

附件 15

《水质 硝基苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》
编制说明

(征求意见稿)

《水质 硝基苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》

标准编制组

二〇一三年八月

项目名称：水质 硝基苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法

项目统一编号：902

项目承担单位：天津市环境监测中心

编制组主要成员：魏恩棋 李利荣 吴宇峰 时庭锐 王艳丽 林冬

张肇元 杨华 郭鸿博

标准所技术管理负责人：戴天有、王宗爽

标准处项目管理负责人：雷晶、李月英

目 录

1 项目背景.....	2
1.1 任务来源.....	2
1.2 工作过程.....	2
2 标准制修订的必要性分析.....	2
2.1 标准被测对象（污染物项目）的环境危害.....	2
2.2 相关环保标准和环保工作的需要.....	3
2.3 污染物分析方法的最新进展.....	3
3 国内外相关分析方法研究.....	4
3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究.....	4
3.2 国内相关分析方法研究.....	5
4 标准制修订的基本原则和技术路线.....	7
4.1 标准制修订的基本原则.....	7
4.2 标准制修订的技术路线.....	7
5 方法研究报告.....	9
5.1 方法研究的目标.....	9
5.2 方法原理.....	9
5.3 试剂和材料.....	9
5.4 仪器和设备.....	12
5.5 净化及干扰的消除.....	14
5.6 样品.....	20
5.7 分析步骤.....	20
5.8 结果计算.....	26
5.9 质量保证和质量控制.....	27
6 方法验证.....	41
6.1 方法验证方案.....	41
6.2 方法验证过程.....	42
7 与开题报告的差异说明.....	43
8 参考文献.....	43
附件一 方法验证报告.....	45

《水质 硝基苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》编制说明

1 项目背景

1.1 任务来源

2008年2月原国家环境保护总局办公厅公布了《关于开展2008年度国家环境保护标准制修订项目工作的通知》（环办函[2008]44号），科技标准司向天津市环境监测中心下达了编制《水质 硝基苯类的测定 固相萃取/气相色谱质谱法》的项目计划书，项目统一编号为：902，由天津市环境监测中心承担《水质 硝基苯类化合物的测定 固相萃取/气相色谱质谱法》的制订工作。

1.2 工作过程

(1) 2008年2月任务下达后，天津市环境监测中心组成了标准编制组。标准编制组根据标准制修订项目计划的要求，收集国内、外关于气相色谱法测定硝基苯类化合物的研究现状、相关分析方法的资料。

(2) 2008年3月~2008年8月，制定了具体的技术路线和修订原则，由专业技术人员对方法进行条件试验，确定分析方法的最佳分析条件及质量保证和质量控制方法。

(3) 2008年9月~2008年10月，编写《水质硝基苯的测定 固相萃取/气相色谱质谱法》标准初稿和开题报告。

(4) 2010年1月召开了开题论证会，根据专家的意见，将方法名称修改为《水质 硝基苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》，增加了液液萃取的样品前处理方法，并增加了二硝基苯、2,6-二硝基甲苯、3,4-二硝基甲苯和2,4,6-三硝基甲苯的检测方法，同时扩大了方法的适用范围，增加了生活污水和海水的监测内容。技术人员根据方法要求对方法进行了进一步的补充试验，进一步完善了方法的质量保证和质量控制，在此基础上，并修改了方法文本和编制说明。

(5) 2010年2月~2011年5月根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2001）的要求，组织6家有资质的实验室进行方法的验证。

(6) 2011年7月汇总统计验证数据，编写《水质-硝基苯类化合物的测定 气相色谱/质谱法》的验证报告、标准文本征求意见稿及编制说明，并上报。

(7) 2013年5月，请两位专家对标准征求意见稿及其编制说明进行了函审，并按照专家意见进行了修改并重新上报标准司。

2 标准制修订的必要性分析

2.1 标准被测对象（污染物项目）的环境危害

硝基苯类化合物是硝基芳香族化合物的总称，是染料合成、油漆涂料、塑料、炸药、

医药及农药制造等的中间体，属高毒污染物，可经呼吸道、消化道和皮肤浸入人体。主要作用于血液、肝以及中枢神经系统，可使血红蛋白变为高铁血红蛋白，失去运输氧的能力，引起缺氧。水中存在的硝基苯类物质能够影响水体的自净能力。其中的硝基苯属持久毒性有机污染物，而氯代硝基苯是一种能导致突变、引发癌症、导致畸形的化学物质，在印染、农药等行业作为中间体；二硝基苯在水体中浓度达到 10mg/L 时，可造成鱼类及水生生物的死亡，极易燃、易爆，有剧毒，具有致癌性；三硝基甲苯带有爆炸性，是常用炸药成分之一，能引起亚急性中毒、慢性中毒，可引起白内障、中毒性肝炎，还能损坏造血系统，被怀疑具有致癌性；用于在生产过程中往往因转化不彻底而残留，随废物排放水中，从而造成对地表水和地下水的污染^[1]。因此对水体中硝基苯类化合物的监测具有重要的意义。

2.2 相关环保标准和环保工作的需要

国家在《地表水环境质量标准》(GB 3838-2002)^[2]中规定集中式生活饮用水地表水特定项目标准限值中规定：硝基苯为 0.017mg/L、二硝基苯为 0.5mg/L、2, 4-二硝基甲苯为 0.0003mg/L、硝基氯苯为 0.05mg/L、2, 4-二硝基氯苯为 0.5mg/L；《污水综合排放标准》(GB 8978-1996)^[3]中规定第二类污染物最高允许排放浓度硝基苯类为：一级标准 2.0mg/L、二级标准 3.0mg/L、三级标准 5.0mg/L；《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2006)^[4]中生活饮用水水质参考指标及限值规定硝基苯为 0.017 mg/L；《城镇污水处理厂污染物排放标准》(GB 19819-2002)^[5]中规定最高允许排放浓度(日均值)对-硝基氯苯 0.5mg/L、2, 4-二硝基氯苯 0.5 mg/L；《兵器工业水污染排放标准-火炸药》(GB 14470.1-2002)^[6]中，TNT(2,4,6 三硝基甲苯)的最低检出限值为 0.5mg/L、DNT(二硝基甲苯)的最低排放限值为 3.0mg/L。而现有方法标准《水质 硝基苯、硝基甲苯、硝基氯苯、二硝基甲苯的测定 气相色谱法》(GB 13194-91)^[7]中二硝基甲苯的最低检出浓度 0.3μg/L 虽能满足废水和污水的排放限值要求，但与 GB 3838-2002 要求的标准限值相等，无法满足集中式生活饮用水地表水特定项目标准限值要求。2013 年新发布的方法标准《水质 硝基苯类化合物的测定 液液萃取/固相萃取-气相色谱法》(HJ 648-2013)^[8]在检出限方面能满足目前管理的要求，但该方法是使用气相色谱 电子捕获检测器进行测定。由于质谱作为有机分析的检测器，其在定性方面具有其它气相色谱检测器无法比拟的优点，而目前我国关于多种硝基苯类化合物测定的气相色谱/质谱方法还是一个空白，有必要建立以质谱作为检测器的新测定方法。因此为贯彻《中华人民共和国环境保护法》^[9]和《中华人民共和国水污染防治法》^[10]，保护环境，保障人体健康，需要制订《水质-硝基苯类化合物的测定 气相色谱/质谱法》。

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，近年来国家在环境保护方面的投入不断增加，分析测试仪器设备不断完备，新的科技手段不断应用到监测工作中，而现有的分析方法有很大一部分存在着老化落后的问题，亟需开发新的检测分析方法以适应形势的需要。毛细管气相色谱法在有机污染物分析方面具有分析速度快、分辨率高、分离度好等优点，已经逐步应用到环境监测当中，大有取代填充柱色谱

法之势。固相萃取技术通过固体吸附剂提取样品，因其与液液萃取相比使用有机溶剂量少、回收率高，处理时间短、重现性好、富集倍数大、可处理较大或较小体积的样品等优点越来越多的被人们重视和使用。环境水样中被测物浓度一般较低，背景干扰大，使用固相萃取技术很容易富集水样中的痕量被测组分，降低分析方法检测限提高灵敏度，同时消除基体干扰对测定的影响，提高分析的准确度。该技术克服了传统液液萃取富集技术难以处理大体积样品及萃取过程中容易乳化等缺点，具有以下诸多优点：可以获得高的回收率和高富集倍数；减少了高纯有机溶剂的用量，减少了对环境的污染，同时减少了有机溶剂中的杂质对被测分析物的影响；无相分离操作，避免了乳化影响，易于收集分析物组分；操作简单、快速、易于实现自动化。由于气相色谱质谱在化合物定性方面具有气相色谱无可比拟的优点，并且随着质谱技术的发展，在化合物定性方面，气相色谱质谱的准确度又有很大的提高。因此使用固相萃取气相色谱质谱技术测定水中硝基苯类有机化合物可以提高测定的准确度和分析效率，减少试剂造成的二次污染，对于保护环境、保障人民健康，具有重要的意义。

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

国外对水中硝基苯类化合物的测定方法主要是气相色谱法测定方法，主要是美国 EPA 方法以及相关文献涉及较多。

EPA8091 Nitroaromatics and cyclic ketones by gas chromatography^[11]测定水和废水以及土壤中的硝基苯类和环酮类化合物，其中硝基苯类化合物种类较多，包括硝基苯、硝基甲苯、硝基氯苯、二硝基甲苯、二硝基氯苯、二氯硝基苯、三氯硝基苯、四氯硝基苯，水中硝基苯类用正己烷萃取，使用DB-5和1701毛细柱分离，ECD检测器检测，检出浓度可以达到ppb级；

EPA525.2 Determination of organic compounds in drinking water by liquid-solid extraction and capillary column gas chromatography/mass spectrometry^[12]用于饮用水、水源水或处理过程中的饮用水的检测，使用C18固相萃取柱或萃取膜萃取富集、二氯甲烷和乙酸乙酯洗脱、DB-5MS毛细柱分离、气相色谱/质谱监测，只有2, 4-二硝基甲苯和2, 6-二硝基甲苯的测定法；方法检出限为0.1-10 µg/L。

EPA526 Determination of selected semi-volatile organic compounds in drinking water by solid phase extraction and capillary column gas chromatography/mass spectrometry^[13]与EPA525.2相似，但只有硝基苯的测定法，使用DB-5MS毛细柱和气相色谱/质谱监测。

EPA8270C Semivolatile organic compounds by gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS)^[14]用于测定固废、土壤、气、水样的检测，包括了二硝基苯、2, 4-二硝基甲苯和2, 6-二硝基甲苯的测定；使用二氯甲烷萃取，DB-5MS 毛细柱或类似柱分离和气相色谱/质谱检测，地表水估计定量限约为 10 µg/L。

EPA609 Nitroaromatics and isophorone- Methods for organic chemical analysis of

municipal and industrial wastewater^[15]用于城市污水和工业废水的监测,使用二氯甲烷作为萃取溶剂、填充柱分离、气相色谱 FID 和 ECD 法测定,监测的硝基苯类化合物包括硝基苯、2, 4-二硝基甲苯和 2, 6-二硝基甲苯,方法检出限为 0.01-13.7 $\mu\text{g/L}$ 。

EPA625 Base/ neutrals and acids-Methods for organic organic chemical chemical analysis of municipal and industrial wastewater^[16]测定城市和工业废水中有机污染物,涉及到的硝基苯类化合物只有 2, 4-二硝基甲苯和 2, 6-二硝基甲苯,该方法使用二氯甲烷萃取,填充柱分离、气相色谱/质谱检测。方法检出限为 1.9-5.7 $\mu\text{g/L}$ 。

国际标准化组织(ISO)、美国材料与试验协会(ASTM)、日本标准化组织(JIS)以及欧盟方法对水中硝基苯类化合物气相色谱测定的方法原理与美国 EPA 方法类似。

从以上方法可以看出,分析水中硝基苯类化合物使用的方法基本采用液液萃取或固相萃取方法提取目标化合物,使用毛细管气相色谱柱进行分离,GC/ECD 或 GC/MS 法进行定性定量测定。本方法参照国外先进的分析测定技术,参考采用美国 EPA 最新的分析方法,对原国标方法进行修改,使水中硝基苯类的分析方法能达到国际先进水平,以适应当前检测工作的需要。

3.2 国内相关分析方法研究

目前国内测定水中硝基苯类化合物使用液液萃取方法处理水样是较常用的方法,固相萃取法处理水样及毛细管色谱柱分离气相色谱法硝基苯类化合物的标准分析方法还不很完备。测定水样中硝基苯类化合物主要采用《水质 硝基苯、硝基甲苯、硝基氯苯、二硝基甲苯的测定 气相色谱法》GB13194-1991、《生活饮用水标准检测检验方法》GB/T5750.8-2006^[17]、《水质 硝基苯类化合物的测定 气相色谱法》HJ592-2010^[18]、《水质 梯恩梯 黑索金 地恩梯的测定 气相色谱法》GB/T1394-1992^[19]、水利部行业标准《水中有机物分析方法 痕量硝基苯类化合物的测定树脂吸附/气相色谱法》SL/T273.1-2001^[20]、《水和废水监测分析方法(第四版)》^[21]以及新发布的标准方法《水质 硝基苯类化合物的测定 液液萃取/固相萃取-气相色谱法》(HJ 648-2013)^[8]规定的方法。

GB13194-1991 测定地表水、工业废水和地下水中硝基苯、硝基甲苯、硝基氯苯、二硝基甲苯(2, 6-DNT、2, 5-DNT、2, 4-DNT)和 2, 4-二硝基氯苯,使用苯溶剂直接萃取或蒸馏-苯萃取,玻璃填充柱分离,ECD 检测器分析测定。方法检出限为:一硝基苯类为 0.2 $\mu\text{g/L}$ 、DNT 类为 0.3 $\mu\text{g/L}$ 。所分析的化合物不能满足《地表水环境质量标准》(GB 3838-2002)中规定集中式生活饮用水地表水特定项目标准限值的要求:缺少对二硝基苯类的检测,方法检出限中 2, 4-二硝基甲苯与标准限制相等不能满足监测的要求。

GB/T5057.8-2006 测定生活饮用水及其水源水中硝基苯、三硝基甲苯、二硝基苯、硝基氯苯和 2, 4-二硝基氯苯。测定原理硝基苯:用硫酸酸化,用苯萃取,电子捕获检测器测定;三硝基甲苯:在酸性介质中经二氯甲烷萃取浓缩后,用带氢火焰检测器的气相色谱仪测定;二硝基苯、硝基氯苯和二硝基氯苯用苯与乙酸乙酯混合溶剂或 GDX502 聚二乙烯基苯多孔小球吸附、浓缩,用电子捕获检测器测定。方法检出限为:硝基苯 0.5 $\mu\text{g/L}$ 、三硝基甲苯

0.4mg/L、二硝基苯 0.04-0.1 μ g/L、硝基氯苯 0.02 μ g/L 和 2, 4-二硝基氯苯 0.1 μ g/L。

HJ592-2010 是对《工业废水 总硝基化合物的测定 气相色谱法》(4919-85)的修改,测定范围为工业废水和生活污水,测定的化合物为硝基苯、(对、间、邻)-硝基甲苯、2,4-二硝基甲苯、2,6-二硝基甲苯、2,4,6-三硝基甲苯、1,3,5-三硝基苯和 2,4,6-三硝基苯甲酸共十种化合物,用二氯甲烷萃取水中硝基苯类化合物萃取液经脱水 and 浓缩后,用氢火焰离子化检测器测定,2,4,6-三硝基苯甲酸的测定方法是将二氯甲烷萃取后的水样进行加热,再用二氯甲烷萃取。方法检出限为 0.002-0.003mg/L。

