

# 中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 686-2014

---

## 水质 挥发性有机物的测定 吹扫捕集/气相色谱法

Water quality-Determination of volatile organic compounds-

Purge and trap/gas chromatography

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2014-1-13发布

2014-4-1实施

---

环 境 保 护 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 干扰及消除 .....	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 .....	5
11 质量控制和质量保证 .....	6
12 废弃物的处理 .....	7
13 注意事项 .....	7
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)方法的精密度和准确度 .....	10

## 前 言

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

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

本标准为首次发布。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：中国环境监测总站、江苏省环境监测中心。

本标准验证单位：泰州市环境监测中心站、四川省环境监测中心站、辽宁省环境监测实验中心、大连市环境监测中心、宁波市环境监测中心和常州市环境监测中心。

本标准环境保护部 2014 年 1 月 13 日批准。

本标准自 2014 年 4 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

# 水质 挥发性有机物的测定 吹扫捕集/气相色谱法

警告：本方法所使用的化学药品对人体健康有害，操作时应按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣服。所有标准样品、试剂等均应完全密封独立储放，并放置于低温阴凉处，以免外漏污染。

## 1 适用范围

本标准规定了测定水中 21 种挥发性有机物的吹扫捕集/气相色谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中挥发性有机物的测定。当取样量为 5ml 时，目标化合物的方法检出限为 0.1~0.5 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 0.4~2.0 $\mu\text{g/L}$ ，具体目标化合物及检出限详见附录 A。

其他挥发性有机物经适用性验证后，也可采用本方法分析。

## 2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注明日期的引用文件，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

样品中的挥发性有机物经高纯氮气吹扫后吸附于捕集管中，将捕集管加热并以高纯氮气反吹，被热脱附出来的组分经气相色谱分离后，用电子捕获检测器（ECD）或氢火焰离子化检测器（FID）进行检测，根据保留时间定性，外标法定量。

## 4 干扰及消除

4.1 实验室溶剂、试剂、玻璃器具和其他用于前处理的部件对挥发性有机物分析产生的干扰物，可以通过实验室空白进行检验。当发现实验室分析过程确实对样品产生干扰，应仔细查找干扰源，及时消除，至实验室空白检验分析合格后，才能继续进行样品分析。

4.2 采样、装运和储存的过程中，空气中的挥发性有机物会通过采样瓶的密封垫扩散造成污染，可以通过全程序空白进行检验。当发现采样、装运或储存过程确实对样品产生干扰，应仔细查找干扰源，如果确实存在影响分析结果的干扰，需重新进行采样分析。

4.3 高浓度样品与低浓度样品交替分析可能会造成干扰，当分析一个高浓度样品后应分析一个空白样品以检验是否出现交叉污染。

## 5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂和蒸馏水。

### 5.1 空白试剂水

二次蒸馏水或通过纯水设备制备的水，通过检验无高于方法检出限（MDL）的目标化合物检出时，方能作为空白试剂水使用。可通过加热煮沸或通入惰性气体吹扫去除水中的挥发性有机物干扰。

## 5.2 甲醇（CH<sub>3</sub>OH）

农残级，配制标准样品用。不同批次甲醇要进行空白检验。检验方法是取 20 $\mu$ l 甲醇加入到空白试剂水中，按与实际样品分析完全相同的条件进行分析。

## 5.3 标准贮备液： $\rho=100\mu\text{g/ml}$ 。

挥发性有机物混合标准贮备液应避光保存，开封后应尽快使用完。如开封后的贮备液需保存，应在-10~-20 $^{\circ}\text{C}$ 冷冻密封保存。需保存贮备液在使用前应进行检测，如发现化合物响应值或种类出现异常，则弃去不用，使用时恢复室温。

## 5.4 气相色谱分析用标准中间液： $\rho=20\mu\text{g/ml}$ 。

根据仪器的灵敏度和线性要求，取适量标准贮备液（5.3）用甲醇（5.2）稀释配制到适当浓度，一般为 20.0 $\mu\text{g/ml}$ ，保存时间为一个月。

## 5.5 抗坏血酸（C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>）

## 5.6 盐酸溶液，1+1

## 5.7 气体

氮气，纯度 $\geq 99.999\%$ ；或氦气，纯度 $\geq 99.999\%$ ；氢气，纯度 $\geq 99.999\%$ ；空气，普通压缩空气或高纯空气。

