96	0.19	2.07

	6	10.63	10.59	10.5	10.67	10.59	10.72	10.62	0.076	0.71
2-甲基萘	1	10.77	11.39	11.14	11.57	10.69	11.11	11.11	0.38	3.44
	2	9.77	9.68	9.72	9.68	9.50	9.55	9.650	0.10	1.10
	3	10.60	10.56	10.54	10.48	10.46	10.54	10.53	0.05	0.49
	4									
	5	10.74	10.72	10.65	10.72	10.52	10.50	10.64	0.11	1.01
	6	10.68	10.81	10.74	10.82	10.85	10.74	10.77	0.064	0.59
六氯环戊二烯	1									
	2	10.48	10.38	10.38	10.45	10.44	10.45	10.43	0.04	0.40
	3	4.00	3.78	3.84	3.49	3.64	3.61	3.73	0.18	4.91
	4									
	5	9.27	8.90	8.14	8.74	8.31	8.11	8.58	0.47	5.47
	6	8.11	8.25	8.05	7.53	7.67	8.23	7.97	0.302	3.79
2,4,6-三氯酚	1	9.69	9.36	9.09	8.57	9.05	9.15	9.15	0.41	4.52
	2	10.58	10.49	10.52	10.50	10.52	10.57	10.53	0.037	0.40
	3	9.39	9.22	9.14	9.00	9.15	9.09	9.17	0.13	1.44
	4									
	5	8.65	8.59	8.09	8.55	8.24	7.98	8.35	0.29	3.42
	6	10.26	10.31	10.01	10.22	10.2	10.33	10.22	0.115	1.13
2,4,5-三氯酚	1	9.35	8.7	9.19	8.97	9.48	9.14	9.14	0.31	3.39
	2	10.52	10.55	10.62	10.69	10.52	10.56	10.58	0.07	0.60
	3	9.63	9.17	9.30	9.16	9.40	9.13	9.30	0.19	2.06
	4									
	5	8.47	8.39	7.66	8.21	7.90	7.52	8.02	0.39	4.89
	6	11.02	11.2	11.07	11.12	11.22	11.27	11.15	0.096	0.86
2-氯萘	1	11.2	10.86	10.91	10.85	11.45	11.05	11.05	0.26	2.39
	2	10.25	10.15	10.14	10.16	10.04	10.06	10.13	0.08	0.70
	3	10.33	10.33	10.25	10.29	10.38	10.26	10.31	0.05	0.48
	4									
	5	10.52	10.56	10.45	10.46	10.36	10.25	10.43	0.11	1.08
	6	10.88	10.75	10.68	10.67	10.71	10.81	10.75	0.082	0.76
2-硝基苯胺	1	11.78	11.66	11.82	11.44	10.94	11.53	11.53	0.36	3.13
	2	6.22	6.10	6.56	6.68	5.64	6.67	6.31	0.41	6.50
	3	9.27	9.05	9.00	8.79	8.92	8.71	8.96	0.20	2.23
	4									
	5	8.69	8.60	7.99	8.50	8.31	8.01	8.35	0.30	3.58
	6	9.97	10.13	10.2	10.12	10.14	10.17	10.12	0.080	0.79
萘烯	1	10.39	9.86	10.67	10.08	11.28	10.46	10.46	0.55	5.29
	2	10.64	10.67	10.62	10.68	10.77	10.71	10.68	0.05	0.50
	3	16.50	16.37	16.19	16.27	16.49	16.42	16.37	0.12	0.75
	4									
	5	12.79	12.53	12.62	12.54	11.02	12.48	12.33	0.65	5.28
	6	13.16	13.28	13.06	13.05	13.2	13.2	13.16	0.089	0.68
二甲基酞酸酯	1	10.37	9.46	9.57	10.17	10.18	9.95	9.95	0.41	4.09
	2	10.31	10.25	10.16	10.31	9.78	10.13	10.16	0.20	2.00
	3	10.00	9.96	9.93	9.82	9.91	9.84	9.91	0.07	0.70
	4									
	5	10.10	10.01	9.96	10.03	10.08	9.88	10.01	0.08	0.80
	6	10.55	10.65	10.5	10.52	10.55	10.63	10.57	0.060	0.57
2,4-二硝基甲	1	10.79	10.23	9.71	9.71	11	10.29	10.29	0.60	5.81
	2	10.63	10.36	10.20	10.16	10.26	10.17	10.30	0.18	1.70

苯	3	9.44	9.15	8.97	8.84	9.08	8.94	9.07	0.21	2.33
	4									
	5	10.21	10.19	9.94	10.31	10.25	9.99	10.15	0.15	1.45
	6	10.35	10.27	10.04	10.09	10.25	10.38	10.23	0.138	1.34
3-硝基苯胺	1	10.74	10.39	10.64	10.09	9.74	10.32	10.32	0.41	3.97
	2	10.46	10.34	10.17	10.39	10.48	10.43	10.38	0.11	1.10
	3	9.83	9.59	9.28	9.22	9.35	9.22	9.42	0.25	2.61
	4									
	5	7.94	8.81	8.15	9.04	8.81	8.13	8.48	0.46	5.43
	6	10.41	10.65	10.54	10.58	10.45	10.8	10.57	0.142	1.34
萘	1	10.49	10.5	9.94	10.17	9.96	10.21	10.21	0.27	2.68
	2	10.72	10.69	10.66	10.68	10.63	10.55	10.66	0.06	0.60
	3	10.48	10.41	10.38	10.39	10.48	10.44	10.43	0.04	0.42
	4									
	5	10.64	10.54	10.62	10.59	10.66	10.52	10.60	0.06	0.53
	6	10.92	10.91	10.96	10.88	10.78	10.88	10.89	0.061	0.56
2,4-二硝基酚	1									
	2	10.14	10.16	9.97	10.06	10.06	10.03	10.07	0.07	0.70
	3	1.33	1.09	1.07	0.95	0.94	0.96	1.06	0.15	14.1
	4									
	5	6.05	6.51	6.85	6.94	6.67	6.21	6.54	0.35	5.41
	6	5.65	6.08	5.69	6.04	6.17	6.89	6.09	0.448	7.36
二苯并呋喃	1	10.81	10.82	10.87	10.3	9.99	10.56	10.56	0.39	3.72
	2	2.33	2.15	2.11	2.13	2.04	2.11	2.14	0.10	4.60
	3	10.34	10.27	10.23	10.21	10.32	10.19	10.26	0.06	0.59
	4									
	5	11.96	11.84	11.92	11.92	11.77	11.64	11.84	0.12	1.02
	6	10.8	10.78	10.85	10.73	10.56	10.77	10.75	0.100	0.93
4-硝基酚	1	8.48	8.02	7.4	6.74	5.53	7.23	7.23	1.16	16.0
	2	8.69	8.61	8.74	8.98	8.38	9.07	8.74	0.25	2.90
	3	8.61	8.55	8.51	8.46	8.58	8.53	8.54	0.05	0.62
	4									
	5	9.76	9.34	9.23	8.12	9.15	8.97	9.10	0.55	6.00
	6	8.98	9.1	9.35	9.08	9.26	9.71	9.25	0.263	2.84
2,6-二硝基甲苯	1	8.57	9.3	9.09	8.87	8.9	8.95	8.95	0.27	3.04
	2	10.65	10.56	10.64	10.69	10.56	10.58	10.61	0.054	0.50
	3	8.87	8.50	8.53	8.40	8.48	8.33	8.52	0.19	2.20
	4									
	5	8.86	8.87	8.64	8.93	8.86	8.61	8.80	0.14	1.57
	6	10.28	10.38	10.42	10.35	10.07	10.62	10.35	0.180	1.74
芴	1	11.13	10.96	11.08	10.87	10.54	10.92	10.92	0.23	2.14
	2	8.49	8.51	8.49	8.57	8.51	8.55	8.52	0.033	0.40
	3	10.13	10.03	9.99	10.11	10.06	10.01	10.06	0.06	0.55
	4									
	5	11.11	10.82	11.05	10.98	10.73	10.65	10.89	0.19	1.71
	6	10.6	10.71	10.78	10.72	10.59	10.8	10.70	0.088	0.82
三乙基酞酸酯	1	10.52	10.16	10.58	9.97	9.97	10.24	10.24	0.29	2.87
	2	10.10	10.05	9.96	10.07	10.05	10.03	10.04	0.047	0.50
	3	10.01	9.86	9.89	9.80	9.93	9.86	9.89	0.07	0.73
	4									
	5	10.89	10.71	10.95	10.75	10.63	10.55	10.75	0.15	1.43

	6	10.54	10.5	10.76	10.6	10.53	10.7	10.61	0.104	0.98
4-氯苯 基苯基 醚	1	10.61	11.02	11.21	10.72	10.64	10.84	10.84	0.26	2.43
	2	10.35	10.26	10.05	10.23	10.37	10.31	10.26	0.12	1.10
	3	10.21	10.13	10.11	10.11	10.11	10.09	10.13	0.04	0.42
	4									
	5	9.90	9.87	9.91	10.00	9.97	9.81	9.91	0.07	0.69
	6	10.99	11.07	10.94	10.9	10.77	10.97	10.94	0.101	0.92
4-硝基 苯胺	1	9.73	10.45	11.87	10.65	11.75	10.89	10.89	0.91	8.34
	2	9.34	9.39	9.63	9.57	9.29	9.63	9.48	0.15	1.60
	3	9.67	9.6	8.7	8.93	8.93	8.7	9.09	0.44	4.80
	4									
	5	7.03	7.25	7.15	7.70	9.55	7.02	7.62	0.98	12.9
	6	16.92	16.65	17.47	14.35	17.38	17.21	16.66	1.173	7.04
4,6-二 硝基 -2-甲 酚	1	5.42	4.99	4.45	3.34	3.7	4.38	4.38	0.87	19.8
	2	10.14	10.26	10.19	10.03	10.19	10.05	10.14	0.089	0.90
	3	3.34	2.84	2.82	2.63	2.60	2.52	2.79	0.30	10.6
	4									
	5	6.22	6.01	6.80	6.02	6.60	7.38	6.51	0.53	8.22
	6	10.48	11.09	10.68	10.79	10.57	11.84	10.91	0.503	4.61
偶氮苯	1	10.59	10.86	10.79	10.75	10.85	10.77	10.77	0.11	1.01
	2	10.35	10.16	10.31	10.26	10.24	10.14	10.24	0.082	0.80
	3	9.36	9.17	9.14	9.06	9.18	9.07	9.16	0.11	1.18
	4									
	5	10.23	10.05	10.23	10.11	9.96	9.88	10.07	0.14	1.42
	6	10.2	10.21	10.23	10.27	10.2	10.31	10.24	0.045	0.44
4-溴苯 基苯基 醚	1	9.99	9.99	10.52	9.56	10.5	10.11	10.11	0.40	3.99
	2	10.35	10.27	10.18	10.18	10.31	10.31	10.27	0.072	0.70
	3	11.44	11.58	11.66	11.44	11.38	11.38	11.48	0.11	1.00
	4									
	5	9.90	10.01	9.96	9.99	10.41	10.16	10.07	0.19	1.86
	6	10.51	10.46	10.66	10.54	10.46	10.59	10.54	0.078	0.74
六氯苯	1	9.8	10.33	9.56	9.74	9.53	9.79	9.79	0.32	3.29
	2	10.59	10.45	10.13	10.25	10.47	10.52	10.40	0.18	1.70
	3	11.85	12.14	12.12	12.18	11.92	12.02	12.04	0.13	1.10
	4									
	5	9.40	9.79	9.72	9.79	9.72	9.77	9.70	0.15	1.55
	6	10.48	10.7	10.51	10.58	10.51	10.48	10.54	0.085	0.81
五氯酚	1									
	2	10.72	10.51	10.19	10.37	10.59	10.64	10.50	0.19	1.90
	3	7.85	8.37	8.01	7.85	7.66	7.64	7.90	0.27	3.41
	4									
	5	6.27	6.24	6.34	6.03	6.20	7.22	6.38	0.42	6.64
	6	9.93	9.95	10.09	10.08	9.81	10.31	10.03	0.173	1.72
菲	1	10.29	10.29	10.52	10.11	10.15	10.27	10.27	0.16	1.56
	2	10.83	10.59	10.17	10.3	10.59	10.72	10.54	0.24	2.30
	3	10.71	10.87	10.87	10.88	10.83	10.83	10.83	0.06	0.59
	4									
	5	11.82	11.82	11.80	11.78	11.96	11.89	11.85	0.07	0.57
	6	10.2	10.1	10.17	10.24	10.24	10.27	10.20	0.062	0.60
蒽	1	9.79	9.5	10.01	9.89	9.55	9.75	9.75	0.22	2.24
	2	10.48	10.27	9.7	10.10	10.24	10.69	10.25	0.32	3.20