HJ 648-2013 是对《水质 硝基苯、硝基甲苯、硝基氯苯、二硝基甲苯的测定气相色谱法》(GB13194-91)的修订。适用于地表水、地下水、工业废水、生活污水和海水中 15 种硝基苯类化合物的液液萃取和固相萃取法气相色谱测定方法。15 种硝基苯类化合物包括硝基苯、对-硝基甲苯、间-硝基甲苯、邻-硝基甲苯、对-硝基氯苯、间-硝基氯苯、邻-硝基氯苯、对-二硝基苯、间-二硝基苯、邻-二硝基苯、2,4-二硝基甲苯(2,4-DNT)、2,6-二硝基甲苯(2,6-DNT)、3,4-二硝基甲苯(3,4-DNT)、2,4-二硝基氯苯、2,4,6-三硝基甲苯(2,4,6-TNT)。当液液萃取法取样量为 200ml,固相萃取法取样量为 1.0L 时,液液萃取方法检出限为 0.017 μ g/L~0.22 μ g/L,固相萃取方法检出限为 0.0032 μ g/L~0.048 μ g/L。

SL/T273.1-2001 适用于地表水、地下水及饮用水中痕量硝基苯类化合物,包括硝基苯、硝基甲苯、硝基氯苯、二硝基甲苯、二硝基氯苯,采用 GDX502 固相萃取富集、苯溶剂洗脱、毛细柱分离的气相色谱测定方法。本方法检出限为硝基苯: 0.010 μ g/L、硝基甲苯 0.015 μ g/L、硝基氯苯 0.002 μ g/L、二硝基甲苯 0.005 μ g/L、二硝基氯苯 0.004 μ g/L。

《水和废水监测分析方法(第四版)》均采用的是用溶剂苯进行液液萃取,《水和废水监测分析方法(第四版)》还包括用 GDX502 固相萃取富集、苯溶剂洗脱,测定化合物包括硝基苯、(对、间、邻)-硝基甲苯、(对、间、邻)-硝基乙苯、对硝基氯苯、2,4-二硝基甲苯、2,6-二硝基甲苯、2,4-二硝基氯苯、2,5-二硝基氯苯,方法检出限为 0.12-0.36 μ g/L 以上三个方法均采用填充柱进行分离,带电子捕获检测器的气相色谱仪测定;

由以上分析标准及方法可见测定水中硝基苯类化合物的方法中分别存在着使用填充柱分离度低、柱效能差等缺点;使用苯作为萃取溶剂,苯属致癌物,且使用苯作为溶剂容易造成二次污染;检出限高;单纯使用液液萃取难以萃取富集大体积水样、溶剂用量大等缺点;测定过程质量控制措施不够全面等,不能适应当前监测工作的需要。另外对于硝基苯类化合物检测项目要求较多地标准,同一个标准很难同时满足要求。因此这几种方法急需改进以适合当前环保监测的发展。

国内还见其它有关硝基苯类的测定方法^[22-39],如刘云等在《环境化学》2005 年 24 卷上发表的地表水中微量氯代芳烃和硝基芳烃化合物的分析方法;刘杏恋等在《分析化学》1995 年 23 卷发表的 2, 4-二硝基苯的化学发光分析研究;刘思东等在《分析测试学报》1998 年 17 卷发表的人工神经网络-伏安分析法同时测定邻、间、对硝基苯;张春雷,曹秋,颜慧在《环境科学与管理》2010 年 35 卷发表毛细管柱气相色谱法测定水中 12 种硝基苯类化

合物；张蓓蓓等在《环境监控与预警》2010年2卷发表SPE-GC-ECD法测定水体中五种硝基苯类化合物；龙素群等在《环境化学》2009年28卷发表对水中硝基苯类固相萃取效率的研究等。但这些方法总体来说无论是所选择的前处理方法、所测定的化合物种类还是仪器的状况和分析条件都还不很完备，需要进行深入的研究。

本研究选择目前技术成熟先进的固相萃取技术结合传统的液液萃取技术萃取水样，选用分离度更好、柱效能更高的毛细管色谱柱取代已经被逐步淘汰的填充柱进行分离，选用更加安全的萃取溶剂取代毒性较强的苯溶剂，使用定性更加准确的质谱检测器进行定性和定量分析，选用合适的色谱柱和色谱分离条件和质谱条件同时分析测定15种硝基苯类化合物，同时加强质量控制和质量保证，使该方法能够在保证稳定、可靠、实用的基础上，达到国际先进水平，以适应我国监测工作的需要。

4 标准制修订的基本原则和技术路线

4.1 标准制修订的基本原则

(1) 本标准编制时参考国外最新的方法技术^[10-13]，又考虑国内现有的监测机构的能力和实际情况，确保方法标准的环境友好性、人员安全性以及科学性、先进性、普遍适用性和可操作性。

(2) 保证所编制的方法检出限和测定范围能满足相关环保标准和环保工作的要求，方法能满足各项方法特性的要求，经过验证确保方法的准确可靠。

(3) 方法操作简便可行，易于推广使用。

4.2 标准制修订的技术路线

本标准的制定着重从样品的适用范围、前处理方法、色谱条件、数据处理及质量保证和质量控制几个方面进行研究，力求使修订后的标准具有科学性、先进性、普遍适用性和可操作性，易于推广，并符合当前分析技术的发展趋势。制定的标准方法过程中存在的关键技术问题有：使用液液萃取和固相萃取两种技术分别预处理水样，扩大样品前处理方法的选择范围；液液萃取使用的萃取溶剂的应选择毒性相对较小同时萃取效率相对较高的溶剂；对于固相萃取法选择合适的固相萃取柱是方法可行的第一步，目前用作固相萃取的填料种类很多，选择一种或几种对于测定硝基苯类最佳的填料尤为重要；固相萃取条件的选择包括合适的样品性质、最佳的上样量、上样速度、洗脱溶剂、洗脱溶剂以及对萃取液的浓缩方法和条件的选择优化；选择适用的色谱柱类型和色谱分析条件以保证高灵敏度、高分离度和低检出限；标准编制过程中侧重于从采样、提取、净化、仪器分析到数据处理整个过程的质量保证和质量控制。通过设计并实施合理的实验方案，优化选择出最佳的实验条件，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，并上报提交相关资料报批。该方法建立后将填补我国在使用液液萃取和固相萃取处理水样、用气相色谱质谱定性定量测定15种硝基苯类化合物的方法空白，为水中硝基苯类化合物的监测提供一种科学、高效、方便、实用的监测方法。该方法技术路线图见下图1。

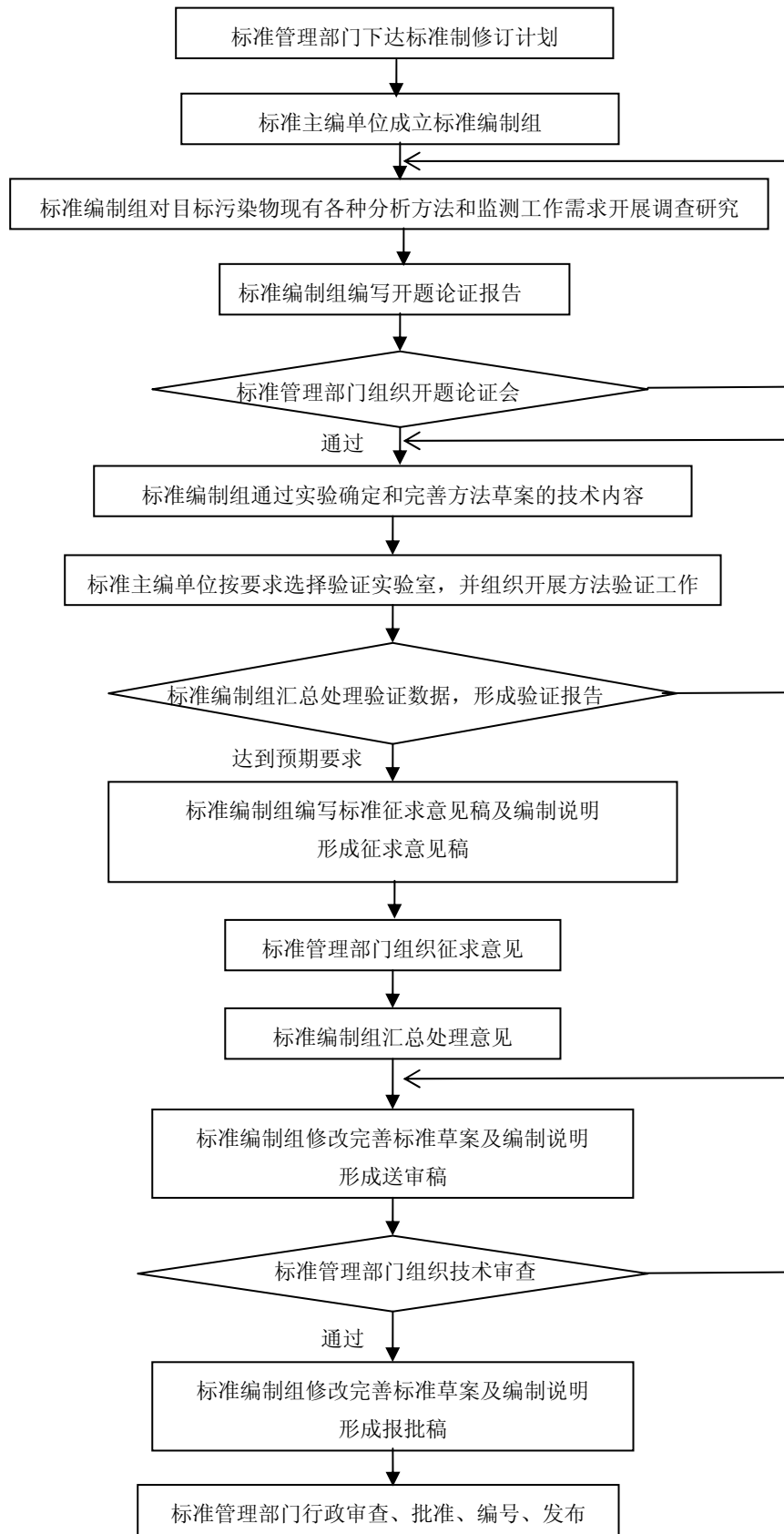


图 1 《水质 硝基苯类化合物的测定 气相色谱/质谱法》制定技术路线图

5 方法研究报告

5.1 方法研究的目标

本标准适用于地表水、地下水、工业废水、生活污水和海水样品中硝基苯类化合物的测定。本标准中硝基苯类化合物包括硝基苯、对-硝基甲苯、间-硝基甲苯、邻-硝基甲苯、对-硝基氯苯、间-硝基氯苯、邻-硝基氯苯、对-二硝基苯、间-二硝基苯、邻-二硝基苯、2, 4-二硝基甲苯 (2, 4-DNT)、2, 6-二硝基甲苯 (2, 6-DNT)、3, 4-二硝基甲苯 (3, 4-DNT)、2, 4-二硝基氯苯、2, 4, 6-三硝基甲苯。

方法的检出限、测定范围、精密度 (如相对标准偏差)、准确度 (如方法加标回收率) 等能够满足现行环保工作的要求。

5.2 方法原理

液液萃取：用二氯甲烷萃取水样中硝基苯类化合物，萃取液经脱水、净化、浓缩、定容后进行气相色谱-质谱分析。

固相萃取：用 C18 固相萃取吸附剂吸附富集水样中痕量的硝基苯类化合物，然后用二氯甲烷溶剂洗脱，经脱水、净化、浓缩、定容后进行气相色谱-质谱分析。

萃取液注入气相色谱仪，用石英毛细管柱将目标化合物分离，用质谱检测器测定。以选择离子方式采集数据，以保留时间和目标化合物的主要离子的荷质及其 2-3 个主要碎片离子峰的绝对丰度与分子离子峰的 (或定量目标离子峰) 绝对丰度的百分比与标准品吻合度 (如不超过 ±15%) 来定性，用内标法定量。

5.3 试剂和材料

5.3.1 固相萃取法处理水样所需试剂和材料：

由于固相萃取的原理是用吸附剂吸附富集水中的待测组分，因此选择合适的固相萃取柱是建立固相萃取法的关键，根据被分析物的种类以及被测水样的特点，主要从 SPE 的构型及其中装填的吸附剂两方面选择合适的固相萃取柱。

(1) 固相萃取构型的选择

固相萃取柱的特点是价低、易于装填，缺点是当有液流通过时易产生沟流现象，从而降低传质效率，使得固相萃取时加样流速不能过大，否则会引起效率的降低，得到较低的回收率。而固相萃取盘的横截面积大萃取效率高，从而可增大了萃取容量和萃取流速，特别适合萃取富集大体积水样中痕量被测组分。其缺点是自己装填困难，而商品化产品价格较高。对比固相萃取柱和固相萃取盘各自的特点，选择固相萃取柱更经济实用。

(2) 固相萃取吸附剂的选择

考虑到该方法是从极性的水样中萃取弱极性的硝基苯类化合物，根据相似相容原理，因此应选择反相固相萃取吸附剂，它是使用非极性的疏水性的固定相从极性的样品溶液如水样

中萃取非极性或弱极性的分析物，定量萃取分析物质，再用少量有机溶剂将分析物从固定相上洗脱下来进行测定。选择了 Agilent ODS-C₁₈, Waters Oasis HLB, Agilent Phenyl, GDX502, GDX501, GDX401, GDX101, GDX103 及活性炭固相萃取柱，硝基苯模拟水样浓度为 5.00 μ g/L，以 10ml/min 的上样速度萃取水样，用二氯甲烷洗脱，按实验分析步骤进行回收率分析，每个小柱作 5 次平行分析测试，结果发现由于活性炭具有良好的吸附性，但解析困难，回收率低于 50%，因此活性炭柱不适合作为该有机化合物的固相萃取柱。Agilent-Phenyl 柱对硝基苯的回收率为低于 50%，对其它几种标样的回收率可达 80-105%，因此只适合作为除硝基苯外的其它几种硝基苯类化合物的萃取柱。其余几种固相萃取柱的萃取回收率均可达 80~105%。另外从试样数据中发现 C₁₈、Oasis HLB 和 GDX502 回收率最高，可用于硝基苯类化合物的固相萃取。但考虑到 GDX502 萃取柱未商品化，自己填柱净化处理步骤繁琐、耗时长，Oasis HLB 相对 C₁₈ 费用较高，本试验选择商品化的 C₁₈ 柱作为硝基苯类化合物的固相萃取柱。

表 1 各种固相萃取吸附剂对加标模拟水样的回收率比较 平均回收率：%；n=6

化合物	ODS C18	Oasis HLB	Phenyl	GDX 502	GDX 501	GDX 401	GDX 101	GDX 103
硝基苯	98.5	97.2	47.2	99.3	92.5	90.6	92.3	92.2
硝基甲苯	102	99.5	93.3	105	95.7	93.4	90.6	94.6
硝基氯苯	94.7	101	90.2	102	93.9	92.7	91.5	99.6
二硝基苯	98.3	95.1	92.5	97.7	91.8	93.4	89.2	92.0
二硝基甲苯	97.9	96.8	91.0	95.1	94.6	98.1	84.3	91.7
二硝基氯苯	94.9	96.4	93.6	101	92.5	90.9	92.6	90.6
2,4,6-三硝基甲苯	95.2	93.5	91.7	97.6	96.2	94.9	92.5	91.5

(3) 固相萃取洗脱溶剂的选择：

由于苯的毒性较大，考虑是否有毒性小于苯并且萃取效果可以满足现行分析要求的溶剂，因此分别选择甲苯、正己烷、环己烷、二氯甲烷四种洗脱以及分别与丙酮组成的混合溶剂（75:25，V/V），分别洗脱由空白水样加标配制成的浓度分别为 5.00 μ g/L 的硝基苯类空白加标模拟水样，取 1000ml 模拟水样，以 10ml/min 的上样速度萃取富集水样，按照样品测试方法测定，洗脱液定容至 10.0ml，每种洗脱溶剂平行测定 6 次，其回收率见表 2。