# 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 气相色谱仪：配置电子捕获检测器（ECD）或氢火焰检测器（FID）。

## 6.2 吹扫捕集装置。

吹扫捕集捕集管的填料类型：1/3 碳纤维、1/3 硅胶和 1/3 活性炭的均匀混合填料或其他等效吸附剂。

## 6.3 色谱柱类型：

6.3.1 测定苯系物：石英毛细管色谱柱，30m（长） $\times$ 320 $\mu\text{m}$ （内径） $\times$ 0.50 $\mu\text{m}$ （膜厚），固定相为聚乙二醇。也可使用其他等效毛细管柱。

6.3.2 测定卤代烃：石英毛细管色谱柱，30m（长） $\times$ 320 $\mu\text{m}$ （内径） $\times$ 1.80 $\mu\text{m}$ （膜厚），固定相为 6%氰丙基苯-94%二甲基聚硅氧烷。也可使用其他等效毛细管柱。

6.4 样品瓶：40ml 棕色玻璃瓶，螺旋盖（带聚四氟乙烯涂层密封垫）。

6.5 5ml 气密性注射器。

6.6 微量注射器：10 $\mu\text{l}$ ，100 $\mu\text{l}$ 。

6.7 容量瓶：A 级，50ml

## 7 样品

### 7.1 样品的采集

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

注 1：采样瓶应在采样前充分清洗，样品采集时不需用水样荡洗。

### 7.2 样品的保存

采集的样品应尽快分析，确需保存时，应采取措施，各种情况的保存措施见表 1。

表 1 样品的保存措施

样品性质	容器	保存方法	保存时间
无余氯	40ml 棕色玻璃瓶	0.5ml 盐酸溶液，4℃保存	14 天
有余氯	40ml 棕色玻璃瓶	加入约 25mg 抗坏血酸，再加 0.5ml 盐酸溶液，4℃保存	14 天

### 7.3 试样的制备

7.3.1 无自动进样器的吹扫捕集系统：用 5ml 气密性注射器从样品瓶中抽取 5ml 样品，推入吹扫捕集器吹扫管中，进行吹扫捕集。

7.3.2 有自动进样器的吹扫捕集系统：将 40ml 样品瓶直接放入自动进样器样品槽中，设置取样体积为 5ml，进行吹扫捕集。

注 2：所有样品（包括全程空白）都要达到室温时才能分析。

注 3：分析样品时要先分析空白样品，如全程空白、实验室空白等。

## 8 分析步骤

### 8.1 仪器参考条件

#### 8.1.1 吹扫捕集条件

吹扫捕集参考条件如表 2 所示。

表 2 吹扫捕集参考条件

吹扫温度	吹扫流速	吹扫时间	脱附温度	脱附时间	烘烤温度	烘烤时间	干吹时间
常温	40ml/min	11min	180℃	2min	250℃	10min	2min

#### 8.1.2 GC-FID/ECD 分析参考条件

##### 8.1.2.1 气相色谱部分（FID 作检测器）

程序升温：40℃（保持 6min） $\xrightarrow{5^\circ\text{C}/\text{min}}$ 100℃（保持 2 min） $\xrightarrow{5^\circ\text{C}/\text{min}}$ 200℃；进样口温度：200℃；检测器温度：280℃；载气流量：2.5 ml/min；分流比：10：1 或根据仪器条件。

##### 8.1.2.2 气相色谱部分（ECD 作检测器）

程序升温：40℃（保持 6min） $\xrightarrow{5^\circ\text{C}/\text{min}}$ 100℃（保持 2 min） $\xrightarrow{5^\circ\text{C}/\text{min}}$ 200℃；进样口温度：200℃；检测器温度：280℃；载气流量：2.5 ml/min；分流比：10：1 或根据仪器条件。

### 8.2 校准

在初次使用仪器，或仪器经维修、换柱或连续校准不合格时需要进行校准曲线的绘制。

### 8.2.1 标准系列的制备

本方法的线性范围为 0.5~200 $\mu\text{g/L}$

根据仪器的灵敏度和线性要求以及实际样品的浓度，取适量标准中间液（5.4）用空白试剂水（5.1）配制相应的标准浓度序列。

苯系物：低浓度标准系列为 0.5 $\mu\text{g/L}$ 、1.0 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$  和 20.0 $\mu\text{g/L}$ ，高浓度标准系列为 5.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 、200 $\mu\text{g/L}$ （均为参考浓度序列），现配现用。