	3	9.79	9.67	9.73	9.70	9.64	9.66	9.70	0.05	0.57
	4									
	5	11.77	11.74	11.66	11.81	11.75	11.69	11.74	0.05	0.46
	6	10.17	10.14	10.24	10.29	10.27	10.41	10.25	0.096	0.94
呋唑	1	10.88	11.23	11.7	10.26	12.48	11.31	11.31	0.84	7.42
	2	10.40	10.40	10.37	10.41	10.36	10.49	10.42	0.055	0.50
	3	11.35	11.20	11.27	11.21	11.24	11.25	11.25	0.05	0.48
	4									
	5	10.48	11.00	10.94	11.01	11.18	10.91	10.92	0.23	2.14
	6	11.01	10.16	10.29	11.57	11.58	11.85	11.08	0.715	6.46
二正丁基酞酸酯	1	10.63	9.77	9.97	10.354	10.26	10.20	10.20	0.34	3.29
	2	10.51	10.40	10.37	10.37	10.34	10.40	10.40	0.059	0.60
	3	11.27	11.35	11.49	11.32	11.27	11.20	11.32	0.10	0.88
	4									
	5	12.85	12.34	10.01	11.45	12.01	11.46	11.69	0.98	8.38
	6	9.76	9.83	9.89	10.06	10.05	10.25	9.97	0.181	1.81
茛菪	1	9.74	9.51	9.42	9.79	10.23	9.74	9.74	0.32	3.24
	2	10.28	10.14	9.96	10.15	10.04	10.47	10.17	0.18	1.80
	3	8.60	8.61	8.75	8.90	8.98	9.20	8.84	0.23	2.64
	4									
	5	11.52	11.04	11.21	10.96	10.65	10.85	11.04	0.30	2.74
	6	10.09	10.15	10.33	10.38	10.01	10.14	10.18	0.143	1.40
茛	1	10	9.72	9.84	9.77	9.7	9.81	9.81	0.12	1.24
	2	9.76	9.48	9.13	9.49	9.15	10.00	9.5	0.34	3.60
	3									
	4									
	5	11.78	11.17	11.47	11.23	10.93	11.09	11.28	0.30	2.68
	6	9.98	9.9	10.03	10.08	10.04	10.09	10.02	0.071	0.71
丁基苄基酞酸酯	1	10.25	9.73	9.76	9.65	10.26	9.93	9.93	0.30	3.02
	2	10.77	10.47	10.13	10.40	10.16	10.68	10.44	0.26	2.50
	3									
	4									
	5	10.76	10.63	10.33	9.71	10.46	10.62	10.42	0.38	3.63
	6									
苯并(a)茛	1	8.97	9.32	9.2	8.84	9.42	9.15	9.15	0.24	2.64
	2	9.96	10.02	9.94	9.96	9.96	10.01	9.98	0.032	0.30
	3	8.61	8.24	8.15	7.99	8.07	8.11	8.20	0.22	2.68
	4									
	5	11.83	11.54	11.29	10.43	11.58	11.45	11.35	0.48	4.26
	6									
屈	1	9.76	9.66	10.27	10.14	10.22	10.01	10.01	0.28	2.80
	2	2.93	2.97	2.98	2.95	3.01	3.03	2.98	0.037	1.20
	3	10.78	10.58	10.42	10.36	10.48	10.45	10.51	0.15	1.43
	4									
	5	11.94	11.78	11.61	10.71	11.99	11.98	11.67	0.49	4.21
	6									
双(2-乙基己基)酞酸酯	1	10.21	10.51	10.2	10.21	10.42	10.31	10.31	0.15	1.41
	2	9.79	9.74	9.68	9.62	9.62	10.01	9.74	0.15	1.50
	3									
	4									
	5	11.00	11.05	10.79	9.87	10.64	10.97	10.72	0.44	4.15

	6									
二正辛 基酞酸 酯	1	12.4	12.86	12.44	12.19	13.41	12.66	12.66	0.48	3.83
	2	10.50	10.47	10.44	10.32	10.47	10.76	10.49	0.14	1.40
	3									
	4									
	5	11.92	10.75	10.20	9.32	9.73	9.94	10.31	0.92	8.94
	6									
苯 并 (b) 荧 蒽	1	9.39	9.27	9.52	9.22	9.63	9.41	9.41	0.17	1.81
	2	8.09	7.58	7.50	7.48	7.08	7.41	7.52	0.33	4.40
	3	13.08	12.15	10.73	10.74	10.18	10.34	11.20	1.15	10.3
	4									
	5	7.07	7.93	7.79	7.68	7.69	7.64	7.63	0.29	3.86
	6									
苯 并 (k) 荧 蒽	1	10.01	10.47	10.9	10.62	11.27	10.65	10.65	0.47	4.43
	2	7.52	7.50	7.53	7.47	7.50	7.51	7.50	0.02	0.30
	3	14.10	12.59	11.78	11.22	11.16	10.45	11.88	1.30	10.9
	4									
	5	7.10	7.96	7.74	7.70	7.75	7.73	7.66	0.29	3.81
	6									
苯 并 (a) 芘	1	9.69	9.74	10.14	9.3	10.36	9.85	9.85	0.41	4.20
	2	7.42	7.47	7.55	7.51	7.45	7.51	7.48	0.05	0.60
	3									
	4									
	5	6.85	7.71	7.71	7.58	7.61	7.61	7.51	0.33	4.36
	6									
蒽 并 (1, 2, 3 -c, d) 芘	1	11.07	10.97	10.21	11.26	10.97	10.90	10.90	0.40	3.68
	2	8.39	8.33	8.35	8.36	8.28	8.27	8.33	0.05	0.60
	3									
	4									
	5	6.28	7.98	6.25	5.61	6.12	6.14	6.40	0.81	12.7
	6									
二苯并 (a, h) 蒽	1	10.77	9.91	9.93	10.49	9.92	10.20	10.20	0.40	3.93
	2	7.40	7.41	7.47	7.48	7.43	7.48	7.44	0.036	0.50
	3									
	4									
	5	6.77	5.95	6.30	6.51	6.52	6.53	6.43	0.28	4.32
	6									
苯 并 (g, h, i) 花	1	10.36	10.16	10.17	9.83	10.46	10.20	10.20	0.24	2.36
	2	8.20	8.21	8.22	8.23	8.17	8.20	8.20	0.02	0.30
	3									
	4									
	5	6.92	6.13	6.53	6.74	7.09	7.25	6.78	0.41	5.98
	6									

1.3.2 浓度为 50 $\mu\text{g/L}$ 的样品目标化和物的精密度原始测试数据

表5为6家实验室对《水质 半挥发性有机物的测定气相色谱-质谱法》浓度为50 $\mu\text{g/L}$ 的样品目标化合物的精密度原始测试数据

表5 50 $\mu\text{g/L}$ 标准溶液的精密度测试数据

化合物	实 验 室	测定结果 (μ g/L)						平 均 值 (μ g/L)	标准偏 差	相 对 标准 偏差
		第 一 次	第 二 次	第 三 次	第 四 次	第 五 次	第 六 次			
N-亚硝基二甲胺	1	12.2	16.4	15.9	14.6	14.1	14.4	14.6	1.36	9.31
	2	46.5	48.7	45.3	46.2	45.3	45.5	46.2	1.33	2.90
	3	47.85	48.49	48.73	48.74	48.40	48.32	48.42	0.33	0.68
	4									
	5	44.76	51.57	52.77	50.79	52.72	52.88	50.92	3.13	6.14
	6									
酚	1	41.2	49.1	49.6	42.9	42.5	40.7	44.3	3.64	8.21
	2	51.7	53.9	50.7	51.4	50.9	51.2	51.6	1.15	2.20
	3	47.41	47.33	47.32	47.15	47.33	47.09	47.27	0.12	0.26
	4									
	5	39.35	44.02	46.26	43.75	45.31	48.45	44.53	3.05	6.86
	6	50.83	56.29	57.83	58.65	58.68	58.42	56.78	3.051	5.37
2-氯酚	1	42.6	52.5	52.1	44.0	45.8	40.7	46.3	4.53	9.79
	2	47.5	49.5	46.2	46.9	46.2	46.3	47.1	1.28	2.70
	3	47.02	47.12	46.86	47.17	47.17	47.07	47.07	0.12	0.25
	4									
	5	40.85	46.45	46.90	45.64	46.12	48.16	45.69	2.52	5.52
	6	52.24	58.55	59.62	61.12	60.85	61.25	58.94	3.442	5.84
双 (2-氯乙基) 醚	1	41.4	48.3	49.8	42.0	42.7	42.7	44.5	3.28	7.36
	2	41.3	43.7	39.8	40.7	39.8	39.8	40.8	1.53	3.70
	3	46.45	46.66	46.57	46.24	46.43	46.22	46.43	0.17	0.38
	4									
	5	39.6	41.74	43.52	40.14	43.11	47.04	42.53	2.70	6.36
	6	49.11	54.82	55.97	56.29	57.41	56.68	55.05	3.031	5.51
1,3-二氯苯	1	46.0	55.1	53.4	47.0	46.8	45.2	48.9	3.84	7.86
	2	51.6	53.7	51.0	51.8	51.4	51.7	51.9	0.949	1.80
	3	46.18	46.30	46.16	46.19	46.28	46.12	46.21	0.07	0.15
	4									
	5	45.22	47.07	48.88	45.73	48.61	52.05	47.93	2.50	5.22
	6	51.16	56.15	58.06	58.81	59.01	58.82	57.00	3.052	5.36
1,4-二氯苯	1	45.9	54.0	53.0	44.5	46.8	45.3	48.2	3.79	7.86
	2	44.5	46.8	43.5	44.2	43.1	43.0	44.2	1.41	3.20
	3	45.86	46.14	46.07	45.94	46.14	45.83	46.00	0.14	0.30
	4									
	5	43.65	45.03	46.83	43.91	46.72	50.13	46.05	2.41	5.24
	6	50.29	55.48	57.06	57.84	58.14	58.28	56.18	3.065	5.46
1,2-二氯苯	1	43.0	52.0	51.0	44.9	45.0	43.1	46.5	3.63	7.81
	2	50.4	52.4	49.4	49.7	49.3	49.3	50.1	1.22	2.40
	3	45.83	46.08	45.88	46.17	46.13	46.11	46.03	0.14	0.31
	4									
	5	43.13	46.18	47.93	44.81	47.82	51.37	46.88	2.86	6.10
	6	49.59	54.99	56.78	57.62	57.72	57.58	55.71	3.172	5.69
2-甲基酚	1	40.8	54.4	50.7	42.8	45.1	44.4	46.4	4.69	10.1
	2	43.3	45.3	41.8	42.7	41.4	41.6	42.7	1.47	3.50
	3	47.90	47.86	47.72	47.68	47.82	47.82	47.80	0.08	0.18
	4									
	5	41.14	44.56	47.10	44.42	46.23	49.54	45.50	2.84	6.25

	6	52.19	57.19	59.15	59.61	59.96	59.93	58.01	3.030	5.22
双(2-氯异丙基)醚	1	47.6	45.6	54.6	45.9	45.3	49.8	48.1	3.28	6.82
	2	45.9	48.0	44.9	45.6	44.9	45.1	45.7	1.18	2.60
	3	46.73	46.80	46.79	46.77	46.71	46.72	46.75	0.04	0.08
	4									
	5	47.95	52.04	53.68	50.23	53.70	57.50	52.51	3.28	6.25
	6	58.07	64.27	65.57	66.68	66.79	66.6	64.66	3.370	5.21
六氯乙烷	1	41.4	48.2	48.5	42.4	41.4	38.8	43.4	3.63	8.37
	2	53.2	56.9	53.9	55.3	54.0	54.7	54.6	1.32	2.40
	3	46.86	47.38	49.17	49.46	48.41	47.32	48.10	1.07	2.23
	4									
	5	49.16	48.86	50.95	45.37	51.20	56.51	50.34	3.67	7.29
	6	49.83	55.87	57.02	57.79	57.65	57.84	56.00	3.113	5.56
4-甲基酚	1	44.6	55.3	49.1	45.6	45.1	43.0	47.1	4.08	8.66
	2	50.3	51.3	48.9	49.4	48.9	49.3	49.7	0.956	1.90
	3	48.27	48.35	48.35	48.24	48.01	48.21	48.24	0.13	0.26
	4									
	5	42.90	34.30	42.76	37.63	41.97	44.11	40.61	3.81	9.38
	6	49.29	54.22	56.08	56.42	56.75	56.85	54.94	2.928	5.33
N-亚硝基二正丙胺	1	47.0	55.9	51.1	45.5	44.0	43.1	47.8	4.46	9.34
	2	46.9	51.1	46.4	47.4	46.8	46.9	47.6	1.75	3.70
	3	49.27	49.45	47.27	47.35	47.72	49.39	48.41	1.07	2.20
	4									
	5	50.61	60.38	42.73	63.50	48.02	54.64	53.31	7.78	14.6
	6	48.64	54	57.31	57.24		57.83	55.00	3.867	7.03
硝基苯	1	47.9	56.7	50.4	48.8	46.8	45.4	49.3	3.65	7.39
	2	51.2	51.0	50.3	50.8	50.8	50.6	50.8	0.328	0.60
	3	50.58	50.21	50.59	50.53	50.91	50.63	50.58	0.22	0.44
	4									
	5	38.01	43.38	45.81	43.25	45.17	48.16	43.96	3.43	7.80
	6	48.7	54.27	55.19	55.99	56.09	55.82	54.34	2.846	5.24
异佛尔酮	1	42.2	54.2	46.2	41.3	43.4	42.3	44.9	4.43	9.85
	2	48.5	48.5	48.2	47.8	47.6	47.7	48.1	0.392	0.80
	3	50.83	50.62	50.67	50.58	50.56	50.86	50.69	0.13	0.25
	4									
	5	44.30	33.82	48.61	49.05	50.19	40.36	44.39	6.34	14.3
	6	50.46	57.2	57.72	58.13	58.5	58.13	56.69	3.084	5.44
2-硝基酚	1	48.0	54.3	51.7	45.8	48.4	44.6	48.8	3.32	6.81
	2	50.9	50.4	50.8	50.6	50.1	50.0	50.5	0.383	0.80
	3	53.74	53.93	54.24	54.61	54.60	54.85	54.33	0.43	0.80
	4									
	5	46.46	53.87	54.85	54.55	54.29	54.38	53.07	3.25	6.13
	6	55.79	63.05	63.72	64.9	65.68	65.08	63.04	3.677	5.83
2,4-二甲苯酚	1	45.5	56.0	48.1	42.4	47.8	42.4	47.0	4.61	9.80
	2	51.3	50.5	50.6	50.3	50.1	50.1	50.5	0.44	0.90
	3	51.10	50.73	50.56	50.58	50.41	50.51	50.65	0.24	0.48
	4									
	5	43.24	51.55	51.21	50.04	50.27	50.46	49.46	3.10	6.28
	6	49.47	56	56.63	57	57.05	56.89	55.51	2.982	5.37
双(2-氯乙氧基)甲烷	1	47.3	55.4	51.7	44.7	44.8	44.3	48.0	4.17	8.69
	2	48.7	48.0	48.1	47.8	47.2	47.2	47.8	0.565	1.20