表 2 不同洗脱溶剂洗脱效率对比 平均回收率：%；n=6

化合物	甲苯	正己烷	正己烷 /丙酮	环己烷	环己烷 /丙酮	二氯甲烷	二氯甲烷/ 丙酮
硝基苯	94.7	73.7	94.5	72.2	91.1	92.7	93.3

对-硝基甲苯	97.3	67.1	92.8	92.7	96.5	94.1	95.6
间-硝基甲苯	96.9	58.4	95.2	94.1	95.2	95.3	94.5
邻-硝基甲苯	99.9	77.9	95.5	93.3	94.8	94.8	96.5
对-硝基氯苯	95.2	97.8	99.3	98.7	94.3	99.3	98.3
间-硝基氯苯	97.6	98.7	98.9	99.2	96.2	97.7	97.6
邻-硝基氯苯	98.1	69.5	101	98.6	95.5	98.6	98.4
1,4-二硝基苯	91.4	28.1	92.6	53.1	80.7	94.9	94.0
1,3-二硝基苯	93.5	21.6	94.3	48.7	83.3	95.0	92.2
1,2-二硝基苯	92.8	23.3	94.7	42.9	81.6	93.3	92.6
2,6-二硝基甲苯	93.4	27.2	96.9	50.5	90.8	95.1	93.8
2,4-二硝基甲苯	92.7	34.3	97.5	58.2	92.4	92.2	94.1
3,4-二硝基甲苯	94.6	29.2	95.6	53.4	93.2	93.6	92.6
2,4-二硝基氯苯	93.5	31.5	93.8	59.3	91.8	94.1	93.5
2,4,6-三硝基甲苯	94.1	27.0	92.9	61.7	90.6	93.0	92.7

由以上四种洗脱溶剂对相同浓度、相同体积、在相同洗脱条件下萃取回收率可见溶剂甲苯对各硝基苯类化合物的洗脱效率都很好，在 91.4%~99.9%之间；正己烷由于极性小，对硝基苯和硝基氯苯回收率尚可，在 21.6%~98.7%之间，对其它硝基苯类化合物的洗脱效率都较低甚至很难洗脱下来；环己烷对硝基甲苯和硝基氯苯的回收率可以达到甲苯的萃取效率，在 93.3%~99.2%之间，而对其他化合物的萃取效率都不如甲苯，对硝基苯的洗脱效率在 70%以上，因此如果目标化合物为硝基苯、硝基甲苯和硝基氯苯可以考虑使用正己烷作为洗脱溶剂，但对二硝基苯类、二硝基甲苯类、二硝基氯苯以及三硝基甲苯的洗脱效率较低，不适合作为其洗脱溶剂；在正己烷和环己烷中分别加入丙酮配制成浓度比为 75:25, V/V, 二硝基苯类和三硝基甲苯的洗脱效率明显提高，分别为 92.9~101%和 81.6~96.5%之间，基本可以达到与甲苯相同的洗脱效率；二氯甲烷作为洗脱溶剂其回收率为 92.7~99.3%，仅次于甲苯溶剂。二氯甲烷中加入丙酮，对回收率没有明显的影响。考虑到甲苯的毒性较大，正己烷和丙酮配比回收虽高，但步骤繁琐，因此选择二氯甲烷作为洗脱溶剂。

5.3.2 液液萃取法处理水样所需试剂和材料：

选择合适的萃取溶剂对液液萃取的萃取效率起着至关重要的作用。苯作为硝基苯类的萃取溶剂，其萃取效率非常高，但苯的毒性非常强，世界卫生组织在 1993 年将苯定为一类人类致癌物，因此选择一种能够替代而萃取效率不低于苯的萃取溶剂具有非常重要的实用意义。本试验分别选择甲苯、正己烷、正己烷：乙酸乙酯(3: 1, V/V)、环己烷、二氯甲烷五种萃取溶剂，分别萃取由空白水样加标配制成的浓度分别为 5.00 $\mu\text{g/L}$ 的硝基苯类空白加标模拟水样，取 1000ml 模拟水样，用 50ml 溶剂萃取富集水样，按照样品测试方法萃取测定，萃取液定容至 10.0ml，每种萃取溶剂平行测定 6 次，其回收率见表 3。

表 3 不同萃取溶剂萃取效率对比 平均回收率：%；n=6

化合物	甲苯	正己烷	正己烷: 乙酸乙酯 (3: 1, V/V)	环己烷	二氯甲烷
硝基苯	96.3	69.2	73.8	80.9	94.5
对-硝基甲苯	98.8	99.0	97.3	99.9	98.3
间-硝基甲苯	100	97.3	95.1	97.4	97.6
邻-硝基甲苯	99.5	97.7	98.2	98.5	96.9
对-硝基氯苯	98.7	98.3	94.2	96.1	97.8
间-硝基氯苯	97.1	96.8	96.6	98.3	98.3
邻-硝基氯苯	99.6	85.4	96.2	97.4	100
1,4-二硝基苯	93.5	48.1	52.8	68.2	92.8
1,3-二硝基苯	94.8	51.6	48.8	62.5	90.9
1,2-二硝基苯	93.6	43.3	50.7	57.4	93.1
2,6-二硝基甲苯	95.7	57.2	60.5	62.9	92.2
2,4-二硝基甲苯	92.6	54.3	54.4	67.0	94.3
3,4-二硝基甲苯	94.5	59.2	59.9	70.8	93.1
2,4-二硝基氯苯	93.5	61.5	55.7	72.7	96.2
2,4,6-三硝基甲苯	92.2	57.0	57.8	66.8	92.6

由以上四种萃取溶剂对相同浓度、相同体积的模拟加标水样、在相同萃取条件下萃取测定得回收率可见，溶剂甲苯对硝基苯、硝基甲苯、硝基氯苯、二硝基苯、二硝基甲苯和二硝基氯苯的萃取效率都很好，在 92.2~100%之间；正己烷的回收率在 43.3~99.0%之间，对硝基甲苯和硝基氯苯的回收率可以达到甲苯的萃取效率，而对其他化合物的萃取效率都不如甲苯，对硝基苯的萃取效率在 70%以上，因此如果目标化合物为硝基苯、硝基甲苯和硝基氯苯可以考虑使用正己烷作为萃取溶剂；环己烷对硝基苯和二硝基苯的萃取效率可达 70%以上，其他化合物可以达到与苯相同的萃取效率；正己烷: 乙酸乙酯(3: 1, V/V)萃取效率少低于环己烷。二氯甲烷作为萃取溶剂其回收率仅次于甲苯溶剂，回收率均在 80~100%之间。因此选择二氯甲烷作为液液萃取的萃取溶剂。

5.4 仪器和设备

分别选择了 HP-1(60m×0.32mm×1.0μm)100%聚硅氧烷柱、DB-35MS (30m×0.32mm×1.0μm) 35%二甲基聚硅氧烷柱、HP INNOWAX (30m×0.25mm×0.5μm) 聚乙二醇柱对 9 种硝基苯类标准溶液进行分离测定，色谱条件为：载气流速：1.0ml/min。色谱柱温度：60℃ (0min) , 10℃/min 升温到 200℃ (0min) , 15℃/min 升温到 250℃ (0min)。进样口温度：250℃。检测器温度：280℃。分流进样,分流比为 5:1。进样量：1.0μl。质谱条件为：传输线温度 280℃。离子源温度：250℃。电子轰击源，电离能量 70eV。扫描方式：SIM；扫描范围：40~500amu，扫描速度：1.66scans/sec。

发现除 HP INNOWAX 柱对 2, 4-二硝基氯苯及二硝基甲苯响应较低外, 其它色谱柱 (包括 HP INNOWAX 柱) 对于除 2, 4-二硝基甲苯和 2, 4-二硝基氯苯外的其它化合物通过分离条件的优化, 都能获得较好的色谱峰形、分离度和精密度, 分离度均可大于 1.5, HP-1 柱总体来讲好于其它色谱柱。

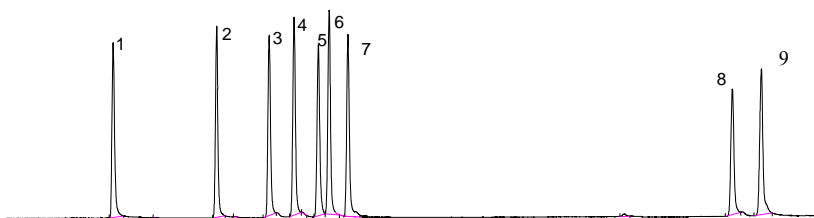


图 2. 硝基苯类化合物在 HP-1 柱上的标准色谱图

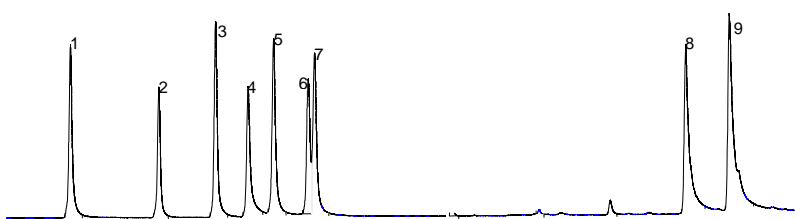


图 3. 硝基苯类化合物在 DB-35 柱上的标准色谱图

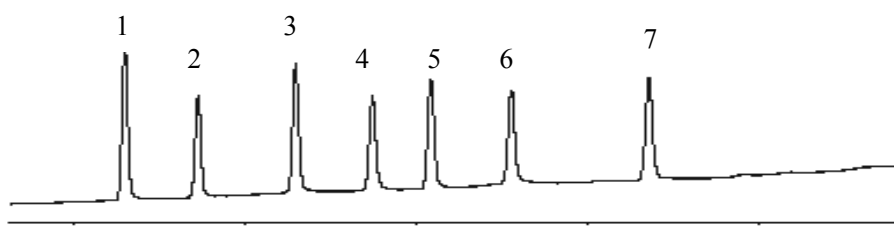
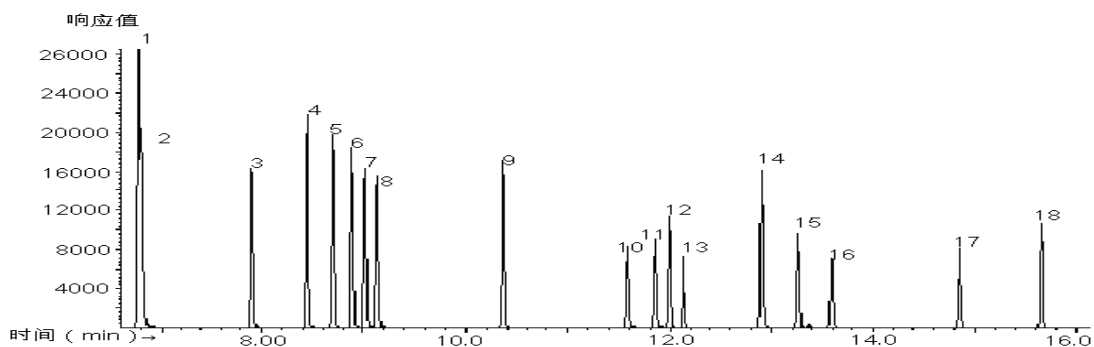


图 4. 硝基苯类化合物在 HP INNOWAX 柱上的标准色谱图

注: 以上三图中数字表示 1——硝基苯; 2——邻-硝基甲苯; 3——间-硝基甲苯; 4——对-硝基甲苯; 5——间-硝基氯苯; 6——对-硝基氯苯; 7——邻-硝基氯苯; 8——2, 4-二硝基甲苯; 9——2, 4-二硝基氯苯

通过 9 种硝基苯类化合物的色谱图可见 HP-1 柱对分离硝基苯类化合物具有较好的分离度, 因此选择 HP-1 柱为分离柱, 15 种硝基苯类化合物以及 1 种内标物和 2 种替代物 (ss) 在 HP-1 柱上的色谱图见下图 5。



1——硝基苯-D₅; 2——硝基苯; 3——邻-硝基甲苯; 4——间-硝基甲苯; 5——对-硝基甲苯; 6——间-硝基氯苯; 7——对-硝基氯苯; 8——邻-硝基氯苯; 9——1-溴-2-硝基苯(SS); 10——对-二硝基苯; 11——间-二硝基苯; 12——2, 6-二硝基甲苯; 13——邻-二硝基苯; 14——2, 4-二硝基甲苯; 15——2, 4-二硝基氯苯; 16——3, 4-二硝基甲苯; 17——2, 4, 6-三硝基甲苯; 18——五氯硝苯(SS)

图 5 硝基苯类化合物在 HP-1 柱上的总离子流图

5.5 净化及干扰的消除

5.5.1 提取液的净化

对于背景干扰高的废水或污水样, 其提取液常常需进行净化处理。常用的净化方法是用佛罗里硅土或硅胶小柱进行净化。硝基苯类化合物属于极性化合物, 常用溶剂极性强度顺序: 丙酮(ACT)>乙酸乙酯(EA)>二氯甲烷(DCM)>己烷 (HEX), 通过调整不同溶剂的不同配比可以调整洗脱溶剂的极性。

分别使用二氯甲烷体系和正己烷体系以及由正己烷和二氯甲烷分别配比而成的混合溶液分别活化和淋洗佛罗里萃取柱和硅胶柱(均为 1000mg, 6ml 规格)进行净化测试。

(1) 净化方法

模拟提取液的制备: 向 2ml 正己烷中加入硝基苯类标准溶液 1.00 μg , 配制成浓度为 0.5 $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ 的模拟提取液。

净化柱的活化: 用 10ml 配置好的混合淋洗液和 10ml 正己烷分别淋洗对应的净化柱, 待柱上留有 1ml 淋洗溶剂时准备上样。

模拟提取液的净化洗脱: 将模拟提取液或实际样品提取液转移至已活化的小柱中, 并用一定体积的混合淋洗溶剂以 2ml $\cdot\text{min}^{-1}$ 的速度洗脱样品, 分别收集 10 ml、15 ml 洗脱液于接收管中。将洗脱液用自动浓缩仪浓缩至小于 1.0ml, 加入 5.0 μl 浓度为 100 $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ 的内标溶液, 分别用二氯甲烷或正己烷定容至 1.0 ml, 供 GC/MS 分析用, 进样量为 1.0 μl 。

(2) 结果与讨论

佛罗里硅土柱净化实验结果显示二氯甲烷体系的淋洗液在用量 10 ml 的情况下, 二氯甲烷: 正己烷=1:9,V:V 配比的淋洗溶剂只有硝基苯、硝基甲苯和硝基氯苯的回收率较好在 77.1%~112%之间, 其它几种硝基苯类化合物几乎不能被洗脱, 另用 5 ml 洗脱液对洗脱过的净化柱进行洗脱, 测定各硝基苯类化合物的含量, 均未检出, 因此这种配比的淋洗溶剂可以作为除硝基苯、硝基甲苯和硝基氯苯外其它硝基苯类化合物测定的淋洗溶剂。其它几种配比的淋洗溶剂都与单纯二氯甲烷的淋洗效果相似, 回收率在 78.4%~112%之间, 另用 5 ml 洗脱液对洗脱过的净化柱进行洗脱, 测定各硝基苯类化合物的含量, 均未检出, 因此可以选择 10ml 作为淋洗体积。丙酮与乙酸乙酯分别于二氯甲烷对比对硝基苯类洗脱效果相似, 可以互相替代。因此可以选择二氯甲烷、正己烷:二氯甲烷 = 1:9 (v,v)、丙酮:二氯甲烷=1:9 (v,v) 或丙酮:二氯甲烷 = 1:1 (v,v) 以及乙酸乙酯代替丙酮与二氯甲烷相同配比溶剂均可作为淋洗溶剂。具体回收率结果见表 4。