卤代烃：低浓度标准系列为：0.05 $\mu\text{g/L}$ 、0.20 $\mu\text{g/L}$ 、0.50 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$  和 10.0 $\mu\text{g/L}$ ，高浓度标准系列为 0.5 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$  和 200 $\mu\text{g/L}$ （均为参考浓度序列），现配现用。

注 4：应根据实际样品调整标准系列的浓度范围，最高浓度点不高于 200 $\mu\text{g/L}$ ，相关系数应  $r \geq 0.995$ 。

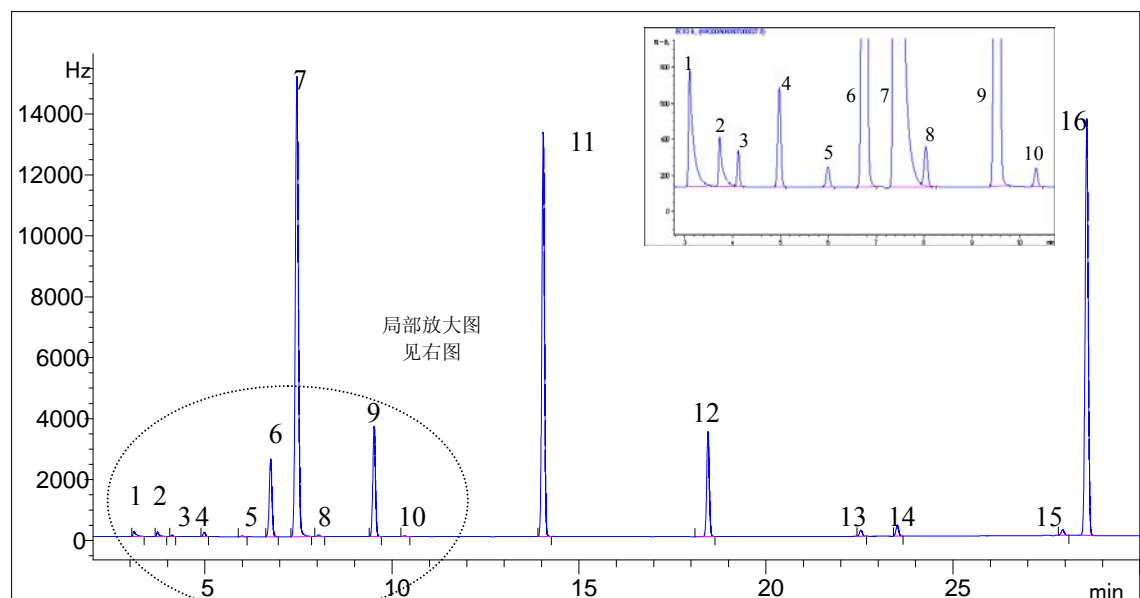
### 8.2.2 校准曲线的绘制

分别移取一定量的标准中间液（5.4）快速加入装有空白试剂水（5.1）的容量瓶（6.7）中，定容至刻度线，将容量瓶垂直振摇三次，混合均匀。

取 5.0ml 标准曲线系列溶液于吹扫管中，经吹扫、捕集浓缩后进入气相色谱进行分析，得到对应不同浓度的气相色谱图。以峰高或峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，绘制校准曲线。