	3	50.42	50.18	50.35	50.08	50.10	50.44	50.26	0.16	0.32
	4									
	5	41.14	49.34	49.28	48.54	48.91	49.16	47.73	3.24	6.79
	6	50.34	56.54	57.44	58.19	58.48	58.11	56.52	3.105	5.49
2, 4-二氯酚	1	40.5	48.4	53.2	43.7	48.3	46.8	46.8	3.97	8.48
	2	49.7	49.1	48.9	48.5	48.5	48.4	48.9	0.508	1.00
	3	51.78	51.47	51.33	51.37	51.59	51.58	51.52	0.17	0.32
	4									
	5	43.04	52.29	52.61	51.70	52.03	52.19	50.64	3.74	7.38
	6	52.33	58.77	59.82	60.48	60.7	60.7	58.80	3.254	5.53
1, 2, 4-三氯苯	1	47.5	56.1	53.8	45.3	48.5	44.5	49.3	4.26	8.65
	2	56.2	54.6	56.5	53.9	55.8	54.9	55.3	0.98	1.80
	3	49.33	49.34	49.69	49.05	49.84	49.59	49.47	0.29	0.58
	4									
	5	44.02	52.39	52.20	51.01	51.61	52.34	50.60	3.27	6.46
	6	49.87	55.62	56.48	57.24	57.28	57.45	55.66	2.916	5.24
萘	1	48.6	48.9	48.1	50.1	49.1	50.0	49.1	0.74	1.50
	2	53.9	53.1	53.2	52.8	53.1	53.0	53.2	0.361	0.70
	3	50.16	49.82	50.06	49.82	50.29	50.05	50.03	0.19	0.37
	4									
	5	51.96	47.79	49.70	47.04	49.64	51.71	49.64	1.99	4.01
	6	50.11	49.17	49.84	49.9	49.71	50.00	49.79	0.332	0.67
4-氯苯胺	1	49.3	48.0	46.3	48.6	49.4	48.2	48.3	1.04	2.15
	2	52.9	52.3	53.0	52.2	52.4	52.4	52.5	0.353	0.70
	3	52.24	51.35	51.45	51.49	51.29	51.24	51.51	0.37	0.72
	4									
	5	42.65	51.89	52.78	52.10	51.47	51.19	50.35	3.81	7.56
	6	61.03	59.3	61.51	61.44	61.58	61.86	61.12	0.931	1.52
六氯丁二烯	1	46.5	48.6	48.2	48.7	47.6	48.8	48.1	0.81	1.68
	2	50.5	49.7	49.5	48.9	49.0	48.9	49.4	0.62	1.30
	3	49.70	49.05	49.44	49.29	49.75	49.31	49.42	0.27	0.54
	4									
	5	44.83	53.65	53.09	51.42	53.04	53.57	51.60	3.41	6.61
	6	48.39	47.43	48.32	47.87	48.15	48.15	48.05	0.354	0.74
4-氯-3-甲酚	1	48.3	48.2	47.4	44.9	43.8	45.1	46.3	1.75	3.78
	2	50.7	50.1	50.2	49.3	49.6	49.4	49.9	0.520	1.00
	3	52.47	52.14	52.11	52.28	52.01	52.22	52.21	0.16	0.31
	4									
	5	44.15	51.39	51.54	50.94	51.41	51.54	50.16	2.95	5.89
	6	52.53	52.6	52.83	52.89	52.99	53.14	52.83	0.232	0.44
2-甲基萘	1	53.1	53.6	52.9	51.0	54.1	55.0	53.3	1.23	2.31
	2	47.3	46.4	46.3	45.6	45.1	45.0	45.9	0.87	1.90
	3	50.44	49.92	50.20	50.17	50.33	50.27	50.22	0.18	0.35
	4									
	5	50.24	50.26	49.95	48.92	49.92	51.08	50.06	0.70	1.40
	6	50.57	50.13	50.38	50.78	50.92	50.55	50.56	0.281	0.56
六氯环戊二烯	1									
	2	51.8	51.0	51.1	50.4	50.6	50.3	50.9	0.532	1.00
	3	36.93	40.10	42.80	45.57	46.89	50.12	43.74	4.79	10.9
	4									
	5	48.88	62.32	63.12	61.11	59.42	61.15	59.33	5.27	8.88

	6	52.3	54.54	53.06	53.64	53.14	53.09	53.30	0.746	1.40
2, 4, 6- 三 氯 酚	1	51.4	51.3	49.5	52.0	50.6	49.3	50.7	0.98	1.93
	2	50.8	50.4	50.6	49.7	49.9	49.8	50.2	0.452	0.90
	3	51.71	51.94	51.60	52.04	51.86	52.06	51.87	0.18	0.35
	4									
	5	43.52	54.59	54.36	54.07	54.31	54.28	52.52	4.41	8.40
	6	52.82	52.89	53.14	52.95	52.91	52.86	52.93	0.113	0.21
2, 4, 5- 三 氯 酚	1	53.6	54.1	53.5	46.7	51.9	51.9	52.0	2.50	4.81
	2	52.4	51.6	52.3	51.9	51.9	51.5	51.9	0.355	0.70
	3	51.30	51.73	51.53	51.89	51.62	50.98	51.51	0.33	0.63
	4									
	5	45.83	54.04	53.54	53.40	53.89	53.72	52.41	3.23	6.16
	6	56.24	55.64	56.39	56.24	56.85	56.49	56.31	0.397	0.71
2-氯萘	1	48.8	49.5	45.8	48.9	48.4	49.6	48.5	1.28	2.64
	2	47.8	46.8	46.5	46.4	46.0	45.5	46.5	0.759	1.60
	3	49.13	49.50	48.87	49.42	49.32	49.44	49.28	0.24	0.49
	4									
	5	47.78	51.30	51.41	49.70	51.11	52.08	50.56	1.57	3.11
	6	50.44	50.22	50.12	50.28	50.67	50.35	50.35	0.192	0.38
2-硝基苯胺	1	50.9	46.5	50.8	59.2	48.4	49.1	50.8	4.03	7.94
	2	61.1	61.7	62.4	62.1	62.4	63.3	62.2	0.734	1.20
	3	52.45	52.72	52.54	53.23	52.93	53.11	52.83	0.31	0.59
	4									
	5	44.39	52.77	53.12	52.97	53.32	52.80	51.56	3.52	6.82
	6	51.29	51.38	51.59	51.64	51.37	52.00	51.55	0.261	0.51
萘烯	1	43.9	50.8	42.7	44.1	43.2	49.1	45.6	3.13	6.87
	2	49.9	49.3	49.2	48.7	48.9	48.1	49.0	0.603	1.20
	3	78.24	78.82	78.41	79.42	78.75	78.95	78.77	0.42	0.53
	4									
	5	50.17	47.66	49.21	46.67	48.92	50.49	48.85	1.47	3.00
	6	61.82	61.4	62.07	62.33	62.42	62.7	62.12	0.465	0.75
二 甲 基 酞 酸 酯	1	50.3	53.7	50.3	51.1	51.4	50.7	51.3	1.16	2.26
	2	56.0	54.6	53.2	52.8	51.9	51.1	53.3	1.81	3.40
	3	49.43	49.69	49.23	49.56	49.54	49.92	49.56	0.23	0.47
	4									
	5	41.95	50.01	49.79	49.50	50.10	50.20	48.59	3.26	6.72
	6	52.47	52.79	52.89	52.97	53.16	52.97	52.88	0.233	0.44
2, 4- 二 硝 基 甲 苯	1	48.8	52.1	49.1	50.5	49.4	48.9	49.8	1.19	2.38
	2	45.3	45.4	44.6	43.4	43.7	43.1	44.3	0.992	2.20
	3	53.08	53.32	52.75	53.84	53.15	53.71	53.31	0.41	0.77
	4									
	5	38.09	49.35	49.54	48.70	49.59	49.57	47.50	4.63	9.74
	6	52.3	53.05	52.52	53.19	53.22	52.99	52.88	0.379	0.72
3-硝基苯胺	1	52.2	46.5	46.9	54.2	48.6	50.2	49.8	2.75	5.52
	2	51.1	50.2	50.6	49.6	50.1	49.4	50.2	0.612	1.20
	3	52.63	52.51	52.17	52.81	52.20	52.39	52.45	0.25	0.47
	4									
	5	43.76	46.53	52.25	49.41	47.67	46.67	47.72	2.88	6.04
	6	54.97	55.28	54.52	54.54	54.41	55.1	54.80	0.360	0.66
萘	1	52.1	50.1	51.5	53.9	52.0	50.4	51.6	1.24	2.39
	2	50.8	50.4	49.6	49.1	48.9	47.8	49.4	1.08	2.20

	3	48.75	49.05	48.55	49.21	48.99	48.91	48.91	0.23	0.48
	4									
	5	45.23	49.13	48.99	47.96	48.98	49.53	48.30	1.59	3.30
	6	48.84	49.39	50.38	50.66	50.17	51.08	50.09	0.830	1.66
2,4-二硝基酚	1									
	2	50.3	49.6	49.3	49.0	49.0	48.2	49.2	0.714	1.50
	3	25.11	26.68	27.73	29.94	30.19	31.01	28.44	2.31	8.11
	4									
	5	47.52	59.82	62.82	61.39	60.54	64.70	59.47	6.11	10.3
	6									
二苯并呋喃	1	50.7	49.1	51.9	53.4	52.5	49.0	51.1	1.66	3.26
	2	40.7	42.3	45.9	43.8	44.6	43.9	43.5	1.83	4.20
	3	49.30	49.32	49.09	49.70	49.51	49.62	49.42	0.23	0.46
	4									
	5	47.47	49.60	49.76	48.51	50.69	51.92	49.88	1.27	2.54
	6									
4-硝基酚	1	56.6	52.0	55.4	47.5	40.4	36.9	48.1	7.36	15.3
	2	62.3	61.6	63.6	60.9	62.8	62.8	62.3	0.947	1.50
	3	41.30	41.45	41.41	41.48	41.70	41.69	41.51	0.16	0.38
	4									
	5	44.52	42.06	43.36	48.92	41.77	47.10	44.62	2.86	6.41
	6	66.94	73.52	70.96	70.06	70.61	72.12	70.70	2.218	3.14
2,6-二硝基甲苯	1	47.7	48.7	49.3	52.4	50.2	46.3	49.1	1.92	3.92
	2	52.3	51.9	52.2	51.7	51.7	51.5	51.9	0.32	0.60
	3	51.25	52.10	51.51	52.41	51.94	52.31	51.92	0.46	0.88
	4									
	5	43.16	52.70	52.21	51.53	53.62	52.96	51.03	3.92	7.68
	6	54.49	56.05	55.89	55.6	56.1	56.23	55.73	0.643	1.15
芴	1	51.1	50.1	51.9	53.9	52.0	49.4	51.4	1.45	2.82
	2	55.3	54.3	55.9	54.9	55.8	54.9	55.2	0.62	1.10
	3	48.87	49.07	48.60	49.04	48.90	49.15	48.94	0.20	0.40
	4									
	5	46.95	52.22	52.24	50.94	53.04	53.34	51.45	2.36	4.58
	6	50.79	51.19	51.44	51.3	51.36	51.7	51.30	0.302	0.59
二乙基酞酸酯	1	54.7	53.8	54.0	56.6	55.1	53.3	54.6	1.09	1.99
	2	51.3	50.5	50.6	49.8	50.4	49.7	50.4	0.613	1.20
	3	49.41	49.96	49.43	50.02	49.47	50.05	49.72	0.32	0.64
	4									
	5	45.23	50.96	50.95	50.02	51.74	52.18	50.18	2.54	5.05
	6	51.9	51.64	52.1	52.05	51.79	52.41	51.98	0.269	0.52
4-氯苯基苯基醚	1	52.1	52.0	52.3	54.7	52.8	50.2	52.3	1.31	2.51
	2	52.0	51.7	51.7	50.2	51.4	50.7	51.3	0.695	1.40
	3	48.91	48.97	48.53	49.11	48.91	49.23	48.94	0.24	0.49
	4									
	5	45.18	51.62	51.22	50.55	51.53	51.86	50.33	2.56	5.09
	6	51.06	50.6	50.96	50.59	50.77	50.88	50.81	0.192	0.38
4-硝基苯胺	1	52.1	52.9	57.3	52.5	45.0	43.5	50.5	4.79	9.47
	2	56.2	56.3	57.1	56.6	56.7	55.9	56.5	0.411	0.70
	3	53.58	53.77	53.49	53.46	53.39	53.81	53.58	0.17	0.32
	4									
	5	48.49	40.40	43.68	43.83	37.98	36.65	41.86	4.37	10.4