表 5 二氯甲烷体系淋洗溶剂对佛罗里柱净化回收率 (%)

化合物	DCM	HEX: DCM = 1:9	HEX: DCM = 9:1	ACT: DCM = 1: 9	ACT: DCM = 1: 1	EA: DCM = 1: 9	EA: DCM = 1: 1
NB	100	100	102	106	102	101	87.9
o-NT	104	104	112	103	107	100	79.2
p-NT	105	101	87.5	102	104	99.2	101
m-NT	100	96.8	77.1	97.8	95.2	97.6	97.1
m-NCLB	94.3	94.2	94.9	93.3	106	97.9	95.2
p-NCLB	101	101	95.6	101	99.8	103	89.8
o-NCLB	98	97	91.4	98.5	97.5	95.5	105
p-DNB	107	111	0	111	93.7	101	99.9
m-DNB	109	101	0	109	95.2	99.3	102
2,6-DNT	100	99.9	0	98.7	97.7	104	95.1
o-DNB	107	98.5	0	97.4	103	101	97.5
2,4-DNT	109	101	0	104	101	98.7	103
2,4-DNCLB	105	110	0	112	98.3	107	78.4
3,4-DNT	94.2	97.6	0	97.2	96.6	98.3	96.5
2, 4, 6-TNT	96.3	95.1	0	96.5	98.6	93.4	90.6

对于正己烷体系的淋洗溶剂，正己烷属非极性溶剂，对硝基苯类的洗脱回收率都非常低在 0~24.0%之间，可以作为二硝基苯、二硝基甲苯、二硝基氯苯和三硝基甲苯测定的淋洗溶剂。正己烷中加入 10%的丙酮后，由于丙酮的极性较强，淋洗液的极性变大，回收率达到 60.4%~103%，除邻-二硝基苯回收率较低外，对大多数硝基苯类化合物的回收都在 80%以上，增加丙酮用量邻-二硝基苯回收率得到提高。另用 5 ml 洗脱液对洗脱过的净化柱进行洗脱，测定各硝基苯类化合物的含量，均未检出，因此选择 10ml 作为的淋洗溶剂用量。乙酸乙酯和正己烷配比与丙酮和正己烷配比效果相似，可以互相替代。因此可以选择丙酮:正己烷=1:9 (v,v)、丙酮:正己烷=1:3 (v,v)、丙酮:正己烷=1:1 (v,v)、或乙酸乙酯代替丙酮与正己烷的相同配比混合溶解均可作为硝基苯类的洗脱溶剂。具体回收率结果见表 5。

表 5 正己烷体系淋洗溶剂对佛罗里柱净化回收率 (%)

化合物	HEX	ACT:HEX= 1: 9	ACT:HEX= 1:3	ACT:HEX= 1:1	EA:HEX= 1:9	EA:HEX= 1:1
NB	14.3	99.3	97.0	105	110	112
o-NT	20.8	102	104	93.2	102	89.6
p-NT	15.3	94.8	101	88.5	93.5	98.1
m-NT	11.1	92.9	101	103	106	92.7
m-NCLB	24.0	90.6	93.9	78.9	88.6	83.8

p-NCLB	21.5	97.3	98.5	92.5	89.3	104
o-NCLB	20.0	92.3	92.5	90.7	114	97.3
p-DNB	0	103	104	101	99.6	103
m-DNB	0	104	106	101	102.0	97.3
2,6-DNT	9.6	93.2	98.9	99.2	89.7	93.2
o-DNB	0	60.4	91.7	92.1	80.9	91.7
2,4-DNT	3.0	98.5	100	92.7	101	86.4
2,4-DNCLB	0	101	107	103	100	103
3,4-DNT	0	80.9	103	98.8	84.5	93.7
2, 4, 6-TNT	0	87.5	99.9	94.9	86.2	91.7

硅胶净化实验结果显示二氯甲烷体系的淋洗液的回收率与佛罗里硅土淋洗结果相似,在用量 10 ml 的情况下,二氯甲烷:正己烷=1:9 配比的淋洗溶剂只有硝基苯、硝基甲苯和硝基氯苯的回收率较好在 78.2%~90.4%之间,其它几种硝基苯类化合物几乎不能被洗脱,增加洗脱液用量为 15 ml 仍然不能洗脱下来,其它几种配比的淋洗溶剂都与单纯二氯甲烷的淋洗效果相似,回收率在 70.3%~111%之间。另用 5 ml 洗脱液对洗脱过的净化柱进行洗脱,测定各硝基苯类化合物的含量,均未检出,因此选择 10ml 作为的淋洗溶剂用量。丙酮与乙酸乙酯分别于二氯甲烷对比对硝基苯类洗脱效果相似,可以互相替代。因此选择二氯甲烷、正己烷:二氯甲烷 = 1:9 (v,v)、丙酮:二氯甲烷=1:9 (v,v) 或丙酮:二氯甲烷 = 1:1 (v,v) 以及乙酸乙酯代替丙酮与二氯甲烷相同配比溶剂均可作为淋洗溶剂。具体回收率结果见表 6。

表 6 二氯甲烷体系淋洗溶剂对硅胶柱净化回收率 (%)

化合物	DCM	ACT: DCM = 1:9	ACT: DCM = 1:1	EA: DCM = 1:9	EA: DCM = 1:1	DCM: HEX = 1:9
NB	111	97.4	95.4	93.6	91.1	86.4
o-NT	102	96.4	103.0	85.6	93.5	89.0
p-NT	99.1	94.3	80.9	96.4	98.2	88.9
m-NT	104	106	106	88.5	96.5	86.9
m-NCLB	109	93.2	95.5	85.9	101	78.2
p-NCLB	99.2	94.2	94.5	102	99.4	83.6
o-NCLB	99.4	96.1	87.6	81.6	92.7	90.4
p-DNB	95.1	110	70.3	108	76.8	0
m-DNB	90.3	104	81.2	82.3	73.9	0
2,6-DNT	93.3	100	87.5	97.0	81.4	0
o-DNB	98.7	103	72.1	87.6	80.8	0
2,4-DNT	103	99.5	80.3	80.8	83.7	0
2,4-DNCLB	97.7	85.2	77.1	75.5	81.2	0

3,4-DNT	99.8	88.8	80.9	85.6	83.7	0
2, 4, 6-TNT	92.6	89.6	81.4	86.8	88.1	0

对于正己烷体系的淋洗溶剂，对硝基苯类的洗脱回收率也都非常低，硝基苯、硝基甲苯和硝基氯苯回收率在 19.6~30.5%之间，可以作为二硝基苯、二硝基甲苯、二硝基氯苯和三硝基甲苯测定的淋洗溶剂。正己烷中加入 10%的丙酮后，回收率达到 78.3%~106%，增加丙酮用量回收率变化不大。另用 5 ml 洗脱液对洗脱过的净化柱进行洗脱，测定各硝基苯类化合物的含量，均未检出，因此选择 10ml 作为的淋洗溶剂用量。乙酸乙酯和正己烷配比与丙酮和正己烷配比效果相似，可以互相替代。因此选择丙酮：正己烷=1:9 (v,v)、丙酮:正己烷=1:3 (v,v)、丙酮:正己烷=1:1 (v,v)、或乙酸乙酯代替丙酮与正己烷的相同配比混合溶解均可作为硝基苯类的洗脱溶剂。具体结果见表 7。

表 7 正己烷体系淋洗溶剂对硅胶柱净化回收率 (%)

化合物	HEX	ACT:HEX = 1:9	ACT:HEX = 1:3	ACT:HEX = 1:1	EA:HEX =1:9	EA:HEX =1:1
NB	21.8	90.2	101	102	93.5	97.2
o-NT	23.4	106	102	96.6	97.6	88.3
p-NT	19.6	91.3	107	91.3	101	87.7
m-NT	27.8	112	104	113	105	87.4
m-NCLB	24.7	99.6	99.6	100	92.7	97.7
p-NCLB	29.8	92.1	99.0	81.2	90.9	78.1
o-NCLB	30.5	82.5	78.1	79.8	94.2	81.0
p-DNB	0.0	78.3	103	73.5	91.7	95.1
m-DNB	0.0	80.2	89.4	77.6	89.6	89.2
2,6-DNT	0.0	90.1	85.2	92.3	92.3	83.4
o-DNB	0.0	79.2	91.5	80.3	87.6	94.4
2,4-DNT	0.0	98.8	98.9	105	93.1	96.3
2,4-DNCLB	0.0	83.9	87.9	90.7	82.5	79.3
3,4-DNT	0.0	98.7	95.7	91.3	90.4	85.5
2, 4, 6-TNT	0.0	92.4	94.9	88.6	90.8	88.7

(3) 实际样品的测定

选择了一个工业废水样品做基体加标测试，取样量为 500ml 用 20ml 二氯甲烷萃取，萃取液浓缩并转化溶剂为正己烷体系至 2.0ml，分别用佛罗里硅土和硅胶柱净化，分别用上述选择的淋洗溶剂进行淋洗。结果发现，淋洗溶剂中丙酮含量越高，洗脱液颜色越重，背景干扰高，因此在回收率不下降的情况下，尽量使用含丙酮浓度小的淋洗溶剂，又由于实验中发现使用佛罗里柱比硅胶柱在相同的情况下净化速度稍快，所以最终选择使用佛罗里硅土柱作为净化柱，二氯甲烷作为淋洗溶剂。具体测定结果见表 8~11。

表 8 二氯甲烷体系淋洗溶剂对佛罗里柱净化回收率 (%)

化合物	DCM	HEX: DCM = 1:9	ACT: DCM = 1:9	ACT: DCM =1:1	EA: DCM =1:9	EA: DCM =1:1
NB	97.2	95.9	96.1	93.8	92.1	86.5
o-NT	99.3	103	102	105	94.6	82.8
p-NT	101	99.4	102	101	95.3	90.4
m-NT	105	98.5	97.8	99.2	96.6	95.3
m-NCLB	98.8	97.5	93.3	102	97.9	98.2
p-NCLB	101	99.1	101	96.8	93.3	91.8
o-NCLB	103	102	98.5	97.5	96.5	99.7
p-DNB	92.5	95.4	102	95.1	94.4	94.9
m-DNB	94.7	93.5	103	93.2	92.8	103
2,6-DNT	93.4	97.2	96.7	91.7	96.6	94.3
o-DNB	92.8	95.6	98.3	93.7	93.5	96.5
2,4-DNT	99.6	97.6	107	92.6	98.2	98.9
2,4-DNCLB	101	105	98.5	94.7	95.3	89.4
3,4-DNT	97.4	95.3	92.6	95.6	97.7	92.5
2, 4, 6-TNT	93.8	97.2	93.4	92.3	93.4	91.6

表 9 正己烷体系淋洗溶剂对佛罗里柱净化回收率 (%)

化合物	ACT:HEX= 1: 9	ACT:HEX= 1:3	ACT:HEX= 1:1	EA:HEX= 1:9	EA:HEX= 1:1
NB	97.3	93.5	95.0	99.9	105
o-NT	98.9	97.6	97.2	95.8	92.7
p-NT	97.2	101	92.6	97.5	96.8
m-NT	95.9	103	98.4	104	93.7
m-NCLB	93.8	99.4	83.9	90.6	88.2
p-NCLB	98.5	98.9	90.5	93.3	94.9
o-NCLB	94.3	95.5	94.6	106	97.3
p-DNB	101	105	106	97.6	93.8
m-DNB	103	104	103	102	99.3
2,6-DNT	95.2	98.9	92.7	91.3	95.3
o-DNB	76.1	89.7	94.1	87.1	89.7
2,4-DNT	92.6	97.8	97.3	98.2	86.5
2,4-DNCLB	102	103	103	99.3	101
3,4-DNT	83.4	101	92.8	89.5	95.2

2, 4, 6-TNT	90.5	98.1	97.9	90.2	89.5
-------------	------	------	------	------	------

表 10 二氯甲烷体系淋洗溶剂对硅胶柱净化回收率 (%)

化合物	DCM	ACT: DCM = 1:9	ACT: DCM = 1:1	EA: DCM = 1:9	EA: DCM =1:1
NB	103	97.8	98.4	91.2	91.7
o-NT	105	98.6	102	93.6	90.8
p-NT	102	95.6	94.9	92.4	94.2
m-NT	104	102	102	92.6	97.5
m-NCLB	105	102	105	91.9	98.2
p-NCLB	102	102	106	95.4	94.4
o-NCLB	98.7	99.1	97.1	88.8	93.8
p-DNB	101	105	82.6	103	81.0
m-DNB	103	101	81.2	93.3	76.5
2,6-DNT	103	100	90.5	92.6	80.8
o-DNB	96.7	104	83.2	91.7	82.7
2,4-DNT	103	94.5	86.7	84.1	85.4
2,4-DNCLB	107	93.8	80.5	80.6	73.8
3,4-DNT	97.6	92.5	81.9	83.2	86.6
2, 4, 6-TNT	98.2	90.6	80.9	88.1	82.1

表 11 正己烷体系淋洗溶剂对硅胶柱净化回收率 (%)

化合物	ACT:HEX = 1:9	ACT:HEX = 1:3	ACT:HEX = 1:1	EA:HEX = 1:9	EA:HEX = 1:1
NB	96.5	98.5	99.0	92.2	92.2
o-NT	101	97.6	92.7	95.7	85.1
p-NT	97.2	103	95.3	98.9	89.4
m-NT	98.9	101	103	99.3	85.3
m-NCLB	99.6	102	97.6	95.1	92.7
p-NCLB	101	96.9	85.4	92.6	81.1
o-NCLB	94.5	84.1	80.6	97.3	80.7
p-DNB	85.6	99.4	76.8	96.7	93.8
m-DNB	89.3	91.4	79.1	85.2	88.2
2,6-DNT	94.2	87.5	93.9	93.1	80.4
o-DNB	82.2	93.7	83.0	82.8	90.5

2,4-DNT	95.8	92.9	95.2	90.1	93.7
2,4-DNCLB	87.2	89.6	90.1	83.1	75.9
3,4-DNT	95.3	98.5	92.7	87.6	85.0
2, 4, 6-TNT	90.4	96.4	90.5	82.5	84.1

5.5.2 干扰及消除

水样中可能共存的有机氯农药（六六六、DDT）、卤代烃、氯苯等有机化合物，在该方法中因保留时间和选择离子的不同，对方法无明显干扰。

高浓度样品与低浓度样品交替分析会造成干扰，当分析一个高浓度样品后应分析一个空白水以防止交叉污染。如果前一个样品中含有的目标化合物在下一个样品中也出现，分析人员必须加以证明不是由于残留造成的。

5.6 样品

按照 HJ/T 91、HJ/T 164 和 GB 17378 的相关规定进行水样的采集和保存。

5.7 分析步骤

5.7.1 固相萃取条件的优化

(1) 有机改进剂的加入对回收率的影响

分别萃取由空白水样加标配制成的浓度分别为 5.00 $\mu\text{g/L}$ 的硝基苯类空白加标模拟水样各 1000ml，分别加入 0ml、0.5ml、1.0ml、2.0ml、5.0ml 甲醇，作回收率实验，结果发现未添加甲醇的回收率稍低，而添加 0.5~1.0% 甲醇后回收率有所增加，再加大甲醇的添加量超过 2% 后反而使回收率降低。这可能是因为添加少量甲醇增加了填料和硝基苯类化合物之间的吸附率以及减少容器壁的残留。而当甲醇添加量过多时甲醇又可能将吸附的硝基苯解析下来，从而造成回收率的降低。最佳的甲醇添加量为每升水样添加 5.0~10.0ml。