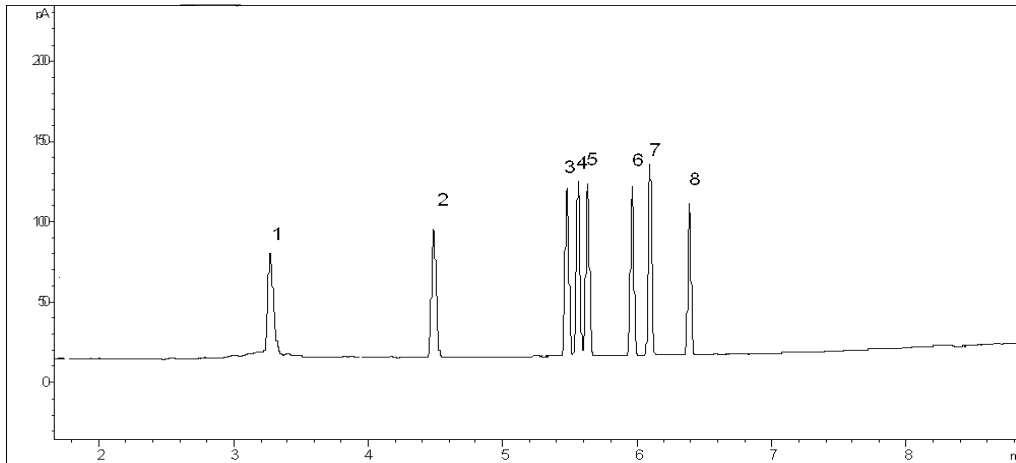
### 8.2.3 标准色谱图

根据检测器类别，目标化合物参考谱图见图 1 和图 2。其中图 1 是 ECD 检测卤代烃类的气相色谱图，图 2 是 FID 检测的苯系物类的气相色谱图。



1—1,1-二氯乙烯；2—二氯甲烷；3—反式-1,2-二氯乙烯；4—氯丁二烯；5—顺式-1,2-二氯乙烯；6—氯仿；7—四氯化碳；8—1,2-二氯乙烷；9—三氯乙烯；10—环氧氯丙烷；11—四氯乙烯；12—溴仿；13—六氯丁二烯

图 1 ECD 检测器分析 5.0 $\mu\text{g/L}$  卤代烃目标组分的气相色谱图



1—苯；2—甲苯；3—乙苯；4—对二甲苯；5—间二甲苯；6—异丙苯；7—邻二甲苯；8—苯乙烯

图2 FID检测器分析分析5.0µg/L苯系物目标组分的气相色谱图

### 8.3 测定

取 5ml 样品按标准样品完全相同的分析条件进行分析，记录各组分色谱峰的保留时间和峰高（或峰面积）。

### 8.4 空白试验

在分析样品的同时，应做空白试验。即取 5ml 空白试样（5.1）注入气相色谱仪中，按 8.3 步骤进行分析。

## 9 结果计算与表示

### 9.1 定性结果

根据标准物质各组分的保留时间进行定性分析。

### 9.2 定量结果

采用外标法定量，单位为 µg/L。计算结果当测定值小于 100µg/L 时，保留小数点后 1 位；大于等于 100µg/L 时，保留 3 位有效数字。

## 10 精密度和准确度

### 10.1 精密度

六个实验室对含苯系物类挥发性有机物浓度为 0.5µg/L、10µg/L 和 20µg/L 的统一样品进行了测定，

实验室内相对标准偏差分别为：1.7%~15.9%、1.9%~8.5%和 1.2%~8.4%；

实验室间相对标准偏差分别为：6.2%~16.8%、5.2%~10.1%和 1.8%~3.8%；

重复性限范围分别为：0.07µg/L~0.12µg/L、0.82µg/L~1.58µg/L 和 1.95µg/L~2.90µg/L；

再现性限范围分别为：0.14µg/L~0.23µg/L、1.66µg/L~2.83µg/L 和 2.32µg/L~3.01µg/L。

六个实验室对含卤代烃类挥发性有机物浓度为 0.2µg/L、1.0µg/L 和 10µg/L 的统一样品进行了测定，



实验室内相对标准偏差分别为：2.4%~18.2%、0.7%~11.4%和 1.2%~11.5%；  
实验室间相对标准偏差分别为：2.9%~9.8%、1.6%~5.5%和 1.5%~3.2% ；  
重复性限范围分别为：0.04 $\mu\text{g/L}$ ~0.06 $\mu\text{g/L}$ 、0.11 $\mu\text{g/L}$ ~0.19 $\mu\text{g/L}$  和 0.77 $\mu\text{g/L}$ ~1.84 $\mu\text{g/L}$ ；  
再现性限范围分别为：0.05 $\mu\text{g/L}$ ~0.07 $\mu\text{g/L}$ 、0.13 $\mu\text{g/L}$ ~0.22 $\mu\text{g/L}$  和 0.87 $\mu\text{g/L}$ ~1.89 $\mu\text{g/L}$ 。  
六个实验室对含环氧氯丙烷浓度为 1.0 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$  和 50.0 $\mu\text{g/L}$  的统一样品进行了测定，  
实验室内相对标准偏差分别为：5.0%~11.3%、2.9%~7.8%和 2.4%~5.9%；  
实验室间相对标准偏差分别为：2.9%、3.3%和 3.3%；  
重复性限分别为：0.22 $\mu\text{g/L}$ 、0.74 $\mu\text{g/L}$  和 5.69 $\mu\text{g/L}$ ；  
再现性限分别为：0.23 $\mu\text{g/L}$ 、0.82 $\mu\text{g/L}$  和 6.85 $\mu\text{g/L}$ 。  
重复性和再现性结果见表 B.1。