	6	66.37	69.32	67.51	65.39	68.11	64.41	66.85	1.813	2.71
4,6-二硝基-2-甲酚	1	30.6	26.6	32.2	41.2	26.1	30.0	31.1	5.00	16.1
	2	49.3	49.2	49.1	48.8	48.2	47.5	48.7	0.698	1.40
	3	40.96	43.60	43.92	45.47	46.14	47.58	44.61	2.31	5.18
	4									
	5	44.45	53.36	54.03	56.25	56.23	55.32	53.11	4.49	8.46
	6	60.36	56.91	54.82	53.19	52.7	47.72	54.28	4.264	7.85
偶氮苯	1	48.7	47.9	48.5	51.1	49.5	46.9	48.8	1.30	2.67
	2	50.8	50.2	50.9	49.1	50.6	49.6	50.2	0.705	1.40
	3	48.94	49.38	48.70	49.32	48.78	49.30	49.07	0.30	0.61
	4									
	5	44.25	47.02	46.57	46.38	47.75	47.66	46.60	1.28	2.75
	6	49.3	50.06	50.83	50.63	50.45	50.79	50.34	0.583	1.16
4-溴苯基苯基醚	1	52.1	52.8	52.5	55.0	54.7	49.6	52.8	1.77	3.36
	2	52.3	51.8	52.1	50.1	51.2	49.8	51.2	1.06	2.10
	3	51.81	51.62	51.30	51.17	51.12	51.06	51.35	0.30	0.59
	4									
	5	50.38	57.18	58.81	55.95	56.91	57.13	56.06	2.93	5.23
	6	50.15	50.78	51.44	51.11	50.99	51.63	51.02	0.524	1.03
六氯苯	1	53.4	53.7	54.1	55.1	54.1	50.8	53.5	1.31	2.45
	2	52.4	52.5	52.2	49.2	51.1	49.8	51.2	1.4	2.80
	3	50.33	50.65	50.51	50.38	50.04	49.92	50.31	0.28	0.55
	4									
	5	44.49	54.54	55.47	53.89	53.94	53.67	52.67	4.06	7.71
	6	50.95	51.07	51.07	51.12	51.06	51.21	51.08	0.085	0.17
五氯酚	1	7.5	7.9	7.8	10.7	8.6	7.8	8.4	1.09	13.0
	2	52.1	52.5	52.0	49.0	50.8	49.7	51.0	1.43	2.80
	3	58.59	58.16	58.94	59.46	58.91	60.22	59.05	0.72	1.21
	4									
	5	49.36	56.64	57.81	57.47	57.08	56.23	52.67	3.18	5.71
	6	56.39	59.01	58.1	58.09	58.78	58.36	58.12	0.925	1.59
菲	1	54.9	48.7	53.1	53.0	54.0	51.3	52.5	2.02	3.86
	2	54.8	55.1	54.7	51.1	53.8	52.1	53.6	1.63	3.00
	3	49.94	49.98	49.97	49.84	49.96	49.87	49.93	0.06	0.12
	4									
	5	52.21	49.38	51.82	49.40	51.14	51.09	50.84	1.20	2.36
	6	49.76	50.05	50.38	50.72	50.93	50.82	50.44	0.465	0.92
蒽	1	54.1	47.6	52.6	51.8	52.1	50.9	51.5	2.00	3.87
	2	56.8	58.2	56.9	52.2	55.5	53.9	55.6	2.22	4.00
	3	50.79	50.88	50.86	51.12	50.99	51.03	50.95	0.12	0.24
	4									
	5	50.93	49.25	51.56	48.99	50.54	52.18	50.57	1.26	2.49
	6	53.85	54.92	53.01	53.34	53.48	53.35	53.66	0.675	1.26
咔唑	1	58.1	55.6	53.2	47.7	51.6	49.1	52.5	3.59	6.83
	2	53.6	53.3	53.5	52.4	53.1	53.0	53.1	0.449	0.80
	3	46.51	46.66	45.37	46.99	46.13	47.12	46.46	0.64	1.38
	4									
	5	43.00	45.93	48.16	48.43	47.07	46.70	46.55	1.97	4.23
	6	52.06	54.28	55.55	49.95	50.41	50.18	52.07	2.359	4.53
二正丁基酞酸酯	1	57.8	50.4	56.9	55.3	58.5	54.2	55.5	2.70	4.86
	2	52.1	51.8	51.7	50.7	51.5	51.4	51.5	0.464	0.90

	3	53.69	53.65	53.69	53.49	53.79	53.64	53.66	0.10	0.18
	4									
	5	50.30	45.26	47.32	45.21	46.28	47.80	47.03	1.92	4.08
	6	55.21	56.57	55.16	55.41	55.86	55.98	55.70	0.543	0.98
荧蒽	1	51.3	46.8	52.2	52.7	51.6	48.7	50.5	2.11	4.17
	2	57.5	58.1	56.5	54.9	56.7	56.4	56.7	1.10	1.90
	3	46.10	47.19	48.07	48.57	49.15	49.80	48.15	1.34	2.79
	4									
	5	47.83	47.00	48.23	46.56	48.60	49.63	47.97	1.11	2.32
	6	51.27	51.28	50.69	51.12	51.42	51.37	51.19	0.266	0.52
芘	1	47.7	43.9	48.2	48.6	45.3	46.0	46.6	1.69	3.62
	2	59.3	61.2	57.5	54.9	57.7	58.3	58.2	2.08	3.60
	3									
	4									
	5	48.91	48.62	49.55	47.73	49.34	51.20	49.23	1.16	2.36
	6	52.67	52.45	52.01	52.17	52.41	52.51	52.37	0.240	0.46
丁基苄基酞酸酯	1	48.7	45.2	50.0	50.9	46.3	45.3	47.7	2.27	4.75
	2	51.5	54.0	50.1	49.3	50.8	51.4	51.2	1.59	3.10
	3									
	4									
	5	43.59	54.54	56.45	55.31	55.89	55.77	53.59	4.94	9.22
	6									
苯并(a)蒽	1	37.8	34.7	40.5	43.1	34.3	37.4	37.9	3.09	8.13
	2	51.9	51.7	51.6	51.0	51.2	50.9	51.4	0.419	0.80
	3	52.40	51.64	52.19	52.15	52.64	52.74	52.29	0.40	0.76
	4									
	5	48.34	53.28	56.95	55.57	55.69	57.00	54.49	3.26	5.98
	6									
屈	1	48.0	51.0	52.8	48.2	51.2	49.7	50.1	1.71	3.41
	2	60.0	63.1	56.9	57.9	59.1	60.6	59.6	2.20	3.70
	3	50.70	49.77	50.31	49.86	50.12	50.73	50.25	0.41	0.81
	4									
	5	45.82	50.27	52.76	46.29	50.82	52.47	49.74	3.01	6.05
	6									
双(2-乙基己基)酞酸酯	1	61.1	64.7	61.2	56.4	66.2	59.3	61.5	3.24	5.27
	2	56.9	60.0	53.8	54.9	55.8	57.3	56.4	2.16	3.80
	3									
	4									
	5	47.03	52.60	53.48	52.10	53.03	53.87	52.02	2.52	4.85
	6									
二正辛基酞酸酯	1	53.6	59.8	58.2	53.4	57.8	54.8	56.3	2.45	4.35
	2	58.1	61.7	54.7	56.6	57.1	59.1	57.9	2.40	4.10
	3									
	4									
	5	52.23	59.15	60.01	59.29	60.83	63.25	59.13	3.70	6.25
	6									
苯并(b)荧蒽	1	36.6	40.9	40.6	41.0	32.6	37.4	38.2	3.03	7.94
	2	46.4	46.7	44.5	44.6	44.5	43.8	45.1	1.19	2.60
	3	55.94	56.98	57.89	56.75	55.91	55.71	56.53	0.84	1.48
	4									
	5	43.21	44.08	47.80	47.11	46.29	46.35	45.81	1.78	3.89

	6									
苯并(k) 荧蒽	1	40.1	42.8	45.7	43.9	43.1	41.6	42.9	1.74	4.05
	2	54.2	56.6	53.3	54.5	53.7	54.0	54.4	1.17	2.10
	3	40.39	49.02	50.48	48.79	48.21	49.06	47.66	3.64	7.63
	4									
	5	38.48	38.30	41.26	40.87	41.97	41.32	40.37	1.57	3.90
	6									
苯并(a) 芘	1	35.8	37.5	40.6	40.1	34.6	37.1	37.6	2.15	5.71
	2	52.8	55.6	52.2	53.3	52.5	52.7	53.2	1.23	2.30
	3	43.59	45.50	45.52	45.46	46.27	46.55	45.48	1.03	2.27
	4									
	5	41.21	47.11	49.55	48.62	48.46	49.31	47.38	3.14	6.63
	6									
茚并(1, 2, 3-c, d) 芘	1	37.8	49.3	38.8	42.6	34.2	48.4	41.8	5.54	13.2
	2	47.1	48.9	45.8	46.4	45.8	45.6	46.6	1.26	2.70
	3	13.54	13.40	13.23	10.83	10.09	9.95	11.84	1.73	14.6
	4									
	5	36.70	52.51	47.61	49.07	51.07	52.77	48.29	6.02	12.5
	6									
二苯并(a, h) 蒽	1	33.7	46.7	34.4	36.4	31.3	46.1	38.1	6.04	15.9
	2	52.8	55.3	52.0	53.0	52.5	52.6	53.0	1.15	2.20
	3	51.21	47.11	41.10	38.03	35.79	34.81	41.34	6.56	15.9
	4									
	5	41.08	51.86	47.47	48.88	50.73	51.83	48.64	4.09	8.40
	6									
苯并(g, h, i) 芘	1	32.2	43.1	33.8	33.7	30.7	41.7	35.9	4.77	13.3
	2	49.0	50.8	47.8	48.5	48.0	48.1	48.7	1.14	2.30
	3									
	4									
	5	42.40	51.11	46.36	47.54	49.79	51.89	48.18	3.52	7.31
	6									

1.4 准确度测试原始数据

表6为6家实验室对《水质 半挥发性有机物的测定气相色谱—质谱法》水样加标的原始测试数据。

表 6 水样加标的准确度测试数据

化合物	实验室	测定结果 (μg/L)						平均值 (μg/L)	标准 偏差	相 对 标 准 偏差	回 收 率%
		第 一 次	第 二 次	第 三 次	第 四 次	第 五 次	第 六 次				
N-亚硝基二甲胺	1	4.40	6.10	5.30	4.80	5.00	3.00	4.80	1.02	21.4	23.8
	2	5.01	5.25	5.26	5.20	5.26	5.36	5.22	0.12	0.02	26.1
	3	8.04	8.20	8.26	6.85	6.84	8.70	7.82	0.78	10.01	39.1
	4										
	5	13.34	11.34	11.34	14.51	12.89	12.18	12.60	1.23	9.8	63.0
	6										

酚	1	10.6	15.9	12.2	8.10	14.5	4.5	11.0	4.28	39.0	54.9
	2	7.34	7.40	7.46	7.44	7.43	7.48	7.43	0.05	0.007	37.1
	3	5.81	5.74	5.76	4.80	4.59	5.97	5.45	0.59	10.84	27.2
	4										
	5	24.27	23.50	20.34	22.93	23.04	21.18	22.54	1.49	6.6	113
	6	4.49	4.35	4.43	4.7	4.07	4.28	4.39	0.212	4.822	21.8
2-氯酚	1	21.0	15.5	15.5	16.0	14.6	10.5	15.5	7.40	47.7	77.5
	2	7.26	7.36	7.38	7.38	7.38	7.38	7.36	0.05	0.006	36.8
	3	16.60	18.51	16.15	15.28	15.24	17.83	16.60	1.34	8.06	83.0
	4										
	5	22.21	23.22	23.22	16.21	22.27	19.86	21.16	2.72	12.9	106
	6	10.68	10.71	10.71	10.95	10.65	10.82	10.75	0.112	1.043	53.8
双(2-氯乙基)醚	1	17.3	13.3	13.5	14.3	12.8	8.4	13.3	6.29	47.4	77.5
	2	6.81	6.94	6.91	6.94	6.92	6.93	6.91	0.05	0.007	34.5
	3	17.13	18.56	18.59	15.27	15.66	19.81	17.50	1.80	10.27	87.5
	4										
	5	16.89	21.84	21.48	19.20	18.83	21.24	19.91	1.94	9.7	99.6
	6	10.51	10.76	10.82	10.88	10.7	10.52	10.70	0.154	1.441	53.3
1,3-二氯苯	1	8.1	11.4	13.9	6.0	10.0	6.5	9.3	1.15	12.4	46.5
	2	6.44	6.53	6.54	6.54	6.56	6.55	6.53	0.04	0.007	32.6
	3	5.22	7.13	6.84	7.40	8.81	8.66	7.34	1.32	17.96	36.7
	4										
	5	13.61	13.30	13.30	13.45	14.02	13.55	13.54	0.269	2.0	67.7
	6	6.78	6.86	6.75	6.86	6.83	6.76	6.81	0.050	0.730	34.0
1,4-二氯苯	1	18.4	17.3	15.9	10.6	17.4	7.0	14.4	8.04	55.7	72.2
	2	6.29	6.37	6.36	6.37	6.37	6.36	6.35	0.03	0.005	31.8
	3	5.54	7.51	7.23	7.83	9.27	9.04	7.74	1.36	17.53	38.7
	4										
	5	14.69	14.59	14.59	16.61	14.94	14.76	15.03	0.785	5.2	75.2
	6	6.82	6.83	6.83	6.94	6.83	6.84	6.85	0.045	0.662	34.2
1,2-二氯苯	1	24.6	21.7	19.5	15.0	18.6	17.1	19.4	5.37	27.7	97.0
	2	6.39	6.48	6.48	6.50	6.49	6.50	6.47	0.04	0.006	32.4
	3	6.20	8.38	8.09	8.73	10.23	10.00	8.61	1.46	17.00	43.0
	4										
	5	19.87	19.74	19.74	19.02	20.63	20.02	19.84	0.517	2.6	99.2
	6	7.15	7.3	7.16	7.33	7.33	7.22	7.25	0.083	1.142	35.8
2-甲基酚	1	18.8	12.3	12.1	10.8	11.1	15.5	13.4	2.35	17.5	67.2
	2	7.35	7.48	7.48	7.47	7.48	7.54	7.47	0.06	0.008	37.3
	3	15.18	12.28	14.30	13.43	10.24	15.77	13.53	2.04	15.05	67.7
	4										
	5	17.70	24.26	24.54	24.37	16.74	16.13	20.67	4.21	20.4	103
	6	5.41	5.45	5.32	5.27	5.22	5.07	5.29	0.138	2.600	26.5
双(2-氯异丙基)醚	1	14.1	14.6	12.4	10.2	11.3	13.9	12.7	0.14	1.10	63.7
	2	5.73	5.75	5.79	5.82	5.80	5.80	5.78	0.03	0.006	28.9
	3	15.23	17.34	17.20	14.67	15.37	18.78	16.43	1.59	9.66	82.2
	4										
	5	18.55	24.26	21.22	22.46	20.52	19.93	21.16	2.00	9.5	106
	6	11.87	11.96	11.99	12.03	11.8	11.92	11.93	0.084	0.702	59.6
六氯乙烷	1	17.2	20.4	17.1	9.9	16.0	11.7	15.4	3.85	25.0	76.9
	2	6.92	7.00	6.96	6.95	6.98	6.99	6.97	0.03	0.004	34.8
	3	3.91	5.99	5.39	5.88	7.69	7.12	6.00	1.33	22.20	30.0