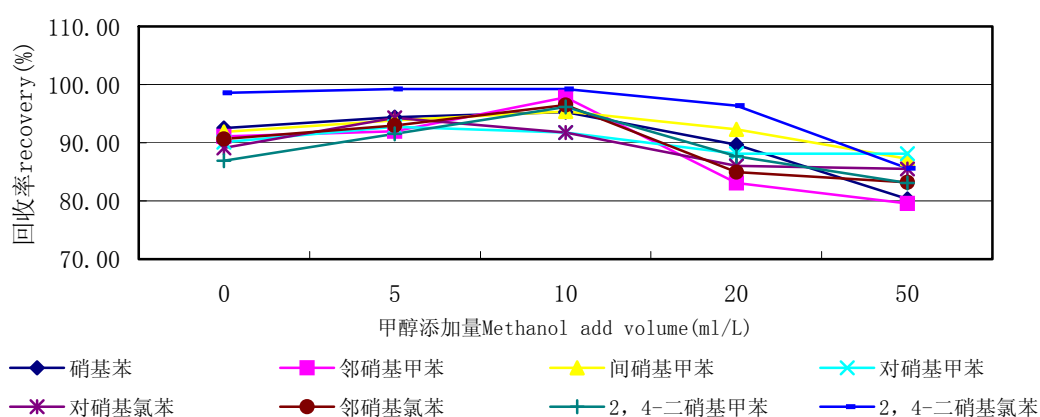


图 6 水样中甲醇添加量对回收率的影响情况

(2) 上样速度的影响

上样速度慢吸附效率高但耗时长，速度过快会由于沟流现象而使回收率下降。在不影响回收率的情况下选择合适的上样速度有利于提高样品的分析速度。试验采用空白水样加标配

制成的浓度分别为为 5.00 $\mu\text{g/L}$ 的硝基苯类以及 0.5ml 甲醇空白加标模拟水样各 1000ml 的模拟水样，分别以每分钟 2、5、10、15、20、25ml 的速度通过 C_{18} 柱，然后进行回收率测定，结果发现以 2~10ml/min 上样速度加标样品测定回收率最高，由于 2ml 上样速度较慢，在不影响回收率的情况下，尽量选择较快的上样速度，有利于提高测定的效率。因此选择 5~10ml/min 为最佳上样速度。上样速度与回收率的测定结果见表 12。

表 12 上样速度对回收率的影响 (%) 回收率 (%)

化合物	2ml/min	5 ml/min	10 ml/min	15 ml/min	20 ml/min	25 ml/min
硝基苯	97.6	92.6	95.6	82.2	86.0	82.1
邻硝基甲苯	99.5	105	108	94.0	81.1	80.3
间硝基甲苯	98.4	98.9	96.8	91.8	87.9	87.6
对硝基甲苯	99.3	95.1	89.3	91.5	87.8	80.9
间硝基氯苯	98.5	96.3	95.2	87.7	90.2	85.2
对硝基氯苯	96.5	95.9	100	94.4	80.0	83.4
邻硝基氯苯	98.0	102	96.2	93.8	88.0	81.9
2, 4-二硝基甲苯	96.8	99.9	102	91.5	83.7	70.1
2, 4-二硝基氯苯	93.9	90.9	93.7	85.9	80.8	76.3

(3) 样品溶液 pH 值对回收率的影响

样品溶液 pH 值对所选择的吸附剂可能造成影响，pH 值过高或过低可能使吸附效率降低甚至破坏吸附剂。试验采用空白水样加标配制成的浓度分别为为 5.00 $\mu\text{g/L}$ 的硝基苯类以及 0.5ml 甲醇空白加标模拟水样各 1000ml 的模拟水样，向其中分别加入盐酸或氢氧化钠以调节 pH 值分别为 5.0、7.0、8.0 后进行萃取分析，结果显示酸性和碱性水样回收率均低于 20%，而中性条件下的萃取率高达 86.0~101%，因此萃取此类化合物的最佳酸碱度为中性。具体结果见表 13。

表 13 pH 对回收率的影响 (%) 回收率 (%)

化合物	pH=5	pH=7	pH=8
硝基苯	10.9	98.4	12.4
邻硝基甲苯	13.2	102	17.6
间硝基甲苯	15.7	99.8	15.9
对硝基甲苯	12.8	97.1	14.8
间硝基氯苯	10.4	95.9	15.2
对硝基氯苯	13.9	98.7	10.1
邻硝基氯苯	11.8	101	13.3
2, 4-二硝基甲苯	12.2	86.0	12.0
2, 4-二硝基氯苯	9.87	94.5	13.7

(4) 穿透体积实验

加到柱上的试样量的多少取决于萃取柱中填料的量和种类、试样中待测组分的性质以及

试样中待测组分和基质组分的浓度等因素。分析高浓度水样时可以选择小的上样体积。而在分析低浓度的水样时，为了达到更低的检出限，需要富集大体积水样中的待测物。当上样超过一定体积后，由于化合物保留因子的限制，最初富集在吸附剂上的化合物被洗脱下来，导致回收率下降。加入试样的量可以是试样穿透体积前的最大量。萃取柱的理论穿透体积是指漏出的分析物的浓度是原溶液中分析物浓度的 1%时样品溶液的总流出体积。不同化合物在不同填料及不同填料用量上的保留因子不同，穿透体积不同。本实验选择了 0.5L、1.0L、1.5L、2.0L 作为上样体积，其中含有 10.0 μ l 硝基苯类中间液（浓度为 200mg/L）以及 5%甲醇的模拟水样,分别用 ODS-C18 柱(500mg)萃取富集，然后按样品测定方法洗脱被吸附的分析物，测定其回收率。结果 0.5L、1.0L、1.5L 回收率均大于 85%，而 2.0L 时回收率下降约 10%。因此可知 ODS-C18 柱(500mg)和 GDX502 柱（1000mg）对于硝基苯类各化合物的穿透体积均可达 1.5L。 具体结果见表 14。

表 14 上样体积对回收率的影响 (%) 回收率 (%)

化合物	0.5 L	1.0 L	1.5 L	2.0 L
硝基苯	98.7	97.3	92.6	85.2
邻硝基甲苯	99.3	101	98.0	84.7
间硝基甲苯	102	99.4	96.8	81.1
对硝基甲苯	105	97.5	93.2	81.1
间硝基氯苯	98.7	99.2	94.6	89.1
对硝基氯苯	99.5	92.9	97.1	84.0
邻硝基氯苯	100	95.2	96.2	83.8
2, 4-二硝基甲苯	97.8	91.9	91.5	80.2
2, 4-二硝基氯苯	95.6	92.2	92.1	79.2

5.7.2 校准曲线的绘制

标准工作曲线：

分别取 5.0、10.0、25.0、50.0、100.0 μ l、250.0 μ l 浓度为 200mg/L 的硝基苯类标准中间液于 10.0ml 二氯甲烷中，配制成不同浓度的硝基苯类标准使用液，分别向其中加入 50.0 μ l 内标标准溶液，取 1.0 μ l 直接进样分析。以选择离子方式采集数据，以保留时间和特征离子来定性，用内标标准曲线法定量。结果分别见表 15。

表 15 标样回归方程和相关系数

序号		标准溶液					
		1	2	3	4	5	6
硝基苯	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00
	减空白后	6717.26	12787.1	29918.5	69674.8	125008	309841
	峰面积(C1)						

	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C1/ci	0.1274	0.2518	0.5877	1.219	2.418	6.001
	RF 值	1.27	1.26	1.18	1.22	1.21	1.2
	校准曲线	RF 值均值=1.22 相对偏差=3.0% $y=1.20x+0.00823$ $r=0.9999$					
邻硝基 甲苯		1	2	3	4	5	6
	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00
	峰面积(C2)	3614.87	6761.04	15979.3	36783.2	68504.3	170251
	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C2/ci	0.0686	0.1332	0.3139	0.6433	1.325	3.3
	RF 值	0.686	0.666	0.628	0.643	0.663	0.66
	校准曲线	RF 值均值=0.658 相对偏差=3.0% $y=0.661x-0.00577$ $r=0.9999$					
间硝基 甲苯		1	2	3	4	5	6
	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00
	峰面积(C3)	5600.75	11150.9	25825.1	58557.6	109483	278062
	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C3/ci	0.1062	0.2196	0.5073	1.024	2.118	5.39
	RF 值	1.06	1.01	1.02	1.02	1.06	1.08
	校准曲线	RF 值均值=1.06 相对偏差=3.0% $y=1.08x-0.0230$ $r=0.9999$					
对硝基 甲苯		1	2	3	4	5	6
	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00
	峰面积(C4)	2933.76	5728.35	13668.2	36322.9	66920.8	170678
	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C4/ci	0.0557	0.1128	0.2685	0.6353	1.294	3.309
	RF 值	0.557	0.564	0.537	0.635	0.647	0.662
	校准曲线	RF 值均值=0.600 相对偏差=9.0% $y=0.667x-0.0329$ $r=0.9998$					
间-硝基 氯苯		1	2	3	4	5	6
	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00
	峰面积(C1)	2685.04	5978.23	14559.2	38064.3	69256.7	177456
	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C1/ci	0.0509	0.1177	0.286	0.657	1.34	3.44
	RF 值	0.509	0.589	0.572	0.665	0.67	0.688
	校准曲线	RF 值均值=0.616 相对偏差=11.4% $y=0.694x-0.0339$ $r=0.9999$					
对-硝基 氯苯		1	2	3	4	5	6
	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00

	峰面积(C1)	2578.13	5888.27	14298.2	37414.8	68497.2	170804
	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C1/ci	0.0489	0.116	0.2809	0.6544	1.325	3.311
	RF 值	0.489	0.58	0.562	0.654	0.662	0.662
	校准曲线	RF 值均值=0.602 相对偏差=11.7% $y=0.668x-0.0234$ $r=0.9999$					
邻-硝基 氯苯		1	2	3	4	5	6
	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00
	峰面积(C1)	4940.65	9030.7	23268.8	55610.6	99940.7	254100
	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C1/ci	0.0937	0.178	0.457	0.9726	1.933	4.926
	RF 值	0.937	0.889	0.914	0.973	0.967	0.985
	校准曲线	RF 值均值=0.944 相对偏差=3.9% $y=0.988x-0.0225$ $r=0.9999$					
对-二硝 基苯		1	2	3	4	5	6
	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00
	峰面积(C1)	1845.37	3417.63	11095.3	23118.8	42587.3	102376
	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C1/ci	0.0350	0.0673	0.218	0.404	0.824	1.985
	RF 值	0.350	0.337	0.436	0.404	0.412	0.397
	校准曲线	RF 值均值=0.389 相对偏差=3.8% $y=0.398x+0.0053$ $r=0.9997$					
间-二硝 基苯		1	2	3	4	5	6
	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00
	峰面积(C1)	1937.66	3578.25	11591.76	23585.2	41762	99357.8
	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C1/ci	0.0368	0.0705	0.228	0.412	0.808	1.926
	RF 值	0.368	0.353	0.456	0.412	0.404	0.385
	校准曲线	RF 值均值=0.396 相对偏差=3.7% $y=0.384x+0.0166$ $r=0.9996$					
邻-二硝 基苯		1	2	3	4	5	6
	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00
	峰面积(C1)	1816.55	3426.37	10231.74	22711.6	40384.1	99276.8
	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C1/ci	0.0345	0.0675	0.2010	0.3972	0.781	1.925
	RF 值	0.345	0.338	0.402	0.397	0.391	0.385
	校准曲线	RF 值均值=0.376 相对偏差=2.7% $y=0.386x+0.0022$ $r=0.9998$					
2, 6-二		1	2	3	4	5	6

硝基甲 苯	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00
	峰面积(C1)	2376.23	4425.16	13233.4	29553.7	56630.9	135752.6
	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C1/ci	0.0451	0.0872	0.2599	0.5169	1.095	2.632
	RF 值	0.451	0.436	0.520	0.517	0.548	0.526
	校准曲线	RF 值均值=0.500 相对偏差=4.5 $y=0.530x-0.0047$ $r=0.9997$					
3, 4-二 硝基甲 苯		1	2	3	4	5	6
	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00
	峰面积(C1)	1826.09	3517.83	8836.35	21090.6	41721.5	102336.8
	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C1/ci	0.0346	0.0693	0.1736	0.3689	0.807	1.984
	RF 值	0.346	0.347	0.347	0.369	0.404	0.397
校准曲线	RF 值均值=0.368 相对偏差=2.6 $y=0.4005x-0.0145$ $r=0.9998$						
2, 4-二 硝基甲 苯		1	2	3	4	5	6
	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00
	峰面积(C1)	2929.41	5410.11	15524.1	36342.3	71237.7	165491
	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C1/ci	0.0556	0.1065	0.3049	0.6356	1.378	3.208
	RF 值	0.556	0.533	0.61	0.636	0.689	0.642
校准曲线	RF 值均值=0.611 相对偏差=9.5 $y=0.648x-0.203$ $r=0.9993$						
2, 4-二 硝基氯 苯		1	2	3	4	5	6
	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00
	峰面积(C1)	2075.56	3634.66	9123.4	22010.6	44315	103140
	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C1/ci	0.0394	0.0716	0.1792	0.385	0.8571	1.999
	RF 值	0.394	0.358	0.358	0.385	0.429	0.4
校准曲线	RF 值均值=0.387 相对偏差=6.9% $y=0.434x-0.00364$ $r=0.9993$						
2, 4, 6- 三硝基 甲苯		1	2	3	4	5	6
	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00
	峰面积(C1)	1935.74	3835.22	10527.34	23566.7	43715.3	120087.6
	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C1/ci	0.0367	0.0755	0.207	0.412	0.846	2.328
	RF 值	0.367	0.378	0.414	0.412	0.423	0.466
校准曲线	RF 值均值=0.410 相对偏差=3.5% $y=0.468x-0.0354$ $r=0.9993$						

1-溴-2-硝基苯 (SS)		1	2	3	4	5	6
	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00
	峰面积(C1)	2725.12	5596.09	14119.4	37243.9	68227.6	163351
	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C1/ci	0.0517	0.110	0.277	0.651	1.320	3.167
	RF 值	0.517	0.550	0.554	0.651	0.660	0.633
	校准曲线	RF 值均值=0.594 相对偏差=6.10% $y=0.639x-0.0076$ $r=0.9999$					
五氯硝基苯 (SS)		1	2	3	4	5	6
	含量(mg/L)	0.100	0.200	0.500	1.00	2.00	5.00
	峰面积(C1)	2209.25	4322.97	12316.4	29143.2	56095.9	132834.1
	硝基苯-D5 (Ci)	52713.7	50775.6	50908.5	57177.4	51700.6	51584.2
	C1/ci	0.0419	0.0851	0.2419	0.5097	1.085	2.575
	RF 值	0.419	0.426	0.484	0.510	0.543	0.515
	校准曲线	RF 值均值=0.483 相对偏差=5.0 $y=0.520x-0.0059$ $r=0.9996$					

由上表可见硝基苯类各化合物的 RF 值均大于 0.05，相对标准偏差均小于 20%，线性良好。

5.7.3 实验室空白试验：

取 1000ml 实验用水代替水样，按照与试样制备相同的萃取、浓缩和定容步骤，制备空白试样。实验结果：15 种硝基苯类化合物均未检出。

5.8 结果计算

5.8.1 定性分析：

用以下两种方式对目标化合物进行定性分析。

5.8.1.1 相对保留时间 (RRT)