## 10.2 准确度

六个实验室对地表水、工业废水和生活废水三种水体进行加标量为 0.2~100 $\mu\text{g/L}$  的加标回收实验，平均加标回收率为 90.3%~101.5%，结果见表 B.2。

## 11 质量控制和质量保证

根据分析的实际需要选择采用以下质量控制和保证措施。

### 11.1 空白分析

#### 11.1.1 实验室空白

要求实验室空白分析结果中，所有待测目标化合物浓度均应低于方法检出限。当发现空白中某个或者某些目标化合物组分测定浓度高于方法检出限时，应检查所有可能对实验室空白产生影响的环节，如所用试剂、溶剂、标准样品、玻璃器具和其他用于前处理的部件等，仔细查找干扰源，及时消除，至实验室空白检验分析合格后，才能继续进行样品分析。

#### 11.1.2 运输空白

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

#### 11.1.3 全程序空白

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

如全程序空白中目标化合物高于检出限时，不能从样品结果中扣除空白值。应检查所有可能对全程序空白产生影响的环节，仔细查找干扰源。如果确实发现采样、运输或保存过程存在影响分析结果的干扰，需对出现问题批次的样品进行重新采样分析。

### 11.2 平行样品的测定

虽然每个样品均采集平行双样，一般每 10 个样品或每批次（少于 10 个样品/批）分析一个平行样，平行样品测定结果的相对偏差小于 20%。

注 6：鉴于挥发性有机物的特殊性，不作室内平行分析，每个样品瓶中的样品只允许分析一次。

### 11.3 空白加标的测定

空白加标的测定，一般要求每 10 个样品或每批次（少于 10 个样品/批）分析一个空白加标，回收率在 70%~120%之间。

如空白加标的回收率不能满足质量控制要求，则应查明原因，直至回收率满足质控要求后，才能继续进行样品分析。

### 11.4 样品加标的测定

样品加标的测定，一般要求每 10 个样品或每批次（少于 10 个样品/批）分析一个加标样。加标样品的回收率在 70%~120%之间。

如果样品加标的回收不能满足质量控制要求，则应再进行一次样品加标平行样的测定，如测定结果与前一次样品加标测定结果吻合，则表明是因为存在样品的基体干扰，上述分析数据可正常使用。如样品加标平行的测定结果与前一次样品加标测定结果不吻合，则表明可能是分析过程中存在问题而导致，应重新进行样品加标分析，直至样品加标的回收满足实验室的质量控制要求。

## 11.4 校准

### 11.4.1 初始校准

在初次使用仪器，或在仪器维修、更换色谱柱或连续校准不合格时需要进行初始校准。即建立校准曲线。校准曲线的相关系数 $\geq 0.995$ ，否则应重新绘制校准曲线。

### 11.4.2 连续校准

每批次样品测试须使用初始校准曲线时，须先用一定浓度的标准样品（推荐用初始校准曲线的中间浓度点或次高浓度点）按样品测定完全相同的仪器分析条件进行定量测定，如果测定结果与样品浓度相对偏差 $\leq 20\%$ ，则初始校准曲线可沿用；如果任何一个化合物的相对偏差 $> 20\%$ ，应查找原因并采取措施，如采取措施后仍不能使测定相对偏差达到要求，应重新绘制新的标准曲线。

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）进行一次连续校准分析，以检验初始标准曲线是否继续适用。

## 12 废弃物的处理

实验室应由专人负责危险废弃物的收集、处理和管理的工作，应按废弃物类别备有相应的收集容器，收集容器上应有明显标识。对已收集的废弃物应建立相应的防护设施和处理程序。

## 13 注意事项

13.1 苯系物测定的干扰主要来源于甲醇峰的拖尾，影响苯的测定，因此样品分析过程中应尽

量少引入甲醇。

13.2 样品采集时要溢满采样瓶，要求不留空隙，采样后严禁开瓶，并尽快分析。

13.3 由于分析目标化合物的高挥发性，不要在通风柜中进行溶液配制的操作，以避免挥发对样品测定的影响。

13.4 遇到发泡类样品（这类样品不但本身难以准确分析，且其产生的泡沫会沾污或堵塞管路、阀件、吸附管等，对后面的样品分析产生不利影响），可采取选择性的向其中添加消泡剂或在吹扫设备上添加消泡装置等处置方式。