	4										
	5	17.00	16.65	16.65	16.38	17.65	17.09	16.90	0.450	2.7	84.5
	6	6.02	6.07	5.95	6.09	5.95	6.07	6.03	0.063	1.038	30.2
4-甲基酚	1	20.9	12.8	19.3	20.6	18.0	9.2	16.8	8.22	48.9	84.0
	2	7.15	7.32	7.35	7.34	7.30	7.34	7.30	0.08	0.01	36.5
	3	13.81	10.78	13.26	12.05	9.26	14.12	12.21	1.90	15.57	61.1
	4										
	5	20.65	24.17	20.75	24.19	20.24	22.24	22.04	1.79	8.1	110
	6	5.19	5.22	5.11	5.06	5.01	4.87	5.08	0.128	2.522	25.4
N-亚硝基二 正丙胺	1	19.8	14.0	14.1	15.9	15.2	10.9	15.0	6.26	41.8	74.9
	2	6.56	6.81	6.88	6.88	6.90	7.01	6.84	0.15	0.02	34.2
	3	19.14	19.95	19.79	16.06	16.09	21.46	18.75	2.21	11.77	93.7
	4										
	5	25.39	22.85	22.13	22.34	22.50	20.65	22.64	1.54	6.8	113
	6	10.83	11.1	10.77	11.13	11.3	11.37	11.08	0.242	2.188	55.4
硝基苯	1	20.8	19.6	16.7	18.7	17.4	17.2	18.4	2.56	13.9	91.9
	2	6.10	6.17	6.18	6.18	6.20	6.17	6.17	0.03	0.005	30.8
	3	12.58	13.98	13.91	11.53	12.15	15.05	13.20	1.33	10.06	66.0
	4										
	5	20.68	20.22	17.31	20.03	20.88	20.28	19.90	1.31	6.6	99.5
	6	10.65	10.82	10.69	10.81	10.63	10.69	10.72	0.081	0.755	53.6
异佛尔酮	1	20.2	22.1	21.7	18.3	15.2	21.1	19.8	0.62	3.1	98.9
	2	7.40	7.49	7.55	7.52	7.51	7.57	7.51	0.06	0.008	37.5
	3	14.71	16.08	15.81	12.50	13.16	16.82	14.85	1.72	11.55	74.2
	4										
	5	21.93	24.26	22.01	23.52	21.70	22.72	22.69	1.02	4.5	113
	6	12.05	12.25	12.02	12.23	11.94	12.06	12.09	0.123	1.013	60.4
2-硝基酚	1	24.2	20.0	19.4	16.5	17.7	12.3	18.4	8.42	45.9	91.8
	2	8.07	8.37	8.23	8.22	8.24	8.45	8.26	0.13	0.02	41.3
	3	13.44	15.36	14.76	12.29	12.87	16.33	14.18	1.56	11.01	70.9
	4										
	5	17.43	18.00	18.00	18.12	17.81	17.99	17.89	0.249	1.4	89.5
	6	13.72	13.94	13.55	13.95	13.67	13.75	13.76	0.156	1.136	68.8
2,4-二甲基 酚	1	14.9	11.9	11.0	15.4	10.8	17.8	13.6	2.08	15.2	68.2
	2	6.40	6.88	6.90	6.86	6.89	6.94	6.81	0.20	0.03	34.1
	3	14.22	3.39	13.93	11.81	2.92	15.52	10.30	5.66	54.98	51.5
	4										
	5	21.74	21.60	21.60	19.44	22.60	20.79	21.30	1.08	5.1	106
	6	1.11	1.13	1.09	1.11	1.09	1.08	1.10	0.018	1.666	5.50
双(2-氯乙氧 基)甲烷	1	19.4	17.5	14.4	15.4	14.9	12.9	15.7	4.62	29.3	78.7
	2	8.17	8.22	8.11	8.27	8.24	8.40	8.24	0.10	0.01	41.2
	3	14.69	15.92	15.76	12.70	13.40	16.79	14.88	1.58	10.62	74.4
	4										
	5	17.51	18.38	16.68	16.10	22.20	17.23	18.02	2.19	12.1	90.1
	6	11.99	12.32	12.15	12.37	12.18	12.2	12.20	0.134	1.101	61.0
2,4-二氯酚	1	24.2	19.5	18.8	18.5	16.0	13.2	18.4	7.79	42.5	91.8
	2	9.18	9.21	9.27	9.30	9.19	9.39	9.26	0.08	0.009	46.3
	3	14.41	15.61	14.56	12.81	12.90	16.10	14.40	1.35	9.40	72.0
	4										
	5	22.92	24.64	19.28	19.23	22.09	22.56	21.79	2.14	9.8	109
	6	13.95	14.08	13.84	14.2	13.78	13.96	13.97	0.154	1.102	69.8

1,2,4-三氯苯	1	20.1	21.4	18.1	13.6	17.4	13.8	17.4	4.45	25.6	87.0
	2	9.68	9.76	9.84	9.61	9.80	9.64	9.72	0.09	0.01	48.6
	3	4.93	7.15	6.63	7.79	9.00	8.09	7.27	1.40	19.31	36.3
	4										
	5	12.57	12.70	13.45	14.88	13.26	15.10	13.66	1.08	7.9	68.3
	6	7.88	7.81	7.8	7.85	7.81	7.86	7.84	0.033	0.417	39.2
萘	1	12.8	17.0	16.2	10.4	16.8	18.5	15.3	4.02	26.3	76.5
	2	9.16	9.32	9.35	9.14	9.37	9.12	9.24	0.12	0.01	46.2
	3	8.21	10.86	10.40	10.73	11.73	12.01	10.66	1.35	12.65	53.3
	4										
	5	18.51	18.61	18.61	18.47	18.59	18.61	18.57	0.061	0.3	92.8
	6	10.1	10.03	10.05	10	10.07	10.02	10.05	0.036	0.360	50.2
4-氯苯胺	1	8.0	9.1	9.1	5.7	8.9	9.9	8.4	1.30	15.4	42.2
	2	7.04	7.60	7.59	7.49	7.67	7.71	7.52	0.24	0.03	37.6
	3	12.55	11.40	13.42	11.59	8.39	15.21	12.09	2.29	18.90	60.5
	4										
	5	21.26	22.62	19.53	19.16	21.55	21.03	20.86	1.30	6.2	104
	6	6.79	6.55	6.46	6.29	6.23	6.2	6.42	0.227	3.530	32.1
六氯丁二烯	1	8.3	16.6	11.9	5.6	12.6	15.9	11.8	5.39	45.7	59.0
	2	9.47	9.47	9.54	9.46	9.57	9.47	9.50	0.04	0.005	47.5
	3	3.51	5.52	4.82	5.27	6.85	6.18	5.36	1.15	21.51	26.8
	4										
	5	14.92	17.48	15.00	15.08	13.22	12.94	14.77	1.63	11.0	73.9
	6	7.03	6.99	6.96	7.23	6.99	7.12	7.07	0.110	1.552	35.4
4-氯-3-甲酚	1	13.2	19.2	17.6	12.9	14.5	19.0	16.0	4.11	25.6	80.2
	2	11.0	11.5	11.5	11.3	11.5	11.5	11.4	0.19	0.02	57.0
	3	14.66	15.12	14.21	12.85	12.41	15.66	14.15	1.28	9.05	70.8
	4										
	5	20.98	21.92	19.50	23.74	22.73	23.23	22.02	1.57	7.1	110
	6	13.96	13.92	13.68	13.5	13.16	12.95	13.53	0.408	3.018	67.6
2-甲基萘	1	13.1	21.5	21.7	14.7	21.6	18.2	18.4	3.59	19.5	92.2
	2	9.94	10.0	10.1	9.94	10.0	9.98	10.0	0.05	0.005	50.0
	3	8.22	10.93	10.32	11.37	12.57	11.89	10.88	1.52	13.94	54.4
	4										
	5	24.18	17.10	19.64	21.55	19.68	23.37	20.91	2.64	12.6	105
	6	11.68	11.95	12.41	12.9	15.88	15.77	13.43	1.900	14.147	67.2
六氯环戊二烯	1										
	2	5.79	6.43	6.13	6.08	5.84	6.20	6.08	0.24	0.04	30.4
	3										
	4										
	5	14.75	18.00	20.93	12.47	12.82	12.39	15.23	3.52	23.1	76.1
	6	2.93	2.83	2.69	2.76	2.74	2.83	2.80	0.085	3.031	14.0
2,4,6-三氯酚	1	11.0	15.1	17.1	9.8	11.1	17.6	13.6	4.64	34.1	68.0
	2	12.2	12.6	12.5	12.4	12.6	12.6	12.5	0.18	0.01	62.3
	3	15.36	15.41	16.20	13.12	12.91	17.30	15.05	1.73	11.48	75.3
	4										
	5	18.90	22.06	24.08	21.53	20.62	22.65	21.64	1.77	8.2	108
	6	17.02	16.6	16.32	16.56	16.47	16.37	16.56	0.251	1.516	82.8
2,4,5-三氯酚	1	14.6	22.4	21.7	14.6	15.9	18.9	18.0	3.07	17.0	90.1
	2	12.8	13.4	13.3	13.2	13.4	13.4	13.3	0.23	0.02	66.3
	3	15.50	16.43	16.28	13.34	13.63	17.21	15.40	1.58	10.27	77.0