目标化合物的 RRT 一定要在校准标准中目标化合物 RRT 的 ± 0.06 (RRT 单位) 内。

$$RRT = \frac{\text{目标化合物的保留时间}}{\text{相关联的内标化合物的保留时间}} \quad (1)$$

5.8.1.2 质谱图比较

标准质谱图的相对离子丰度高于 10% 以上所有离子在样品质谱图要存在。

标准和样品谱图之间上述特定离子的相对强度偏差要在 20% 之内。

标准质谱图中的分子离子峰必须在样品质谱图中存在。

在样品谱图中存在相对离子丰度高于 10% 的离子，但标准谱图中不存在，可能由于干扰的原因。

5.8.2 定量分析

水样中目标化合物浓度计算公式如下：

$$\rho = \frac{(A_x)(C_{is})}{(A_{is})(RF)} \times V_{ex} \times DF / V_0 \quad (2)$$

式中： ρ ——水样中目标化合物浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

A_x ——目标化合物特征离子峰面积；

C_{is} ——内标化合物浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；

V_{ex} ——样品提取液浓缩后的体积， ml ；

DF ——稀释倍数；

A_{is} ——相对应的内标化合物特征离子峰面积；

RF ——由初始校准测定取得的被测物平均响应因子；

V_0 ——水样取样体积， L 。

或根据色谱峰的峰高或峰面积在内标标准曲线上查出各组分的含量按式(3)计算：

$$\rho_i = \frac{\rho_{\text{标}} \times V_i}{V} \quad (3)$$

式中： ρ_i ——样品中某硝基苯类化合物的含量， $\mu\text{g/L}$ ；

$\rho_{\text{标}}$ ——由标准曲线计算所得的浓度值， $\mu\text{g/L}$ ；

V_i ——样品提取液浓缩后的体积， ml ；

V ——水样体积， ml 。

5.9 质量保证和质量控制

5.9.1 内标响应和保留时间

5.9.1.1 样品中每个内标特征离子的峰面积要在同批 CC 中内标特征离子的峰面积的-50%~100%。

5.9.1.2 样品中每个内标的保留时间与在 CC 中相应内标保留时间偏差在 $\pm 0.50\text{min}$ 以内。

5.9.2 初始校准曲线的容许标准

每个化合物初始校准曲线的相关系数要大于 0.995 或各化合物的 RF 值均大于 0.05，且相对标准偏差 $\leq 20\%$ 。

5.9.3 连续校准

每天分析样品时，均需作连续校准，以评价色谱系统是否正常。

计算 CC 与最近一次初始校准曲线的百分漂移（%D）。公式如下：

$$\%D = \frac{C_r - C_c}{C_r} \times 100 \quad (4)$$

式中： C_r ——校准物的标准浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；

C_c ——用所选择的定量方法测定的该校准物浓度， $\mu\text{g/ml}$ 。

如果百分漂移值 $\leq 20\%$ ，则初始校准曲线仍能继续使用，如果任何一个化合物的百分漂移值 $> 20\%$ ，要查找原因，采取措施，如果采取措施后不能找到问题根源，就要重新制作校准曲线。

5.9.4 空白试验

每批样品（以 10~20 个样品为一批次）应至少作一个全程序空白和实验室空白，目标化合物的浓度应低于检出限。

5.9.5 平行样测定

每批样品应进行不少于 5% 的平行样品测定，水样平行双样测量结果相对偏差应在 $100 \pm 20\%$ 以内。

5.9.6 空白加标

每批样品应进行不少于 5% 的空白加标回收率测定，加标回收率应在 70%~130% 以内。

5.9.7 替代物加标回收率测定

每批样品应进行不少于 5% 的替代物加标回收率测定，加标回收率应在 70%~130% 以内。

5.9.8 分析方法检出限和测定下限的确定

(1) 分析方法检出限（MDL）的确定

由于实验室空白水样均未检出硝基苯类化合物，因此选择按照 HJ168-2010 附录 A 中 A.1.1②方法进行检出限的测定，平行测定 7 个空白加标样浓度为 $0.100\mu\text{g/L}$ 的 1000ml 水样，计算检出限。

(2) 测定下限（RQL）

以 4 倍的检出限作为测定下限，即 $RQL=4*MDL$ ，本方法的测定下限如表 16。

表 16 15 种硝基苯类化合物的检出限和测定下限($\mu\text{g/L}$)

化合物名称	液液萃取法		固相萃取法	
	检出限	测定下限	检出限	测定下限
硝基苯	0.020	0.080	0.020	0.080

对-硝基甲苯	0.022	0.088	0.023	0.092
间-硝基甲苯	0.020	0.080	0.020	0.080
邻-硝基甲苯	0.023	0.092	0.025	0.10
对-硝基氯苯	0.022	0.088	0.025	0.10
间-硝基氯苯	0.022	0.088	0.023	0.092
邻-硝基氯苯	0.026	0.10	0.026	0.10
对-二硝基苯	0.041	0.16	0.037	0.15
间-二硝基苯	0.044	0.18	0.035	0.14
邻-二硝基苯	0.047	0.19	0.040	0.16
2, 6-二硝基甲苯	0.035	0.14	0.035	0.14
2, 4-二硝基甲苯	0.022	0.088	0.030	0.12
3, 4-二硝基甲苯	0.041	0.16	0.041	0.16
2, 4-二硝基氯苯	0.038	0.15	0.034	0.14
2, 4, 6-三硝基甲苯	0.035	0.14	0.038	0.15

5.9.9 实验室内方法的精密度和准确度测定

(1) 分别配制低浓度、中等浓度和高浓度的空白加标溶液,即向 1.0L 蒸馏水中加入各硝基苯类化合物标准(包括替代物),低浓度加标浓度为 0.10 $\mu\text{g/L}$,中等浓度为 2.5 $\mu\text{g/L}$,高浓度为 5.0 $\mu\text{g/L}$,对上述三种溶液,每份平行测定 6 次,结果见《方法精密度测试数据》表 17.1 和 17.2。

(2) 实验室内对实际样品(包括地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水,采集时间均为 2010 年 1 月,地点分别为:地表水采集于桥水库水,地下水采集蓟县上关镇水井水,工业废水采集天铁化工厂排污口水,污水采集纪庄子污水处理厂排放口水,海水采集渤海湾水)和实际样品加标(包括替代物)进行分析测试,该浓度为 2.5 $\mu\text{g/L}$ 。这种实际样品每种样品至少需 3 个,每个样品平行双份,每份平行测定 6 次。结果见《方法准确度测试数据》表 18.1~18.6。

由测定结果可见实验室内方法的精密度为:

液液萃取法:实验室内相对标准偏差分别为: $S_{0.100}$:4.5%~9.2%, $S_{2.50}$:2.0%~3.4%, $S_{5.00}$:1.1%~2.4%;

固相萃取法:实验室内相对标准偏差分别为: $S_{0.100}$:3.6%~8.8%, $S_{2.50}$:2.0%~3.4%, $S_{5.00}$:1.3%~2.1%;

实验室内方法的准确度为:

液液萃取法:实验室内实际样品加标回收率分别为:废水 90.8%-96.8%;地表水:90.4%-97.2%;污水:90.8%-97.2%。

固相萃取法:实验室内实际样品加标回收率分别为:地下水 93.6%-99.2%;地表水:

91.6%-98.0%；海水：90.8%-98.8%。

表 17.1 实验室内空白加标精密度测试结果（液液萃取法）

化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	相对标准偏差 RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
硝基苯	0.100	0.0961	0.0833	0.0776	0.0896	0.0930	0.0862	0.0876	7.7
	2.50	2.50	2.44	2.51	2.42	2.34	2.49	2.45	2.6
	5.00	4.89	4.66	4.75	4.85	4.81	4.65	4.77	2.1
对-硝基甲苯	0.100	0.0869	0.0793	0.0954	0.0913	0.0946	0.0909	0.0897	6.6
	2.50	2.30	2.35	2.37	2.31	2.44	2.35	2.35	2.1
	5.00	4.71	4.82	4.68	4.75	4.64	4.76	4.73	1.3
间-硝基甲苯	0.100	0.0936	0.0947	0.0866	0.0943	0.0823	0.0895	0.0902	5.5
	2.50	2.44	2.47	2.37	2.39	2.45	2.51	2.44	2.1
	5.00	4.88	4.87	4.92	4.80	5.00	4.96	4.91	1.4
邻-硝基甲苯	0.100	0.0914	0.0905	0.0878	0.0934	0.0797	0.0893	0.0887	5.4
	2.50	2.38	2.43	2.30	2.35	2.46	2.33	2.38	2.6
	5.00	4.89	4.76	4.84	4.75	4.81	4.79	4.81	1.1
对-硝基氯苯	0.100	0.0880	0.0875	0.0938	0.0987	0.0912	0.0921	0.0919	4.5
	2.50	2.35	2.38	2.46	2.28	2.50	2.39	2.39	3.3
	5.00	4.83	4.74	4.57	4.72	4.75	4.76	4.73	1.8
间-硝基氯苯	0.100	0.0958	0.0798	0.0937	0.0893	0.0779	0.0967	0.0889	9.2
	2.50	2.47	2.51	2.56	2.44	2.50	2.42	2.48	2.0
	5.00	4.71	4.94	4.86	4.89	4.88	4.79	4.85	1.7
邻-硝基氯苯	0.100	0.0975	0.0834	0.0922	0.0865	0.0931	0.0858	0.0898	6.0
	2.50	2.28	2.31	2.39	2.20	2.42	2.32	2.32	3.4
	5.00	4.68	4.60	4.43	4.57	4.61	4.62	4.59	1.8
2,4,6-三硝基甲苯	0.100	0.0798	0.0872	0.0793	0.0828	0.0935	0.0971	0.0866	8.5
	2.50	2.35	2.38	2.46	2.28	2.50	2.39	2.39	3.3
	5.00	4.83	4.75	4.57	4.72	4.76	4.77	4.73	1.9
对-二硝基苯	0.100	0.0936	0.0795	0.0965	0.0974	0.0850	0.0810	0.0888	9.0
	2.50	2.32	2.38	2.40	2.34	2.46	2.38	2.38	2.1
	5.00	4.75	4.87	4.73	4.80	4.69	4.81	4.78	1.3

间-二硝基 苯	0.100	0.0825	0.0967	0.0928	0.0760	0.0910	0.0879	0.0878	8.5
	2.50	2.51	2.54	2.55	2.49	2.42	2.46	2.50	2.0
	5.00	4.96	5.01	4.98	5.10	4.89	4.95	4.98	1.4
邻-二硝基 苯	0.100	0.0937	0.0918	0.0962	0.0898	0.0788	0.0902	0.0901	6.7
	2.50	2.53	2.35	2.52	2.54	2.46	2.54	2.49	3.0
	5.00	4.91	4.78	4.98	5.06	4.89	5.04	4.94	2.1
2,6-二硝 基甲苯	0.100	0.0967	0.0866	0.0973	0.0880	0.0793	0.0910	0.0898	7.5
	2.50	2.34	2.37	2.45	2.27	2.49	2.38	2.38	3.3
	5.00	4.81	4.74	4.55	4.71	4.75	4.76	4.72	1.9
2,4-二硝 基甲苯	0.100	0.0945	0.0974	0.0856	0.0940	0.0933	0.0915	0.0927	4.3
	2.50	2.43	2.46	2.36	2.38	2.44	2.50	2.43	2.1
	5.00	4.86	4.85	4.90	4.78	4.98	4.94	4.89	1.5
3,4-二硝 基甲苯	0.100	0.0955	0.0923	0.0816	0.0893	0.0798	0.0927	0.0885	7.2
	2.50	2.40	2.44	2.45	2.39	2.32	2.36	2.39	2.0
	5.00	4.75	4.81	4.77	4.89	4.69	4.74	4.78	1.4
2,4-二硝 基氯苯	0.100	0.0921	0.0991	0.0896	0.0795	0.0960	0.0925	0.0915	7.4
	2.50	2.36	2.42	2.44	2.37	2.51	2.42	2.42	2.2
	5.00	4.85	4.96	4.82	4.89	4.77	4.90	4.87	1.4
1-溴-2-硝 基苯	0.100	0.0835	0.0822	0.0793	0.0747	0.0841	0.0729	0.0795	5.9
	2.50	2.37	2.40	2.28	2.41	2.49	2.33	2.38	3.0
	5.00	4.87	4.66	4.79	4.60	4.76	4.81	4.75	2.1
五氯硝基 苯	0.100	0.0833	0.0875	0.0762	0.0815	0.0775	0.0789	0.0808	5.2
	2.50	2.43	2.45	2.36	2.28	2.44	2.36	2.39	2.7
	5.00	4.65	4.76	4.85	4.55	4.78	4.83	4.71	2.4

表 17.2 实验室内空白加标精密度测试结果（固相萃取法）

化合物 名称	加标 浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果($\mu\text{g/L}$)						平均值 ($\mu\text{g/L}$)	相对 标准 偏差 RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
硝基苯	0.100	0.0767	0.0905	0.0828	0.0870	0.0859	0.0906	0.0856	6.1
	2.50	2.45	2.27	2.41	2.36	2.43	2.30	2.37	3.1
	5.00	4.89	4.75	4.82	4.69	4.85	4.74	4.79	1.6

对-硝基甲 苯	0.100	0.0793	0.0728	0.0880	0.0912	0.0827	0.0865	0.0834	8.0
	2.50	2.50	2.49	2.52	2.44	2.33	2.43	2.45	2.8
	5.00	4.91	4.93	4.93	4.79	4.89	4.80	4.88	1.3
间-硝基甲 苯	0.100	0.0901	0.0888	0.0945	0.0913	0.0751	0.0866	0.0877	7.7
	2.50	2.47	2.43	2.46	2.40	2.39	2.52	2.45	2.0
	5.00	4.87	4.89	4.89	4.75	4.85	4.76	4.84	1.3
邻-硝基甲 苯	0.100	0.0931	0.0903	0.0873	0.0937	0.0876	0.0767	0.0881	7.0
	2.50	2.49	2.45	2.50	2.45	2.37	2.51	2.46	2.1
	5.00	4.48	4.68	4.56	4.60	4.48	4.69	4.58	2.0
对-硝基氯 苯	0.100	0.0928	0.0857	0.0895	0.0906	0.0835	0.0910	0.0889	4.0
	2.50	2.42	2.36	2.43	2.27	2.32	2.35	2.36	2.6
	5.00	4.94	4.87	4.73	4.89	4.91	4.73	4.85	1.9
间-硝基氯 苯	0.100	0.0826	0.0818	0.0920	0.0887	0.0920	0.0859	0.0872	5.1
	2.50	2.41	2.35	2.42	2.26	2.31	2.34	2.35	2.6
	5.00	4.92	4.73	4.80	4.77	4.83	4.72	4.80	1.5
邻-硝基氯 苯	0.100	0.0819	0.0906	0.0834	0.0822	0.0863	0.0862	0.0851	3.9
	2.50	2.26	2.21	2.30	2.21	2.40	2.36	2.29	3.4
	5.00	4.79	4.73	4.59	4.75	4.77	4.59	4.70	1.9
2,4,6-三硝 基甲苯	0.100	0.0795	0.0829	0.0799	0.0771	0.0851	0.0868	0.0819	4.5
	2.50	2.39	2.48	2.44	2.33	2.44	2.40	2.41	2.2
	5.00	4.91	4.93	4.93	4.79	4.89	4.80	4.88	1.3
对-二硝基 苯	0.100	0.0830	0.0789	0.0831	0.0787	0.0785	0.0757	0.0797	3.6
	2.50	2.37	2.31	2.38	2.23	2.28	2.30	2.31	2.4
	5.00	4.93	4.74	4.81	4.78	4.84	4.73	4.81	1.5
间-二硝基 苯	0.100	0.0836	0.0793	0.0713	0.0729	0.0858	0.0818	0.0791	7.4
	2.50	2.48	2.46	2.42	2.35	2.44	2.35	2.42	2.3
	5.00	4.69	4.67	4.77	4.89	4.74	4.86	4.77	1.9
邻-二硝基 苯	0.100	0.0857	0.0839	0.0786	0.0789	0.0739	0.0751	0.0794	5.9
	2.50	2.53	2.51	2.49	2.48	2.37	2.47	2.48	2.3
	5.00	4.90	4.71	4.78	4.75	4.81	4.70	4.78	1.5
2,6-二硝 基甲苯	0.100	0.0794	0.0726	0.0738	0.0846	0.0750	0.0801	0.0776	5.9
	2.50	2.38	2.47	2.43	2.32	2.43	2.39	2.40	2.2
	5.00	4.77	4.83	4.74	4.93	4.63	4.81	4.79	2.1
2,4-二硝	0.100	0.0805	0.0744	0.0797	0.0806	0.0718	0.0900	0.0795	7.9