## 附录 A

(规范性附录)

方法的检出限和测定下限

表 A 方法的检出限和测定下限

序号	组分名称	目标化合物英文名称	CAS No.	检测器	检出限	测定下限
					( $\mu\text{g/L}$ )	( $\mu\text{g/L}$ )
1	苯	Benzene	107-06-2	FID	0.5	2.0
2	甲苯	Toluene	108-88-3	FID	0.5	2.0
3	乙苯	Ethylbenzene	100-41-4	FID	0.5	2.0
4	对二甲苯	p-Xylene	108-38-3	FID	0.5	2.0
5	间二甲苯	m-Xylene	106-42-3	FID	0.5	2.0
6	邻二甲苯	o-Xylene	95-47-6	FID	0.5	2.0
7	苯乙烯	Styrene	100-42-5	FID	0.5	2.0
8	异丙苯	Isopropylbenzene	98-82-8	FID	0.5	2.0
9	1,1-二氯乙烯	1,1-Dichloroethene	75-35-4	ECD	0.1	0.4
10	1,2-二氯乙烷	1,2-Dichloroethane	71-43-2	ECD	0.1	0.4
11	二氯甲烷	Dichloromethane	1975/9/2	ECD	0.5	2.0
12	反式-1,2-二氯乙烯	Trans-1,2-Dichloroethene	594-20-7	ECD	0.1	0.4
13	六氯丁二烯	Hexachlorobutadiene	87-68-3	ECD	0.1	0.4
14	氯丁二烯	2-Chloro-1,3-butadiene	126-99-8	ECD	0.1	0.4
15	三氯甲烷	Choroform	67-66-3	ECD	0.1	0.4
16	三氯乙烯	Trichloroethene	1979/1/6	ECD	0.1	0.4
17	三溴甲烷	Bromoform	75-25-2	ECD	0.1	0.4
18	顺式-1,2-二氯乙烯	Cis-1,2-Dichloroethene	156-60-5	ECD	0.1	0.4
19	四氯化碳	Carbon Tetrachloride	56-23-5	ECD	0.1	0.4
20	四氯乙烯	Tetrachloroethene	127-18-4	ECD	0.1	0.4
21	环氧氯丙烷	Epichlorohydrin	106-89-8	ECD	0.5	2.0

## 附录 B

(资料性附录)