	4										
	5	19.73	21.64	23.88	21.41	24.27	22.18	22.19	1.68	7.6	111
	6	20.86	20.5	19.98	20.24	20.44	20.95	20.50	0.367	1.791	102
2-氯萘	1	13.5	19.7	17.6	10.9	15.7	13.5	15.1	3.17	21.0	75.6
	2	10.9	11.1	11.1	10.9	11.0	11.0	11.0	0.10	0.009	54.9
	3	9.86	11.66	11.47	11.97	12.65	13.00	11.77	1.10	9.37	58.8
	4										
	5	18.10	20.15	18.46	19.51	19.04	20.54	19.30	0.950	4.9	96.5
	6	12.93	12.86	12.81	12.96	12.81	12.88	12.88	0.062	0.478	64.4
2-硝基苯胺	1	10.2	13.5	14.8	14.6	12.5	13.6	13.2	2.45	18.6	65.9
	2	10.1	10.59	10.6	10.4	10.6	10.6	10.5	0.19	0.02	52.3
	3	16.20	17.15	16.92	13.40	13.92	17.98	15.93	1.85	11.64	79.6
	4										
	5	17.96	19.09	21.61	20.64	21.21	18.97	19.91	1.45	7.3	99.6
	6	16.6	16.74	16.67	16.34	16.23	15.71	16.38	0.383	2.341	81.9
萘烯	1	15.1	21.5	20.0	12.9	16.6	18.7	17.5	2.55	14.6	87.3
	2	11.0	11.5	11.6	11.4	11.4	11.4	11.4	0.18	0.016	56.9
	3	19.20	20.73	20.04	17.95	18.76	22.20	19.81	1.52	7.67	99.1
	4										
	5	16.72	16.82	16.82	16.95	17.08	16.95	16.89	0.128	0.8	84.4
	6	17.9	17.79	17.8	17.93	17.96	18.04	17.90	0.096	0.537	89.5
二甲基酞酸酯	1	12.8	18.4	20.1	12.4	13.8	17.8	15.9	3.489	21.9	79.3
	2	13.0	13.5	13.5	13.4	13.5	13.4	13.4	0.19	0.01	66.9
	3	16.09	17.04	16.83	13.49	13.92	17.32	15.78	1.67	10.55	78.9
	4										
	5	16.91	16.98	16.98	17.12	17.09	17.02	17.02	0.080	0.5	85.1
	6	18.08	17.95	17.94	18.16	17.86	17.88	17.98	0.118	0.655	90.0
2,4-二硝基甲苯	1	11.3	18.3	15.3	11.8	13.1	20.2	15.0	6.25	41.7	75.0
	2	13.0	13.91	13.7	13.7	13.6	13.8	13.6	0.32	0.02	68.1
	3	16.03	17.19	17.12	13.35	13.77	17.99	15.91	1.93	12.12	79.5
	4										
	5	18.37	18.47	18.47	18.75	18.89	18.76	18.61	0.210	1.1	93.1
	6	17.47	17.29	17.17	17.16	17.14	16.91	17.19	0.185	1.075	86.0
3-硝基苯胺	1	17.9	20.8	21.7	24.0	21.0	20.2	20.9	1.65	7.90	105
	2	9.70	10.5	10.5	10.5	10.5	10.6	10.4	0.33	0.03	51.9
	3	13.11	13.29	13.62	11.55	11.01	15.38	12.99	1.56	12.03	65.0
	4										
	5	15.34	15.53	15.53	15.70	15.45	15.99	15.59	0.229	1.5	77.9
	6	17.78	17.74	17.36	17.56	17.8	17.31	17.59	0.217	1.232	88.0
萘	1	12.8	16.6	16.9	14.1	15.0	12.8	14.7	0.06	0.4	73.5
	2	10.4	10.78	10.8	10.7	10.8	10.8	10.7	0.14	0.01	53.5
	3	12.69	14.02	13.90	12.83	13.59	15.25	13.71	0.93	6.79	68.6
	4										
	5	15.26	15.25	15.25	15.36	15.46	15.34	15.32	0.082	0.5	76.6
	6	15.28	15.36	15.32	15.22	15.43	15.29	15.32	0.072	0.472	76.6
2,4-二硝基酚	1										
	2	9.78	12.3	10.6	10.6	11.3	11.4	11.0	0.87	0.08	55.0
	3	2.72	3.67	3.37	2.51	2.92	4.47	3.28	0.72	22.06	16.4
	4										
	5	15.10	16.26	16.26	17.41	16.00	16.34	16.23	0.742	4.6	81.1
	6	15.9	15.24	14.85	14.73	13.79	13.49	14.67	0.899	6.129	73.4

二苯并呋喃	1	13.3	16.3	18.3	15.9	15.3	14.5	15.6	0.82	5.3	78.0
	2	12.1	12.4	12.4	12.4	12.3	12.5	12.4	0.12	0.01	61.8
	3	13.86	15.27	15.13	13.34	14.05	16.12	14.63	1.05	7.15	73.1
	4										
	5	18.20	18.43	18.43	18.41	18.54	18.51	18.42	0.122	0.7	92.1
	6	15.77	15.71	15.67	15.68	15.87	15.74	15.74	0.074	0.469	78.7
4-硝基酚	1										
	2	9.00	9.50	9.60	9.40	9.53	9.81	9.47	0.27	0.03	47.4
	3	11.50	12.46	12.56	10.96	11.57	13.34	12.07	0.87	7.24	60.3
	4										
	5	13.05	13.26	13.26	13.34	13.32	13.34	13.26	0.110	0.8	66.3
	6										
2,6-二硝基 甲苯	1	11.1	14.7	16.3	15.4	12.7	11.5	13.6	0.30	2.2	68.2
	2	12.7	13.5	13.4	13.2	13.5	13.5	13.3	0.29	0.02	66.4
	3	14.89	16.19	16.02	12.39	12.78	16.91	14.86	1.88	12.67	74.3
	4										
	5	17.27	17.35	17.35	17.60	17.64	17.80	17.50	0.208	1.2	87.5
	6	18.15	18.23	17.94	18.12	18.3	17.9	18.11	0.158	0.874	90.6
芴	1	13.1	16.4	18.2	15.6	14.5	13.9	15.3	0.59	3.9	76.3
	2	12.2	12.7	12.6	12.6	12.5	12.6	12.5	0.20	0.016	62.7
	3	13.18	15.03	15.35	12.99	13.72	16.62	14.48	1.42	9.83	72.4
	4										
	5	18.44	18.56	18.56	18.68	18.88	18.82	18.66	0.167	0.9	93.3
	6	16.74	16.79	16.71	16.71	16.93	16.7	16.76	0.088	0.525	83.8
二乙基酞酸 酯	1	12.9	16.4	16.4	15.7	13.5	15.2	15.0	1.64	10.9	75.0
	2	12.5	13.1	13.0	13.0	13.0	13.0	12.9	0.20	0.016	64.7
	3	15.42	17.03	16.97	13.47	14.23	17.92	15.84	1.76	11.08	79.2
	4										
	5	19.02	19.16	19.16	19.21	19.48	19.44	19.25	0.180	0.9	96.2
	6	18.41	18.39	18.24	18.31	18.43	18.19	18.33	0.098	0.535	91.6
4-氯苯基苯 基醚	1	12.1	15.9	17.5	14.6	13.6	14.5	14.7	1.70	11.5	73.5
	2	11.9	12.4	12.3	12.2	12.1	12.2	12.2	0.19	0.016	60.9
	3	14.07	15.09	15.42	12.98	13.81	16.38	14.63	1.23	8.43	73.1
	4										
	5	17.18	17.23	17.23	17.17	17.39	17.39	17.26	0.098	0.6	86.3
	6	16.64	16.7	16.48	16.58	16.78	16.5	16.61	0.116	0.701	83.0
4-硝基苯胺	1	21.3	18.8	16.3	23.3	20.5	21.7	20.3	0.25	1.3	102
	2	11.68	12.62	12.29	12.27	12.12	12.48	12.24	0.33	0.027	61.2
	3	13.25	13.31	13.91	11.58	11.68	16.07	13.30	1.65	12.41	66.5
	4										
	5	14.36	14.84	14.84	13.94	15.18	15.93	14.85	0.687	4.6	74.2
	6	16.03	18.4	20.02	19.58	19.62	16.57	18.37	1.701	9.259	91.8
4,6-二硝基 -2-甲酚	1	2.3	3.5	4.5	7.2	4.3	2.8	4.1	0.38	9.30	20.6
	2	11.74	13.54	12.48	12.32	12.73	13.15	12.66	0.63	0.05	63.3
	3	4.99	6.74	7.07	5.07	5.62	9.15	6.44	1.58	24.53	32.2
	4										
	5	15.23	15.64	15.64	16.03	15.39	16.21	15.69	0.373	2.4	78.4
	6	21.97	21.62	14.71	20.02	19.72	16.8	19.14	2.841	14.846	95.7
偶氮苯	1	10.2	12.4	13.6	12.0	10.4	13.6	12.0	2.40	19.9	60.1
	2	10.35	10.88	10.82	10.73	10.60	10.67	10.68	0.19	0.018	53.4
	3	14.05	15.54	15.76	12.80	13.31	16.82	14.71	1.57	10.65	73.6

	4										
	5	17.19	17.34	17.34	17.44	17.67	17.71	17.45	0.204	1.2	87.2
	6	15.96	15.96	15.84	15.83	15.82	15.22	15.77	0.278	1.761	78.8
4-溴苯基苯基醚	1	12.1	16.2	17.6	14.1	13.5	16.9	15.1	3.42	22.7	75.3
	2	12.63	13.31	13.14	13.02	13.04	13.17	13.05	0.23	0.018	65.3
	3	21.41	20.15	19.51	15.63	16.12	19.38	18.70	2.31	12.35	93.5
	4										
	5	12.13	14.90	14.90	14.99	14.76	14.65	14.39	1.11	7.7	71.9
	6	17.03	16.95	16.99	17.03	17.29	16.89	17.03	0.138	0.810	85.1
六氯苯	1	12.2	14.8	16.9	14.5	12.6	14.9	14.3	1.92	13.5	71.5
	2	13.09	13.74	13.52	13.41	13.31	13.63	13.45	0.23	0.017	67.3
	3	21.85	20.41	19.43	15.61	16.10	19.66	18.84	2.47	13.10	94.2
	4										
	5	13.79	13.72	13.72	13.72	13.70	13.65	13.72	0.044	0.3	68.6
	6	17.18	17.15	16.84	16.92	17.38	17.17	17.11	0.196	1.145	85.6
五氯酚	1	4.1	2.1	2.1	5.9		4.7	3.8	0.39	10.4	18.8
	2	11.98	13.00	12.69	12.53	12.62	12.83	12.61	0.35	0.028	63.0
	3	13.24	15.37	15.96	13.46	14.17	18.86	15.18	2.09	13.80	75.9
	4										
	5	12.74	13.15	13.15	13.27	12.87	13.27	13.07	0.220	1.7	65.4
	6										
菲	1	13.1	14.2	15.3	12.9	12.3	14.2	13.7	0.78	5.7	68.3
	2	12.16	12.81	12.81	12.77	12.72	12.75	12.67	0.25	0.02	63.4
	3	16.76	17.98	17.62	14.27	15.07	18.40	16.68	1.67	10.01	83.4
	4										
	5	16.61	16.71	16.71	16.70	16.82	16.76	16.72	0.070	0.4	83.6
	6	16.09	15.57	15.89	16.81	15.94	14.66	15.83	0.704	4.450	79.2
蒽	1	19.6	19.1	22.7	17.2	18.0	21.4	19.7	1.26	6.4	98.3
	2	11.94	12.68	12.58	12.71	12.50	12.65	12.51	0.29	0.023	62.6
	3	14.81	15.79	16.11	12.79	12.88	17.32	14.95	1.82	12.20	74.8
	4										
	5	16.84	17.04	17.04	16.97	17.04	17.00	16.99	0.078	0.5	84.9
	6	15.64	16.07	16.14	16.31	16.73	17.38	16.38	0.605	3.692	81.9
咔唑	1	15.4	15.7	18.4	16.9	16.7	19.4	17.1	2.88	16.9	85.4
	2	15.54	16.51	16.70	16.68	16.44	16.61	16.41	0.44	0.027	82.1
	3	19.08	18.91	18.44	14.46	14.85	18.04	17.30	2.08	12.04	86.5
	4										
	5	14.11	14.27	14.27	14.30	14.52	14.69	14.36	0.207	1.4	71.8
	6	20.85	21.86	21.51	21.75	21.71	21.79	21.58	0.376	1.742	108
二正丁基酞酸酯	1	17.2	18.8	21.8	16.1	15.9	21.1	18.5	2.80	15.2	92.4
	2	12.84	13.44	13.22	13.16	12.94	13.23	13.14	0.22	0.016	65.7
	3	10.43	15.99	18.24	15.48	17.01	21.33	16.41	3.60	21.92	82.1
	4										
	5	14.64	14.84	14.84	13.49	12.78	12.51	13.85	1.06	7.7	69.2
	6	19.65	20.04	19.58	19.78	19.89	20.03	19.83	0.192	0.970	99.2
荧蒽	1	15.1	17.6	18.3	15.6	14.4	17.3	16.4	1.58	9.6	82.0
	2	13.20	13.84	13.68	13.47	13.19	13.53	13.49	0.26	0.019	67.4
	3	4.10	7.62	9.36	8.32	10.03	14.75	9.03	3.48	38.56	45.2
	4										
	5	16.54	16.63	16.63	16.63	16.90	16.76	16.68	0.129	0.8	83.4
	6	17.21	17.39	17.17	16.87	17.33	16.42	17.07	0.364	2.132	85.3