基甲苯	2.50	2.32	2.45	2.39	2.53	2.41	2.50	2.43	3.1
	5.00	4.77	4.83	4.74	4.93	4.63	4.81	4.79	2.1
3,4-二硝基甲苯	0.100	0.0756	0.0730	0.0829	0.0725	0.0828	0.0775	0.0774	6.0
	2.50	2.44	2.38	2.45	2.29	2.34	2.37	2.38	2.5
	5.00	4.78	4.84	4.75	4.94	4.64	4.82	4.80	2.1
2,4-二硝基氯苯	0.100	0.0750	0.0812	0.0767	0.0855	0.0753	0.0807	0.0791	5.2
	2.50	2.37	2.46	2.42	2.31	2.42	2.38	2.39	2.2
	5.00	4.77	4.62	4.56	4.56	4.67	4.59	4.63	1.7
1-溴-2-硝基苯	0.100	0.0826	0.0879	0.0752	0.0738	0.0901	0.0766	0.0810	8.5
	2.50	2.46	2.31	2.50	2.47	2.44	2.39	2.43	2.8
	5.00	4.68	4.85	4.90	4.76	4.84	4.80	4.81	1.6
五氯硝基苯	0.100	0.0833	0.0879	0.0854	0.0806	0.0783	0.0788	0.0824	4.6
	2.50	2.41	2.37	2.46	2.35	2.27	2.41	2.38	2.7
	5.00	4.81	4.67	4.70	4.56	4.75	4.69	4.70	1.8

表 18.1 实验室内加标浓度为 2.50 $\mu\text{g/L}$ 方法精密度与准确度测试结果（液液萃取法）

化合物名称	样品种类		测定结果($\mu\text{g/L}$)						平均值($\mu\text{g/L}$)	RSD%	加标回收率(%)
			1	2	3	4	5	6			
硝基苯	废水	样品	0.331	0.322	0.328	0.319	0.335	0.314	0.325	2.4	—
		加标样	2.33	2.35	2.19	2.36	2.25	2.34	2.30	2.7	92.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.36	2.41	2.32	2.29	2.26	2.23	2.31	2.6	92.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.22	2.32	2.27	2.47	2.38	2.31	2.33	3.8	93.2
对-硝基甲苯	废水	样品	0.214	0.212	0.215	0.231	0.222	0.219	0.219	3.2	—
		加标样	2.36	2.43	2.27	2.26	2.32	2.39	2.34	2.7	93.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.28	2.36	2.41	2.36	2.42	2.35	2.6	94.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.33	2.31	2.51	2.35	2.40	2.33	2.37	3.1	94.8

间-硝基 甲苯	废水	样品	1.15	1.07	1.12	1.18	1.07	1.13	1.12	3.9	—
		加标 样	2.48	2.34	2.30	2.45	2.24	2.40	2.37	3.7	94.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标 样	2.36	2.43	2.51	2.35	2.34	2.41	2.40	2.6	96.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标 样	2.32	2.39	2.42	2.33	2.35	2.47	2.38	2.4	95.2
邻-硝基 甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标 样	2.36	2.51	2.36	2.34	2.51	2.43	2.42	3.1	96.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标 样	2.36	2.43	2.37	2.51	2.47	2.41	2.43	2.3	97.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标 样	2.41	2.31	2.48	2.47	2.42	2.50	2.43	2.8	97.2
对-硝基 氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标 样	2.45	2.37	2.34	2.26	2.42	2.43	2.38	2.8	95.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标 样	2.36	2.48	2.42	2.35	2.5	2.33	2.41	2.9	96.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标 样	2.50	2.31	2.36	2.53	2.38	2.45	2.42	3.5	96.8
间-硝基 氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标 样	2.43	2.51	2.32	2.34	2.29	2.47	2.39	3.6	95.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标 样	2.51	2.47	2.45	2.29	2.4	2.33	2.41	3.4	96.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标 样	2.39	2.36	2.49	2.35	2.43	2.49	2.42	2.6	96.8
邻-硝基 氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标 样	2.41	2.34	2.37	2.25	2.34	2.34	2.34	2.1	93.6

	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.31	2.38	2.45	2.48	2.34	2.37	3.2	94.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.25	2.30	2.21	2.34	2.38	2.42	2.32	3.4	92.8
对-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.13	2.36	2.42	2.33	2.19	2.28	2.29	4.3	91.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.16	2.38	2.25	2.39	2.28	2.21	2.28	3.7	91.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.25	2.30	2.32	2.15	2.25	2.37	2.27	3.3	90.8
间-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.16	2.29	2.38	2.24	2.37	2.29	3.3	91.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.19	2.27	2.23	2.36	2.29	2.21	2.26	2.5	90.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.36	2.17	2.28	2.31	2.29	2.32	2.29	2.8	91.6
邻-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.24	2.39	2.22	2.35	2.18	2.28	3.3	91.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.27	2.31	2.37	2.29	2.18	2.25	2.28	2.5	91.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.24	2.33	2.42	2.41	2.32	2.38	2.35	2.7	94.0
2,6-二硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.25	2.37	2.28	2.35	2.37	2.33	2.0	93.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.26	2.34	2.41	2.25	2.36	2.32	2.5	92.8

	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.35	2.29	2.43	2.35	2.17	2.36	2.33	3.5	93.2
2,4-二硝基甲苯	废水	样品	1.05	0.993	1.02	1.02	1.01	1.08	1.03	3.0	—
		加标样	2.27	2.46	2.41	2.23	2.47	2.35	2.37	4.0	94.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.46	2.33	2.21	2.46	2.49	2.36	2.39	4.3	95.6
	污水	样品	0.221	0.235	0.234	0.218	0.206	0.229	0.224	—	—
		加标样	2.26	2.22	2.46	2.30	2.19	2.38	2.30	4.1	92.0
3,4-二硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.38	2.42	2.34	2.29	2.25	2.33	2.6	93.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.24	2.41	2.29	2.38	2.49	2.32	2.36	3.6	94.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.24	2.42	2.36	2.22	2.33	2.31	3.0	92.4
2,4-二硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.39	2.22	2.44	2.26	2.39	2.34	3.4	93.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.26	2.41	2.39	2.28	2.23	2.32	2.9	92.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.31	2.44	2.32	2.46	2.41	2.39	2.5	95.6
2, 4, 6-三硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.43	2.33	2.28	2.37	2.22	2.31	2.32	2.9	92.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.22	2.39	2.26	2.35	2.40	2.21	2.31	3.4	92.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.41	2.35	2.29	2.44	2.37	2.50	2.39	2.9	95.6

1-溴-2-硝基苯 (SS)	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.22	2.15	2.30	2.44	2.27	2.41	2.30	4.4	92.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.37	2.19	2.36	2.41	2.25	2.31	3.4	92.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.33	2.42	2.45	2.52	2.43	2.37	2.42	2.6	96.8
五氯硝基苯 (SS)	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.21	2.32	2.18	2.26	2.35	2.29	2.27	2.6	90.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.23	2.17	2.38	2.35	2.26	2.28	3.1	91.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.27	2.45	2.38	2.44	2.50	2.34	2.40	3.3	96.0

注：加标样测定值已减去样品测定结果的平均值。

表 18.2 实验室内加标浓度为 2.50 $\mu\text{g/L}$ 方法精密度与准确度测试结果（固相萃取法）

化合物名称	样品种类		测定结果($\mu\text{g/L}$)						平均值($\mu\text{g/L}$)	加标量(μg)	加标回收率(%)
			1	2	3	4	5	6			
硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.42	2.26	2.30	2.27	2.49	2.31	2.34	3.7	93.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.36	2.48	2.24	2.35	2.37	2.35	3.2	94.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.47	2.29	2.24	2.44	2.36	2.28	2.35	3.7	94.0
对-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.36	2.43	2.27	2.46	2.32	2.39	2.37	2.8	94.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.32	2.43	2.25	2.41	2.46	2.39	3.6	95.6

	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.33	2.46	2.51	2.35	2.31	2.33	2.38	3.3	95.2
间-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.44	2.36	2.32	2.52	2.47	2.43	2.42	2.9	96.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.39	2.46	2.53	2.38	2.37	2.44	2.43	2.4	97.2
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.41	2.49	2.52	2.42	2.44	2.51	2.47	1.9	98.8
邻-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.48	2.42	2.49	2.45	2.37	2.43	2.1	97.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.41	2.35	2.49	2.51	2.39	2.42	2.8	96.8
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.24	2.41	2.4	2.35	2.43	2.36	2.8	94.4
对-硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.47	2.33	2.44	2.35	2.31	2.32	2.37	2.7	94.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.33	2.45	2.39	2.32	2.47	2.3	2.38	2.9	95.2
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.31	2.36	2.52	2.38	2.45	2.42	3.3	96.8
间-硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.39	2.46	2.51	2.37	2.52	2.45	2.45	2.4	98.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.48	2.53	2.49	2.38	2.39	2.34	2.44	3.0	97.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.36	2.49	2.35	2.43	2.49	2.42	2.6	96.8

邻-硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.47	2.38	2.31	2.54	2.45	2.42	3.3	96.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.31	2.37	2.42	2.52	2.37	2.38	3.2	95.2
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.29	2.35	2.26	2.4	2.44	2.48	2.37	3.4	94.8
对-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.39	2.31	2.41	2.39	2.26	2.35	2.3	94.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.3	2.3	2.38	2.28	2.21	2.28	2.29	2.2	91.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.38	2.36	2.26	2.39	2.38	2.28	2.34	2.3	93.6
间-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.50	2.47	2.43	2.51	2.47	2.5	2.48	1.2	99.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.45	2.51	2.52	2.41	2.35	2.41	2.44	2.6	97.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.52	2.48	2.37	2.51	2.5	2.43	2.47	2.3	98.8
邻-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.46	2.52	2.45	2.51	2.39	2.44	3.2	97.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.30	2.46	2.49	2.37	2.38	2.40	2.8	96.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.46	2.33	2.41	2.4	2.37	2.41	2.3	96.4
2,6-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.39	2.53	2.41	2.37	2.46	2.43	2.43	2.3	97.2

	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.43	2.35	2.56	2.47	2.44	2.45	2.45	2.7	98.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.45	2.38	2.51	2.47	2.25	2.52	2.43	4.1	97.2
2,4-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.53	2.37	2.46	2.43	2.39	2.38	2.43	2.4	97.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.4	2.38	2.48	2.44	2.54	2.32	2.43	3.1	97.2
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.55	2.44	2.3	2.38	2.42	2.49	2.43	3.5	97.2
3,4-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.41	2.38	2.36	2.48	2.36	2.43	2.40	1.9	96.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.42	2.36	2.28	2.45	2.42	2.51	2.41	3.2	96.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.46	2.48	2.37	2.33	2.41	2.38	2.41	2.3	96.4
2,4-二硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.28	2.46	2.47	2.34	2.31	2.37	3.2	94.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.48	2.45	2.45	2.38	2.5	2.31	2.43	2.8	97.2
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.39	2.37	2.43	2.4	2.29	2.48	2.39	2.5	95.6
2, 4, 6-三硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.42	2.29	2.35	2.52	2.38	2.33	2.38	3.2	95.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.31	2.38	2.51	2.32	2.46	2.39	3.3	95.6

	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.23	2.41	2.37	2.42	2.39	2.37	2.8	94.8
1-溴-2-硝基苯(SS)	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.36	2.28	2.39	2.33	2.47	2.43	2.38	2.7	95.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.35	2.21	2.27	2.16	2.38	2.35	2.29	3.5	91.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.24	2.18	2.32	2.28	2.35	2.23	2.27	2.5	90.8
五氯硝基苯(SS)	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.45	2.22	2.27	2.33	2.41	2.34	3.4	93.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.35	2.27	2.39	2.23	2.31	2.25	2.30	2.5	92.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.19	2.34	2.28	2.23	2.38	2.28	2.8	91.2

6 方法验证

依照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010)的要求进行方法的验证。

6.1 方法验证方案

选择6家具有资质的实验室参加方法的验证工作。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,编制方法验证报告。验证数据主要包括方法检出限、测定下限、精密度以及加标回收率。

参加验证的实验室、验证人员的基本情况,见表19。

表19 参加验证的实验室及验证人员基本情况

验证单位	验证人员	性别	年龄	验证人员职称	所学专业	参加分析工作年限
国家环境保护恶臭污染控制重点实验室	邹克华	男	36	正高级工程师	化学工程	11
	王良	男	32	高级工程师	分析化学	9
	韩萌	女	31	工程师	环境化学	5

农业部环境保护 科研检测所	黄永春	男	34	博士	环境化学	3
河西环境监测站	李文	男	39	高工	环境工程	18
	陈江	男	34	高工	环境工程	12
塘沽环境监测站	门娟	女	38	博士	环境化学	14
东丽环境监测站	魏静东	男	42	高级工程师	环境工程	20
	杨明	男	29	助理工程师	化学分析	12
	张芳	女	36	工程师	环境工程	15
大港环境监测站	唐冰	男	33	工程师	环境工程	4
	段丽丽	女	37	工程师	化学工程 与工艺	13

6.1.1 方法的检出限与测定限的确定

(1) 检出限

按照 HJ168-2010 附录 A 中 A.1.1②方法进行检出限的测定，平行测定 7 个空白加标浓度为 0.100 $\mu\text{g/L}$ 的 1000ml 水样，计算检出限。

(2) 测定下限(RQL)

以 4MDL（检出限）为测定下限（RQL），即 4 倍检出限浓度作为测定下限。

结果见附录一表 A1-4。

6.1.2 方法的精密度、准确度和实际样品测定

(1) 分别配制低浓度、中等浓度和高浓度的空白加标溶液,即向 1.0L 蒸馏水中加入各硝基苯类化合物标准（包括替代物），低浓度加标浓度为 0.10 $\mu\text{g/L}$ ，中等浓度为 2.5 $\mu\text{g/L}$ ，高浓度为 5.0 $\mu\text{g/L}$ ，对上述三种溶液，每份平行测定 6 次，结果填入附录一表 A1-5 中，并按表中规定进行计算。

(2) 实验室内对实际样品（包括地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水,采集时间均为 2011 年 4 月 10，地点分别为：地表水采集于桥水库水，地下水采集蓟县上关镇水井水，工业废水采集天铁化工厂排污口水，污水采集纪庄子污水处理厂排放口水，海水采集渤海湾水）和实际样品加标（包括替代物）进行分析测试,该浓度为 2.5 $\mu\text{g/L}$ 。这种实际样品每种样品至少需 3 个，每个样品平行双份，每份平行测定 6 次。将所得数据填入附录一表 A1-6 中，并按规定公式进行平均值、标准偏差、相对标准偏差等各项参数的计算。