## 方法的精密度和准确度

表 B.1 六家实验室测定的精密度

序号	化合物名称	精密度统计结果					
		测定次数	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 ( $\mu\text{g/L}$ )
1	苯	6	0.48	4.1-13.5	6.22	0.12	0.14
		6	9.51	3.4-8.5	8.10	1.58	2.60
		6	20.0	1.2-6.4	3.85	1.95	2.79
2	甲苯	6	0.47	2.7-8.5	16.8	0.07	0.23
		6	9.40	2.9-7.8	10.1	1.09	2.83
		6	19.8	1.3-8.4	1.94	2.44	2.47
3	乙苯	6	0.46	2.6-14.7	11.5	0.08	0.17
		6	9.59	2.7-5.4	8.05	1.04	2.36
		6	20.0	1.7-7.1	2.89	2.40	2.73
4	对二甲苯	6	0.47	1.7-15.9	10.3	0.10	0.16
		6	9.51	1.9-4.8	8.39	0.82	2.36
		6	20.0	2.0-6.6	2.38	2.17	2.39
5	间二甲苯	6	0.46	1.7-12.8	11.3	0.08	0.16
		6	9.53	2.0-5.3	7.72	0.99	2.25
		6	20.0	2.1-6.7	1.83	2.28	2.32
6	邻二甲苯	6	0.46	2.7-12.0	15.2	0.08	0.21
		6	9.60	2.6-4.9	8.10	0.96	2.35
		6	20.0	1.6-5.4	2.74	2.09	2.45
7	苯乙烯	6	0.48	3.9-13.1	11.6	0.09	0.18
		6	9.46	2.7-4.8	5.24	1.01	1.66
		6	20.1	2.2-5.7	3.22	2.11	2.64
8	异丙苯	6	0.46	1.9-12.5	15.2	0.09	0.21
		6	9.45	3.0-5.4	7.23	1.08	2.15
		6	19.9	1.5-7.7	2.58	2.90	3.01
9	1,1-二氯乙烯	6	0.20	2.8-11.9	2.90	0.05	0.05
		6	0.98	1.6-5.4	2.87	0.11	0.13
		6	9.77	1.6-6.2	2.49	1.19	1.28
10	1,2-二氯乙烷	6	0.21	5.4-13.3	8.75	0.06	0.07
		6	0.99	3.4-5.4	4.54	0.12	0.17
		6	9.88	2.8-8.6	2.19	1.63	1.65
11	二氯甲烷	6	0.21	3.6-10.5	8.51	0.05	0.07
		6	1.01	0.7-7.2	5.50	0.13	0.20
		6	9.73	1.5-10.2	1.80	1.58	1.63
12	反式-1,2-二氯乙烯	6	0.20	4.4-12.0	4.96	0.05	0.05
		6	0.98	3.6-11.4	4.93	0.19	0.22
		6	9.81	2.5-9.1	2.54	1.56	1.59
13	六氯丁二烯	6	0.21	3.4-10.3	6.60	0.04	0.05
		6	0.97	2.5-6.6	4.46	0.13	0.17
		6	9.87	2.3-11.5	2.20	1.84	1.89
14	氯丁二烯	6	0.20	4.8-11.1	6.93	0.05	0.06
		6	0.97	2.8-7.0	4.79	0.15	0.19
		6	9.87	2.5-6.4	2.49	1.24	1.33
15	三氯甲烷	6	0.20	2.4-11.2	8.90	0.05	0.07
		6	1.00	2.2-7.0	4.03	0.11	0.15
		6	9.71	1.2-3.8	2.04	0.77	0.89
16	三氯乙烯	6	0.20	2.9-16.5	8.19	0.06	0.07
		6	0.99	2.1-8.6	1.60	0.15	0.15
		6	9.88	2.1-5.8	1.97	0.93	1.01
17	三溴甲烷	6	0.20	4.7-8.5	9.84	0.04	0.07
		6	0.98	2.7-9.6	2.13	0.15	0.16
		6	9.75	1.2-7.6	2.62	1.22	1.32
18	顺式-1,2-二	6	0.21	2.5-11.9	3.38	0.05	0.05
		6	1.00	2.1-8.1	3.55	0.15	0.17

序号	化合物名称	精密度统计结果					
		测定次数	总值 ( $\mu\text{g/L}$ )	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 ( $\mu\text{g/L}$ )
	氯乙烯	6	9.76	1.6-10.3	2.23	1.68	1.70
19	四氯化碳	6	0.20	3.7-18.2	7.38	0.06	0.07
		6	0.98	2.9-9.2	2.16	0.15	0.15
		6	9.86	1.4-5.2	3.23	0.78	1.14
20	四氯乙烯	6	0.20	3.6-12.3	6.03	0.04	0.05
		6	0.99	1.6-9.2	2.05	0.16	0.17
		6	9.78	2.2-4.6	1.46	0.85	0.87
21	环氧氯丙烷	6	0.99	5.0-11.3	2.94	0.22	0.23
		6	4.94	2.9-7.8	3.34	0.74	0.82
		6	47.9	2.4-5.9	3.33	5.69	6.85