芘	1	16.6	17.8	19.9	15.9	15.6	16.1	17.0	0.37	2.2	84.9
	2	13.23	13.98	13.73	13.53	13.20	13.58	13.54	0.30	0.022	67.7
	3										
	4										
	5	17.10	17.08	17.08	17.18	17.29	17.08	17.14	0.086	0.5	85.7
	6	19.19	17.34	17.39	17.03	17.13	18.07	17.69	0.819	4.631	88.5
丁基苄基酞酸酯	1	14.6	16.6	18.7	15.0	14.3	15.2	15.7	0.42	2.7	78.6
	2	14.13	15.07	14.56	14.22	13.69	14.23	14.32	0.46	0.032	71.6
	3										
	4										
	5	16.73	16.56	16.56	16.25	16.49	17.12	16.62	0.293	1.8	83.1
	6										
苯并(a)蒽	1	8.5	10.6	8.5	9.0	10.7	7.6	9.2	0.69	7.5	45.8
	2	15.00	16.09	15.79	15.79	15.63	15.87	15.70	0.37	0.024	78.5
	3	14.63	16.50	20.54	12.55	14.02	17.50	15.96	2.86	17.90	79.8
	4										
	5	16.73	16.57	16.57	16.69	16.67	16.66	16.65	0.065	0.4	83.2
	6										
屈	1	21.6	24.3	23.6	20.0	21.0	17.5	21.3	2.92	13.7	107
	2	14.64	15.72	15.48	15.45	15.40	15.47	15.36	0.37	0.024	76.8
	3	17.85	18.38	20.01	13.95	15.73	17.95	17.31	2.14	12.37	86.6
	4										
	5	16.38	16.32	16.32	16.31	16.27	16.34	16.32	0.036	0.2	81.6
	6										
双(2-乙基己基)酞酸酯	1	21.6	26.3	23.0	20.6	19.8	21.3	22.1	0.23	1.0	110
	2	15.68	17.14	16.61	16.48	16.20	16.55	16.44	0.48	0.029	82.2
	3										
	4										
	5	16.27	16.30	16.30	16.21	16.38	16.57	16.34	0.126	0.8	81.7
	6										
二正辛基酞酸酯	1	24.8	25.0	24.9	25.4	23.5	21.7	24.2	2.20	9.10	121
	2	15.20	17.37	16.49	16.13	15.90	16.10	16.20	0.71	0.044	81.0
	3										
	4										
	5	19.66	19.99	19.99	20.21	20.41	20.09	20.06	0.252	1.3	100
	6										
苯并(b)荧蒽	1	7.5	9.0	8.8	7.0	7.7	17.2	9.5	6.86	71.9	47.7
	2	14.10	15.85	15.23	15.03	14.98	14.79	15.00	0.57	0.038	75.0
	3	18.47	18.99	17.88	14.07	14.98	18.42	17.14	2.07	12.09	85.7
	4										
	5	13.68	13.70	13.70	13.58	13.63	14.19	13.75	0.221	1.6	68.7
	6										
苯并(k)荧蒽	1	10.7	13.9	14.8	13.4	10.4	17.7	13.5	4.94	36.7	67.3
	2	14.80	16.61	16.02	15.83	15.79	15.53	15.76	0.60	0.038	78.8
	3	23.94	24.40	22.37	17.40	18.07	20.25	21.07	2.97	14.10	105
	4										
	5	13.18	13.32	13.32	13.12	13.22	13.67	13.31	0.193	1.5	66.5
	6										
苯并(a)芘	1	17.2	23.9	15.4	19.2	15.9	15.5	17.8	1.20	6.7	89.2
	2	19.39	19.10	19.11	18.99	18.85	19.02	19.08	0.18	0.009	95.4
	3	23.29	25.06	23.24	17.6	17.49	17.86	20.76	3.47	16.71	104

	4										
	5	13.87	13.86	13.86	13.83	13.97	14.06	13.91	0.088	0.6	69.5
	6										
茚并 (1, 2, 3-c, d) 芘	1	16.3	20.2	19.6	16.2	14.8	22.2	18.2	4.15	22.8	91.0
	2	20.97	22.86	21.87	21.56	22.20	21.42	21.81	0.66	0.03	109
	3	27.60	35.22	30.06	21.73	19.71	15.63	24.99	7.26	29.04	125
	4										
	5	16.02	15.93	16.19	16.83	17.71	15.51	16.36	0.786	4.8	81.8
	6										
二苯并(a, h) 蒽	1	16.1	18.8	18.8	17.1	15.1	20.8	17.8	3.35	18.9	88.9
	2	20.53	21.86	21.21	20.96	21.64	20.78	21.16	0.51	0.024	106
	3										
	4										
	5	13.07	13.55	13.55	14.17	14.59	12.84	13.63	0.656	4.8	68.1
	6										
苯并(g, h, i) 花	1	15.6	19.0	18.7	15.8	13.3	20.5	17.1	3.46	20.2	85.7
	2	21.84	23.63	23.11	22.93	23.81	22.69	23.00	0.71	0.031	115
	3										
	4										
	5	13.01	12.48	12.48	12.97	13.61	14.81	13.23	0.880	6.7	66.1
	6										

2 方法验证数据汇总

2.1 方法检出限和精密度汇总

表 7 为对 6 家实验室方法验证结果中的检出限和精密度进行统计分析，其结果如下：

表 7 检出限和精密度测试数据汇总表

化合物 名称	检出限	精密度统计结果					
		水平	总 平 均 值 ($\mu\text{g/L}$)	室 内 相 对 标 准 偏差%	室 间 相 对 标 准 偏差%	重 复 性 限 r ($\mu\text{g/L}$)	再 现 性 限 R ($\mu\text{g/L}$)
N-亚硝基二甲胺	0.15	1	9.12	0.8-12.7	6.74	2.16	5.57
		2	40.0	0.68-6.14	42.6	2.74	47.8
酚	0.40	1	9.90	0.1-10.9	8.70	1.25	6.04
		2	48.9	0.26-8.21	11.0	3.80	10.6
2-氯酚	0.43	1	10.1	0.2-12.8	11.1	1.53	5.96
		2	49.1	0.25-9.79	11.7	2.37	6.63
双(2-氯乙基)醚	0.28	1	10.9	0.38-7.08	6.59	0.30	7.25
		2	45.9	0.38-7.36	12.3	2.90	8.12
1,3-二氯苯	0.31	1	10.5	0.4-10.6	10.7	0.25	6.97
		2	50.4	0.15-7.86	8.62	2.98	8.35
1,4-二氯苯	0.32	1	10.7	0.34-10.9	9.53	0.42	6.61
		2	48.2	0.3-7.86	10.1	2.42	6.79
1,2-二氯苯	0.30	1	10.7	0.28-10.9	12.0	0.27	7.16
		2	49.1	0.31-7.81	8.55	2.55	7.15
2-甲基酚	0.42	1	10.8	0.39-12.5	12.5	0.53	6.42

		2	48.1	0.18-10.1	12.4	2.99	8.36
双(2-氯异丙基)醚	0.78	1	11.1	0.7-6.49	23.5	0.90	6.88
		2	51.6	0.08-6.82	15.3	3.41	9.54
六氯乙烷	0.17	1	10.6	0.95-10.3	7.07	0.31	5.49
		2	50.5	2.23-8.37	10.2	5.00	14.0
4-甲基酚	0.30	1	10.7	0.7-10.5	11.6	0.66	7.28
		2	48.2	0.26-9.38	10.9	4.44	12.4
N-亚硝基二正丙胺	0.50	1	10.2	1.00-3.89	8.43	0.70	6.41
		2	49.8	2.2-14.6	7.28	3.43	9.61
硝基苯	0.60	1	9.52	0.39-8.21	10.4	0.55	3.41
		2	49.8	0.44-14.3	7.70	3.63	10.2
异佛尔酮	0.50	1	9.38	0.39-2.01	6.59	0.39	2.80
		2	49.0	0.25-14.3	10.4	3.56	9.97
2-硝基酚	0.40	1	8.97	0.9-4.60	8.05	0.78	2.09
		2	54.0	0.8-6.81	10.5	2.98	8.33
2,4-二甲基酚	0.50	1	9.92	0.2-2.09	6.86	0.37	3.23
		2	50.7	0.48-9.80	7.74	2.71	7.58
双(2-氯乙氧基)甲烷	0.38	1	9.74	0.5-1.34	9.35	0.29	2.71
		2	50.1	0.32-8.69	6.26	2.24	6.28
2,4-二氯酚	0.40	1	9.94	0.3-2.87	7.46	0.41	1.10
		2	51.4	0.32-8.48	9.05	2.73	7.65
1,2,4-三氯苯	0.37	1	10.3	0.51-2.6	4.59	0.38	0.58
		2	52.1	0.58-8.65	6.22	3.39	9.49
萘	0.32	1	10.7	0.14-3.27	3.31	0.26	0.66
		2	50.4	0.37-4.01	3.21	1.88	5.27
4-氯苯胺	0.35	1	10.8	1-3.82	12.2	0.59	0.82
		2	52.5	0.7-7.56	8.32	2.04	5.71
六氯丁二烯	0.45	1	10.4	0.4-3.49	3.30	0.54	0.79
		2	49.3	0.73-6.61	2.92	1.55	4.33
4-氯-3-甲酚	0.40	1	9.99	0.4-3.41	3.67	0.52	1.24
		2	50.3	0.31-5.89	5.13	2.58	7.24
2-甲基萘	0.35	1	10.5	0.49-3.55	7.67	0.58	1.78
		2	50.0	0.35-5.89	5.30	3.11	8.72
六氯环戊二烯	0.30	1	6.41	0.4-5.47	25.2	0.49	11.9
		2	51.3	1-10.9	12.4	7.03	19.7
2,4,6-三氯酚	0.40	1	9.61	0.4-4.52	0.15	0.61	1.66
		2	51.6	0.26-8.4	2.28	1.16	3.25
2,4,5-三氯酚	0.36	1	9.88	0.6-4.89	5.01	0.53	1.80
		2	52.8	0.63-6.16	3.80	1.27	3.56
2-氯萘	0.27	1	10.6	0.5-5.29	1.52	0.36	1.04
		2	49.5	0.49-3.11	1.84	1.08	3.02
2-硝基苯胺	0.31	1	10.0	0.51-6.5	3.09	0.59	3.59
		2	53.8	0.46-7.94	8.85	5.56	15.6
茚烯	0.33	1	13.3	0.5-5.29	14.8	0.74	9.64
		2	56.9	0.53-6.87	24.2	15.6	43.7
二甲基酞酸酯	0.31	1	10.0	0.7-4.09	6.61	0.55	0.63
		2	51.1	0.47-6.72	4.04	2.17	6.07
2,4-二硝基甲苯	0.34	1	9.82	0.72-5.81	1.41	0.85	2.23
		2	49.5	0.77-9.74	7.65	3.85	10.8
3-硝基苯胺	0.30	1	9.21	0.85-5.43	32.8	0.86	4.98
		2	50.8	0.47-6.04	8.85	2.29	6.42

芴	0.34	1	10.4	0.42-7.53	14.8	0.40	0.56
		2	49.68	0.48-3.3	2.60	1.61	4.50
2,4-二硝基酚	0.71	1	4.14	0.7-14.1	67.7	0.65	12.2
		2	52.2	1.5-10.3	7.65	18.1	50.6
二苯并呋喃	0.31	1	10.5	0.59-4.6	0.46	0.52	0.76
		2	48.8	0.46-4.2	6.17	3.48	9.73
4-硝基酚	0.22	1	8.75	0.62-16.0	7.26	1.50	3.62
		2	50.8	0.38-15.3	17.3	9.70	27.1
2,6-二硝基甲苯	0.30	1	9.39	0.5-3.04	1.94	0.52	2.83
		2	51.9	0.6-7.68	4.61	1.60	4.48
芴	0.30	1	10.4	0.4-2.14	2.29	0.36	1.18
		2	51.6	0.4-4.58	4.35	2.67	7.48
二乙基酞酸酯	0.40	1	10.3	0.5-2.87	0.23	0.42	1.09
		2	51.4	0.57-5.05	3.86	2.36	6.62
4-氯苯基苯基醚	0.23	1	10.4	0.42-6.68	6.01	0.37	1.08
		2	50.7	0.35-5.09	2.47	1.59	4.45
4-硝基苯胺	0.59	1	9.60	1.6-12.9	47.5	1.97	11.0
		2	53.8	0.32-10.4	16.9	6.70	18.8
4,6-二硝基-2-甲酚	0.16	1	5.92	0.4-19.8	25.9	1.37	7.98
		2	46.1	1.4-16.1	19.7	9.86	27.6
偶氮苯	0.80	1	9.92	0.68-1.42	0.42	0.33	2.30
		2	49.0	0.61-2.75	3.06	1.68	4.71
4-溴苯基苯基醚	0.26	1	10.4	0.7-3.99	13.7	0.55	3.98
		2	52.4	0.59-5.23	4.07	2.40	6.73
六氯苯	1.50	1	10.9	1.1-3.29	3.31	0.48	3.47
		2	51.7	0.16-7.71	2.56	1.60	4.48
五氯酚	0.19	1	9.03	0.75-6.64	1.49	0.56	12.6
		2	46.9	1.49-13.0	46.2	24.0	67.2
菲	0.21	1	10.3	0.57-2.3	5.12	0.31	1.82
		2	51.9	0.12-3.86	4.42	2.64	7.41
蒽	0.30	1	9.91	0.46-6.46	0.96	0.34	0.68
		2	51.9	0.24-4	2.57	1.45	4.05
卞唑	0.80	1	11.0	0.48-7.42	6.09	1.39	1.92
		2	49.7	0.8-6.83	5.99	3.62	10.1
二正丁基酞酸酯	0.80	1	11.4	0.6-8.38	15.1	0.53	2.52
		2	53.7	0.18-4.86	7.25	4.47	12.5
荧蒽	0.40	1	9.57	0.71-3.24	0.67	0.60	2.05
		2	51.2	0.58-4.17	8.12	4.96	13.9
芘	0.40	1	18.6	1.24-6.36	1.41	3.55	34.7
		2	54.9	0.56-14.7	21.2	13.4	37.5
丁基苄基酞酸酯	0.80	1	20.4	2.5-3.63	1.98	4.96	33.3
		2	60.2	3.1-15.5	31.5	19.0	53.2
苯并(a)蒽	0.70	1	9.02	0.3-4.26	10.9	0.65	3.15
		2	49.0	0.76-8.13	15.3	7.68	21.5
屈	0.50	1	10.3	1.2-4.21	1.16	0.67	0.91
		2	52.4	0.81-6.05	9.12	4.96	13.9
双(2-乙基己基)酞酸酯	0.90	1	18.6	1.41-5.84	0.41	3.12	26.8
		2	63.5	3.8-13.1	22.6	14.4	40.4
二正辛基酞酸酯	0.70	1	16.8	1.4-8.94	9.54	2.82	17.3
		2	72.7	4.1-18.7	41.2	29.9	83.8
苯并(b)荧蒽	0.50	1	10.5	1.81-10.3	5.17	2.30	3.22

		2	46.4	1.48-7.94	16.3	7.74	21.7
苯并(k) 荧蒽	0.40	1	11.0	0.3-10.9	7.42	2.70	4.04
		2	46.3	2.1-7.63	13.3	6.72	18.8
苯并(a) 芘	0.20	1	7.94	0.6-4.36	4.24	8.91	10.7
		2	45.9	2.3-6.63	14.0	6.60	18.5
茚并 (1, 2, 3-c, d) 芘	1.5	1	8.57	0.6-12.7	3.80	4.78	8.08
		2	37.1	2.7-14.6	46.0	17.3	48.5
二苯并(a, h) 蒽	0.70	1	12.0	0.5-4.32	1.35	18.9	19.6
		2	45.3	2.2-15.9	15.0	8.46	23.7
苯并(g, h, i) 花	0.50	1	10.6	0.3-5.98	48.3	9.63	17.6
		2	36.9	2.3-13.3	42.8	16.0	44.8

2.2 方法加标回收率汇总

表 8 为对 6 家实验室方法验证结果中的实际水样加标回收率进行统计分析，其结果如下：

表 8 准确度测试数据汇总表

化合物 名称	水平	$\bar{P}\%$	$S_{\bar{p}}$	$\bar{P}\% \pm 2 S_{\bar{p}}$
N-亚硝基二甲胺	3	38.0	10.8	38.0±21.6
酚	3	50.9	14.6	35.3±29.1
2-氯酚	3	72.3	20.7	72.3±41.4
双(2-氯乙基)醚	3	68.8	24.2	68.8±48.4
1,3-二氯苯	3	44.8	13.6	44.8±27.2
1,4-二氯苯	3	51.4	20.4	51.4±40.8
1,2-二氯苯	3	62.0	33.1	62.0±66.3
2-甲基酚	3	59.4	29.3	59.4±58.7
双(2-氯异丙基)醚	3	68.6	16.0	68.6±32.1
六氯乙烷	3	50.8	27.5	50.8±55.0
4-甲基酚	3	63.5	25.4	63.5±50.8
N-亚硝基二正丙胺	3	74.8	27.2	74.8±54.4
硝基苯	3	68.0	8.82	68.0±17.6
异佛尔酮	3	76.3	9.72	76.3±19.4
2-硝基酚	3	71.5	22.2	71.5±44.4
2,4-二甲基酚	3	53.2	11.8	53.2±23.6
双(2-氯乙氧基)甲烷	3	68.1	9.56	68.1±19.1
2,4-二氯酚	3	74.7	29.2	74.7±58.5
1,2,4-三氯苯	3	53.7	22.9	53.7±45.8
萘	3	62.8	21.2	62.8±42.4
4-氯苯胺	3	54.6	20.3	54.6±40.6
六氯丁二烯	3	47.2	19.0	47.2±38.0
4-氯-3-甲酚	3	74.9	23.2	74.9±46.5
2-甲基萘	3	73.7	10.2	73.7±20.5
六氯环戊二烯	3	61.1	20.2	61.1±40.3
2,4,6-三氯酚	3	74.4	25.5	74.4±51.1
2,4,5-三氯酚	3	85.6	18.2	85.6±36.4

2-氯萘	3	71.6	15.3	71.6±30.6
2-硝基苯胺	3	78.7	13.8	78.7±27.7
蒎烯	3	83.5	15.8	83.5±31.6
二甲基酞酸酯	3	76.7	16.0	76.7±16.0
2,4-二硝基甲苯	3	72.7	24.6	72.7±49.2
3-硝基苯胺	3	77.6	16.2	77.6±32.5
蒎	3	70.2	5.70	70.2±11.4
2,4-二硝基酚	3	56.1	6.39	56.1±12.8
二苯并呋喃	3	75.0	12.7	75.8±25.4
4-硝基酚	3	64.9	3.65	64.5±7.30
2,6-二硝基甲苯	3	77.4	11.4	77.4±22.8
芴	3	58.8	8.14	58.8±16.3
二乙基酞酸酯	3	79.1	8.84	79.1±17.7
4-氯苯基苯基醚	3	74.2	7.08	74.2±14.2
4-硝基苯胺	3	79.1	17.6	79.1±35.2
4,6-二硝基-2-甲酚	3	52.7	10.8	52.7±21.5
偶氮苯	3	73.5	10.3	73.5±20.6
4-溴苯基苯基醚	3	77.7	5.88	77.7±11.8
六氯苯	3	76.9	5.98	76.9±12.0
五氯酚	3	67.4	10.6	67.4±21.2
菲	3	74.9	9.88	74.9±19.8
蒽	3	80.7	10.8	80.7±25.8
卞唑	3	81.0	15.2	81.0±30.3
二正丁基酞酸酯	3	81.7	11.8	81.7±23.7
荧蒽	3	72.2	17.1	72.2±34.2
芘	3	79.0	9.3	81.2±18.6
丁基苯基酞酸酯	3	74.9	10.6	74.9±21.1
苯并(a)蒽	3	68.0	26.5	68.0±53.0
屈	3	84.3	17.7	84.3±35.3
双(2-乙基己基)酞酸酯	3	91.4	20.3	91.4±40.5
二正辛基酞酸酯	3	98.5	14.7	98.5±29.4
苯并(b)荧蒽	3	67.4	14.8	67.4±29.7
苯并(k)荧蒽	3	76.7	19.1	76.7±38.2
苯并(a)芘	3	81.0	13.9	81.0±27.8
茚并(1,2,3-c,d)芘	3	92.3	6.48	92.3±13.0
二苯并(a,h)蒽	3	78.5	14.7	78.5±29.4
苯并(g,h,i)芘	3	76.2	13.9	76.2±27.8

3 方法验证特性指标汇总

表 9 为对 6 家实验室方法验证结果中的方法特性指标，其结果如下：

表 9 方法特性指标汇总表

化合物名称	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	加标水平	重复性限 r ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)	水样加标回收率 ——
-------	----------------------------	------	-------------------------------	-------------------------------	---------------

					$P\% \pm 2 S \overline{p}$
N-亚硝基二甲胺	0.15	1	2.16	5.57	
		2	2.74	47.8	
		3			38.0±21.6
酚	0.40	1	1.25	6.04	
		2	3.80	10.6	
		3			35.3±29.1
2-氯酚	0.43	1	1.53	5.96	
		2	2.37	6.63	
		3			72.3±41.4
双(2-氯乙基)醚	0.28	1	0.30	7.25	
		2	2.90	8.12	
		3			68.8±48.4
1,3-二氯苯	0.31	1	0.25	6.97	
		2	2.98	8.35	
		3			44.8±27.2
1,4-二氯苯	0.32	1	0.42	6.61	
		2	2.42	6.79	
		3			51.4±40.8
1,2-二氯苯	0.30	1	0.27	7.16	
		2	2.55	7.15	
		3			62.0±66.3
2-甲基酚	0.42	1	0.53	6.42	
		2	2.99	8.36	
		3			59.4±58.7
双(2-氯异丙基)醚	0.78	1	0.90	6.88	
		2	3.41	9.54	
		3			68.6±32.1
六氯乙烷	0.17	1	0.31	5.49	
		2	5.00	14.0	
		3			50.8±55.0
4-甲基酚	0.30	1	0.66	7.28	
		2	4.44	12.4	
		3			63.5±50.8
N-亚硝基二正丙胺	0.50	1	0.70	6.41	
		2	3.43	9.61	
		3			74.8±54.4
硝基苯	0.60	1	0.55	3.41	
		2	3.63	10.2	
		3			68.0±17.6
异佛尔酮	0.50	1	0.39	2.80	
		2	3.56	9.97	
		3			76.3±19.4
2-硝基酚	0.40	1	0.78	2.09	
		2	2.98	8.33	
		3			71.5±44.4
2,4-二甲基酚	0.50	1	0.37	3.23	
		2	2.71	7.58	
		3			53.2±23.6

双 (2- 氯 乙 氧基) 甲烷	0.38	1	0.29	2.71	
		2	2.24	6.28	
		3			68.1±19.1
2, 4-二氯酚	0.40	1	0.41	1.10	
		2	2.73	7.65	
		3			74.7±58.5
1, 2, 4-三氯苯	0.37	1	0.38	0.58	
		2	3.39	9.49	
		3			53.7±45.8
萘	0.32	1	0.26	0.66	
		2	1.88	5.27	
		3			62.8±42.4
4-氯苯胺	0.35	1	0.59	0.82	
		2	2.04	5.71	
		3			54.6±40.6
六氯丁二烯	0.45	1	0.54	0.79	
		2	1.55	4.33	
		3			47.2±38.0
4-氯-3-甲酚	0.40	1	0.52	1.24	
		2	2.58	7.24	
		3			74.9±46.5
2-甲基萘	0.35	1	0.58	1.78	
		2	3.11	8.72	
		3			73.7±20.5
六氯环戊二烯	0.30	1	0.49	11.9	
		2	7.03	19.7	
		3			61.1±40.3
2, 4, 6-三氯酚	0.40	1	0.61	1.66	
		2	1.16	3.25	
		3			74.4±51.1
2, 4, 5-三氯酚	0.36	1	0.53	1.80	
		2	1.27	3.56	
		3			85.6±35.4
2-氯萘	0.27	1	0.36	1.04	
		2	1.08	3.02	
		3			71.6±30.6
2-硝基苯胺	0.31	1	0.59	3.59	
		2	5.56	15.6	
		3			78.7±27.7
茚烯	0.33	1	0.74	9.64	
		2	15.6	43.7	
		3			83.5±13.3
二甲基酞酸酯	0.31	1	0.55	0.63	
		2	2.17	6.07	
		3			76.7±16.0
2, 4- 二 硝 基 甲 苯	0.34	1	0.65	12.2	
		2	18.1	50.6	
		3			72.7±49.2
3-硝基苯胺	0.30	1	0.86	4.98	
		2	2.29	6.42	
		3			77.6±32.5

芴	0.34	1	0.40	0.56	
		2	1.61	4.50	
		3			70.2±11.4
2,4-二硝基酚	0.71	1	0.65	12.2	
		2	18.1	50.6	
		3			56.1±12.8
二苯并呋喃	0.31	1	0.52	0.76	
		2	3.48	9.73	
		3			75.8±25.4
4-硝基酚	0.22	1	1.50	3.62	
		2	9.70	27.1	
		3			64.5±7.30
2,6-二硝基甲苯	0.30	1	0.52	2.83	
		2	1.60	4.48	
		3			77.4±22.8
芴	0.30	1	0.36	1.18	
		2	2.67	7.48	
		3			58.8±16.3
二乙基酞酸酯	0.40	1	0.42	1.09	
		2	2.36	6.62	
		3			79.1±17.7
4-氯苯基苯基醚	0.23	1	0.37	1.08	
		2	1.59	4.45	
		3			74.2±14.2
4-硝基苯胺	0.59	1	1.97	11.0	
		2	6.70	18.8	
		3			79.1±35.2
4,6-二硝基-2-甲酚	0.16	1	1.37	7.98	
		2	9.86	27.6	
		3			52.7±21.5
偶氮苯	0.80	1	0.33	2.30	
		2	1.68	4.71	
		3			73.5±20.6
4-溴苯基苯基醚	0.26	1	0.55	3.98	
		2	2.40	6.73	
		3			77.7±11.8
六氯苯	1.5	1	0.48	3.47	
		2	1.60	4.48	
		3			76.9±12.0
五氯酚	0.19	1	0.56	12.6	
		2	24.0	67.2	
		3			67.4±21.2
菲	0.21	1	0.31	1.82	
		2	2.64	7.41	
		3			74.9±19.8
蒽	0.30	1	0.34	0.68	
		2	1.45	4.05	
		3			80.7±25.8
卞唑	0.80	1	1.39	1.92	
		2	3.62	10.1	
		3			81.0±30.3

二正丁基酞酸酯	0.80	1	0.53	2.52	
		2	4.47	12.5	
		3			81.7±23.7
荧蒽	0.40	1	0.60	2.05	
		2	4.96	13.9	
		3			72.2±34.2
芘	0.40	1	3.55	34.7	
		2	13.4	37.5	
		3			81.2±18.6
丁基苄基酞酸酯	0.80	1	4.96	33.3	
		2	19.0	53.2	
		3			74.9±21.1
苯并(a)蒽	0.70	1	0.65	3.15	
		2	7.68	21.5	
		3			68.0±53.0
蒽	0.50	1	0.67	0.91	
		2	4.96	13.9	
		3			84.3±35.3
双(2-乙基己基)酞酸酯	0.90	1	3.12	26.8	
		2	14.4	40.4	
		3			91.4±40.5
二正辛基酞酸酯	0.70	1	2.82	17.3	
		2	29.9	83.8	
		3			98.5±29.4
苯并(b)荧蒽	0.50	1	2.30	3.22	
		2	7.74	21.7	
		3			67.4±29.7
苯并(k)荧蒽	0.40	1	2.70	4.04	
		2	6.72	18.8	
		3			76.7±38.2
苯并(a)芘	0.20	1	8.91	10.7	
		2	6.60	18.5	
		3			81.0±27.8
茚并(1,2,3-c,d)芘	1.5	1	4.78	8.08	
		2	17.3	48.5	
		3			92.3±13.0
二苯并(a,h)蒽	0.70	1	18.9	19.6	
		2	8.46	23.7	
		3			78.5±29.4
苯并(g,h,i)花	0.50	1	9.63	17.6	
		2	16.0	44.8	
		3			76.2±27.8

4 方法验证结果

验证结果表明实验间加标回收率的相对标准偏差大部分小于30%，大部分目标化合物的回收率范围在40–120%之间。方法各项特性指标达到预期要求。