表 B.2 六家实验室测定的准确度

序号	化合物名称	样品类型	测定次数	$\overline{P\%}$	$S_p$	$\overline{p\%} \pm 2S_p$
1	苯	地表水	6	95.4	9.4	95.4 $\pm$ 18.8
		工业废水	6	96.4	5.8	96.4 $\pm$ 11.6
		生活废水	6	94.1	8.1	94.1 $\pm$ 16.2
2	甲苯	地表水	6	95.9	4.6	95.9 $\pm$ 9.3
		工业废水	6	94.3	1.6	94.3 $\pm$ 3.2
		生活废水	6	97.4	5.0	97.4 $\pm$ 10.1
3	乙苯	地表水	6	94.5	5.7	94.5 $\pm$ 11.4
		工业废水	6	94.9	3.7	94.9 $\pm$ 7.4
		生活废水	6	97.4	4.7	97.4 $\pm$ 9.4
4	对二甲苯	地表水	6	96.8	4.0	96.8 $\pm$ 8.0
		工业废水	6	95.7	3.7	95.7 $\pm$ 7.5
		生活废水	6	98.2	3.7	98.2 $\pm$ 7.5
5	间二甲苯	地表水	6	97.1	3.9	97.1 $\pm$ 7.9
		工业废水	6	96.0	3.9	96.0 $\pm$ 7.7
		生活废水	6	97.3	5.8	97.3 $\pm$ 11.5
6	邻二甲苯	地表水	6	96.6	4.8	96.6 $\pm$ 9.6
		工业废水	6	94.2	2.1	94.2 $\pm$ 4.3
		生活废水	6	98.0	4.6	98.0 $\pm$ 9.2
7	苯乙烯	地表水	6	95.0	5.8	95.0 $\pm$ 11.6
		工业废水	6	94.7	2.4	94.7 $\pm$ 4.7
		生活废水	6	97.1	4.9	97.1 $\pm$ 9.8
8	异丙苯	地表水	6	94.0	5.1	94.0 $\pm$ 10.1
		工业废水	6	96.8	4.2	96.8 $\pm$ 8.3
		生活废水	6	98.5	4.5	98.5 $\pm$ 8.9
9	1,1-二氯乙烯	地表水	6	96.0	5.7	96.0 $\pm$ 11.4
		工业废水	6	94.6	4.8	94.6 $\pm$ 9.6
		生活废水	6	97.1	2.1	97.1 $\pm$ 4.2
10	1,2-二氯乙烷	地表水	6	96.9	6.7	96.9 $\pm$ 13.4
		工业废水	6	95.5	3.9	95.5 $\pm$ 7.7
		生活废水	6	95.0	3.7	95.0 $\pm$ 7.4
11	二氯甲烷	地表水	6	99.6	5.7	99.6 $\pm$ 11.4
		工业废水	6	96.5	5.6	96.5 $\pm$ 11.1
		生活废水	6	93.6	3.8	93.6 $\pm$ 7.6
12	反式-1,2-二氯乙烯	地表水	6	99.2	9.0	99.2 $\pm$ 18.0
		工业废水	6	96.6	5.1	96.6 $\pm$ 10.2
		生活废水	6	97.7	3.0	97.7 $\pm$ 6.0
13	六氯丁二烯	地表水	6	95.7	7.3	95.7 $\pm$ 14.5
		工业废水	6	93.5	2.8	93.5 $\pm$ 5.7
		生活废水	6	95.1	3.4	95.1 $\pm$ 6.9

序号	化合物名称	样品类型	测定次数	$\overline{P\%}$	$S_p^-$	$\overline{p\%} \pm 2S_p^-$
14	氯丁二烯	地表水	6	97.8	6.4	97.8±12.8
		工业废水	6	90.3	12.4	90.3±24.8
		生活废水	6	96.1	4.8	96.1±9.5
15	三氯甲烷	地表水	6	96.3	5.9	96.3±11.8
		工业废水	6	95.4	4.9	95.4±9.8
		生活废水	5	92.3	3.8	92.3±7.6
16	三氯乙烯	地表水	6	99.1	5.7	99.1±11.3
		工业废水	6	97.3	3.3	97.3±6.6
		生活废水	6	96.8	6.6	96.8±13.2
17	三溴甲烷	地表水	6	97.1	7.4	97.1±14.8
		工业废水	6	98.3	6.4	98.3±12.8
		生活废水	6	94.5	3.6	94.5±7.2
18	顺式-1,2-二氯乙烯	地表水	6	98.8	5.0	98.8±9.9
		工业废水	6	97.4	6.1	97.4±12.1
		生活废水	6	96.9	1.6	96.9±3.1
19	四氯化碳	地表水	6	96.3	9.5	96.3±19.0
		工业废水	6	94.8	7.0	94.8±14.0
		生活废水	6	94.6	3.7	94.6±7.3
20	四氯乙烯	地表水	6	96.9	6.5	96.9±12.9
		工业废水	6	97.2	5.8	97.2±11.6
		生活废水	6	95.6	2.9	95.6±5.7
21	环氧氯丙烷	地表水	6	101.5	5.0	101.5±10.1
		工业废水	6	100.4	4.3	100.4±8.7
		生活废水	6	92.6	5.4	92.6±10.8