6.2 方法验证过程

(1) 2010 年 3 月邀请了 6 家具有资质且具有相关分析仪器的实验室，分析人员利用本单位现有的仪器设备，按照统一的方法验证指导书进行方法的验证。

(2) 通过 6 家实验室对该方法进行验证的结果进行统计分析发现该方法的精密度和准确度较好，具有较好的重复性和再现性，方法各项预期特征指标达到预期要求。

(3)《方法验证报告》详见附件一。

7 与开题报告的差异说明

标准方法中增加了二硝基苯类、2, 6-二硝基甲苯、3, 4-二硝基甲苯和 2, 4, 6-三硝基甲苯共 6 种硝基苯类化合物的检测方法。

8 参考文献

- [1] 化学品毒性 法规 环境数据手册, 石青等, 中国环境科学出版社, 389-399
- [2] 中华人民共和国地表水环境质量标准, GB3838-2002, 2002
- [3] 《污水综合排放标准》, GB8978-1996, 1996
- [4] 《生活饮用水卫生标准》GB 5749-2006
- [5] 《城镇污水处理厂污染物排放标准》GB 19819-2002
- [6] 《兵器工业水污染排放标准-火炸药》GB 14470.1-2002
- [7] 《水质 硝基苯、硝基甲苯、硝基氯苯、二硝基甲苯的测定 气相色谱法》GB13194-91
- [8] 《水质 硝基苯类化合物的测定 液液萃取/固相萃取-气相色谱法》HJ 648-2013
- [9] 中华人民共和国环境保护法
- [10] 中华人民共和国水污染防治法
- [11] EPA 8091 Nitroaromatics and cyclic ketones by gas chromatography.
- [12] EPA 525.2method Determination of organic compounds in drinking water by liquid-solid extraction and capillary column gas chromatography/mass spectrometry
- [13] EPA 526 Determination of selected semi-volatile organic compounds in drinking water by solid phase extraction and capillary column gas chromatography/mass spectrometry.
- [14] EPA 8270C Semivolatile organic compounds by gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS)
- [15] EPA 609 Nitroaromatics and isophorone.
- [16] EPA 625 Semivolatile organic compounds by isotope dilution GC/MS.
- [17] 《生活饮用水标准检测检验方法》GB/T5057.8-2006, 2006
- [18] 《水质 硝基苯类化合物的测定 气相色谱法》HJ592-2010, 2010
- [19] GB/T13904-1992《水质 梯恩梯 黑索金 地恩梯的测定 气相色谱法》
- [20] SL/T237.1-2001《水中有机物分析方法 痕量硝基苯类化合物的测定 树脂吸附/气相色谱法》
- [21] 《水和废水监测分析方法（第四版）》2002 年
- [22] 刘云, 沈幸等, 地表水中微量氯代芳烃和硝基芳烃化合物的分析方法. 环境化学, 2005, vol.24, No.4:463-466
- [23] 刘杏恋, 何治柯, 罗庆尧, 2, 4-二硝基苯的化学发光分析研究. 分析化学, 1995, 23:

652-654

- [24] 刘思东, 张卓勇, 刘宇等, 人工神经网络-伏安分析法同时测定邻、间、对硝基苯. 分析测试学报. 1998, 17 (1): 33-36
- [25] 硝基苯测定方法探讨, 郭淑满等, 《环境保护科学》, 1998, 24 (1), 36-38
- [26] 污水中硝基苯的气相色谱分析, 陈理, 《预防医学文献信息》, 1998, 4 (3), 223
- [27] 土壤中氯苯胺、硝基苯胺、氯苯和硝基苯的顶空固相萃取分析, Fromberg A., et al. /T. Chromatograph A , 1996,746,746(1)., 71-81
- [28] GC-ECD 石英毛细管柱分析水中硝基甲苯类化合物, 赵玉芬等, 《环境科技》, 1995, 15 (2), 35-39
- [29] GC 法测定水及空气中苯胺和硝基苯, 唐剑飞, 《中国环境监测》, 1995, 11 (1), 19-21
- [30] 直接进水样 GC 测定水和工业废水中乙腈、丙烯腈、苯胺及硝基苯, 唐剑飞等, 《环境科学》, 1994, 15 (2), 69-74
- [31] 水中硝基苯的 GC 测定方法, 阎江虹等, 《中华预防医学杂志》, 1994, 28 (1), 46
- [32] 环境样品前处理技术, 江桂斌等, 化学工业出版社 67-69
- [33] 固相萃取, 张海霞, 朱彭龄, 《分析化学》, 第 28 卷, 2000 年 9 月
- [34] 毛细管柱气相色谱法测定水中 12 种硝基苯类化合物, 张春雷, 曹秋, 颜慧, 《环境科学与管理》, 2010, 35 (4), 149-151
- [35] SPE-GC-ECD 法测定水体中五种硝基苯类化合物, 张蓓蓓, 章勇, 赵永刚, 《环境监控与预警》, 2010, 2 (2), 18-20
- [36] 对水中硝基苯类固相萃取效率的研究, 龙素群, 钟志京, 林涛等, 《环境化学》, 2009, 28 (5), 764-765
- [37] 固相萃取-气相色谱法测定地表水中硝基苯类化合物, 王芳 陆梅 梁卫清 《仪器仪表与分析监测》2009 年第 4 期, 39-40 化合物, 苏晓燕 《环境监测管理与技术》, 2008 第 20 (2), 30-34
- [38] 环境样品中硝基苯类化合物测定的预处理方法概述, 刘薇, 刘侨博 《环境科学与管理》, 2008 年第 33 (9), 124-126, 137
- [39] 环境样品中硝基苯类化合物的分析方法研究进展, 王爽, 邓天龙 《广东微量元素科学》, 2008 年第 15 (2), 10-12

附件一

方法验证报告

方法名称：水质 硝基苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法

项目主编单位：天津市环境监测中心站

验证单位：国家环境保护恶臭污染控制重点实验室、农业部环境保护科研检测所、天津市河西区环境监测站、天津市塘沽区环境监测站、天津市东丽区环境监测站、天津市大港区环境监测站

项目负责人及职称：魏恩棋 副高级工程师

通讯地址：天津市南开区复康路 19 号 电话：022-23051647

报告编写人及职称：李利荣 副高级工程师

报告日期：2011 年 7 月 29 日

依照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010)的要求,组织6家有资质的实验室进行验证。其中实验室1为国家环境保护恶臭污染控制重点实验室、实验室2为农业部环境保护科研检测所、实验室3为天津市河西区环境监测站、实验室4为天津市塘沽区环境监测站、实验室5为天津市东丽区环境监测站、实验室6为天津市大港区环境监测站。

A.1 原始测试数据

A.1.1 实验室基本情况

表 A1-1 参加验证的人员情况登记表

验证单位	验证人员	性别	年龄	验证人员职称	所学专业	参加分析工作年限
国家环境保护恶臭污染控制重点实验室	邹克华	男	36	正高级工程师	化学工程	12
	王 良	男	32	高级工程师	分析化学	10
	韩 萌	女	31	工程师	环境化学	6
农业部环境保护科研检测所	黄永春	男	34	博 士	环境化学	4
河西环境监测站	李 文	男	39	高 工	环境工程	19
	陈 江	男	34	高 工	环境工程	13
塘沽环境监测站	门 娟	女	38	博 士	环境化学	15
东丽环境监测站	魏静东	男	42	高级工程师	环境工程	21
	杨 明	男	29	助理工程师	化学分析	13
	张 芳	女	36	工程师	环境工程	16
大港环境监测站	唐 冰	男	33	工程师	环境工程	5
	段丽丽	女	37	工程师	化学工程与工艺	14

表 A1-2 使用仪器情况登记表

验证实验室	仪器名称	规格型号	仪器出厂编号	性能状况 (计量/校准状态、量程、灵敏度等)
国家环境保护恶臭污染控制重点实验室	气相色谱/质谱仪	6890-5975C	US71225778	良好
农业部环境保护科研检测所	气相色谱/质谱仪	6890/5975B	US62744280	良好

河西环境监测站	气相色谱/ 质谱仪	6890/5975B	US62744280	良好
塘沽环境监测站	气相色谱/ 质谱仪	7890/5975C	US83141530	良好
东丽环境监测站	气相色谱/ 质谱仪	7890A/5975C	US90442116	良好
大港环境监测站	气相色谱/ 质谱仪	TRACE GC ULTRA	20074851	良好

表 A1-3 使用试剂及溶剂登记表

验证实验室	试剂及溶剂名称	生产厂家、规格	纯化处理方法
国家环境保护恶臭 污染控制重点实验 室	甲苯、二氯甲烷 丙酮、甲醇	美国 Fisher 公司 农残级 4L	——
国家环境保护恶臭 污染控制重点实验 室	甲苯、二氯甲烷 丙酮、甲醇	美国 Fisher 公司 农残级 4L	——
农业部环境保护科 研检测所	甲苯、二氯甲烷 丙酮、甲醇	美国 Tedia 公司 农残级 4L	——
塘沽环境监测站	甲苯、二氯甲烷 丙酮、甲醇	美国 J.T.Baker 公司 农残级 4L	——
东丽环境监测站	甲苯、二氯甲烷 丙酮、甲醇	美国 Fisher 公司 农残级 4L	——
大港环境监测站	甲苯、二氯甲烷 丙酮、甲醇	美国 Dima 公司 农残级 4L	——

A. 1. 2 方法检出限、测定下限测试数据

表 A1-4 方法检出限、测定下限测试数据表

表 A1-4-1

验证单位：国家环境保护恶臭污染控制重点实验室

液液萃取法

测试日期：2011年3月15日

平行样品 编号	1	2	3	4	5	6	7	平均 值 ($\mu\text{g}/$ L)	标准 偏差 S ($\mu\text{g}/$ L)	t 值	检出 限 ($\mu\text{g}/$ L)	测定 下限 ($\mu\text{g}/$ L)

硝基苯	0.106	0.118	0.098 9	0.119	0.107	0.112	0.099 4	0.109	0.008 1	3.143	0.025	0.10
对-硝基甲苯	0.097 2	0.105	0.107	0.104	0.115	0.118	0.099 0	0.106 5	0.007 7	3.143	0.024	0.096
间-硝基甲苯	0.103	0.111	0.106	0.114	0.118	0.122	0.101	0.110 7	0.007 8	3.143	0.025	0.10
邻-硝基甲苯	0.112	0.108	0.105	0.119	0.121	0.103	0.105	0.110 4	0.007 2	3.143	0.023	0.092
对-硝基氯苯	0.108	0.113	0.107	0.111	0.105	0.123	0.100	0.110	0.007 3	3.143	0.023	0.092
间-硝基氯苯	0.118	0.112	0.106	0.103	0.121	0.117	0.104	0.112	0.007 3	3.143	0.023	0.092
邻-硝基氯苯	0.109	0.123	0.116	0.107	0.111	0.122	0.105	0.113	0.007 2	3.143	0.023	0.092
对-二硝基苯	0.126	0.119	0.134	0.116	0.141	0.137	0.105	0.125	0.013	3.143	0.041	0.16
间-二硝基苯	0.119	0.125	0.123	0.137	0.144	0.128	0.111	0.127	0.011	3.143	0.035	0.14
邻-二硝基苯	0.113	0.132	0.128	0.135	0.143	0.132	0.116	0.128	0.011	3.143	0.035	0.14
2,6-二硝基甲苯	0.118	0.125	0.136	0.119	0.138	0.141	0.112	0.127	0.011	3.143	0.035	0.14
2,4-二硝基甲苯	0.120	0.117	0.135	0.140	0.122	0.134	0.114	0.126	0.010 1	3.143	0.032	0.13
3,4-二硝基甲苯	0.119	0.127	0.125	0.138	0.131	0.126	0.103	0.124	0.011	3.143	0.035	0.14
2,4-二硝基氯苯	0.112	0.125	0.119	0.134	0.126	0.139	0.107	0.123	0.011	3.143	0.035	0.14
2,4,6-三硝基 甲苯	0.127	0.145	0.128	0.158	0.142	0.125	0.117	0.135	0.014	3.143	0.044	0.18

表 A1-4-2

验证单位: 国家环境保护恶臭污染控制重点实验室

固相萃取法

测试日期: 2011年3月25日

平行样品 编号	1	2	3	4	5	6	7	平均 值 ($\mu\text{g}/\text{L}$)	标准 偏差 S ($\mu\text{g}/\text{L}$)	t 值	检出 限 ($\mu\text{g}/\text{L}$)	测定 下限 ($\mu\text{g}/\text{L}$)
硝基苯	0.104	0.099 7	0.112	0.109	0.101	0.098 3	0.119	0.106	0.008	3.143	0.025	0.10
对-硝基甲苯	0.099	0.098	0.116	0.105	0.113	0.108	0.099	0.106	0.007	3.143	0.022	0.088

	3	9					6					
间-硝基甲苯	0.098 9	0.099 2	0.097 9	0.117	0.104	0.112	0.107	0.105	0.007	3.143	0.022	0.088
邻-硝基甲苯	0.098 8	0.096 9	0.096 7	0.113	0.102	0.108	0.095 1	0.102	0.007	3.143	0.022	0.088
对-硝基氯苯	0.099 3	0.105	0.115	0.119	0.102	0.108	0.101	0.107	0.007	3.143	0.022	0.088
间-硝基氯苯	0.103	0.099 6	0.107	0.114	0.118	0.102	0.099 2	0.106	0.007	3.143	0.022	0.088
邻-硝基氯苯	0.103	0.098 9	0.092 6	0.105	0.108	0.113	0.102	0.103	0.007	3.143	0.022	0.088
对-二硝基苯	0.115	0.122	0.137	0.109	0.128	0.117	0.106	0.119	0.011	3.143	0.035	0.14
间-二硝基苯	0.118	0.123	0.116	0.124	0.137	0.103	0.129	0.121	0.011	3.143	0.035	0.14
邻-二硝基苯	0.116	0.127	0.138	0.114	0.126	0.123	0.101	0.121	0.012	3.143	0.038	0.15
2, 6-二硝基 甲苯	0.114	0.117	0.126	0.137	0.105	0.108	0.134	0.120	0.012	3.143	0.038	0.15
2, 4-二硝基 甲苯	0.112	0.119	0.125	0.132	0.123	0.102	0.107	0.117	0.011	3.143	0.035	0.14
3, 4-二硝基 甲苯	0.126	0.118	0.124	0.138	0.129	0.116	0.103	0.122	0.011	3.143	0.035	0.14
2, 4-二硝基 氯苯	0.119	0.124	0.128	0.116	0.131	0.107	0.102	0.118	0.011	3.143	0.035	0.14
2, 4, 6-三硝 基甲苯	0.117	0.108	0.125	0.129	0.138	0.127	0.102	0.121	0.013	3.143	0.041	0.16

表 A1-4-3

验证单位: 农业部环境保护科研监测所

液液萃取法

测试日期: 2011年4月10日

平行样品 编号	1	2	3	4	5	6	7	平均 值 ($\mu\text{g}/\text{L}$)	标准 偏差 S ($\mu\text{g}/\text{L}$)	t 值	检出 限 ($\mu\text{g}/\text{L}$)	测定 下限 ($\mu\text{g}/\text{L}$)
硝基苯	0.079 3	0.092 9	0.084 6	0.091 1	0.076 3	0.083 2	0.075 1	0.083 2	0.006 9	3.143	0.022	0.088
对-硝基甲苯	0.088	0.085	0.069	0.086	0.090	0.088	0.083	0.084	0.006	3.143	0.022	0.088

	2	5	8	5	5	7	7	7	9			
间-硝基甲苯	0.089 1	0.084 3	0.079 9	0.085 7	0.074 9	0.079 8	0.095 6	0.084 2	0.006 8	3.143	0.021	0.084
邻-硝基甲苯	0.087 4	0.085 4	0.095 4	0.075 4	0.089 4	0.079 8	0.091 8	0.086 4	0.006 9	3.143	0.022	0.088
对-硝基氯苯	0.083 8	0.085 1	0.074 1	0.085 6	0.082 9	0.082 1	0.071 4	0.080 7	0.005 6	3.143	0.018	0.072
间-硝基氯苯	0.088 8	0.093 7	0.069 3	0.079 1	0.092 7	0.093 8	0.088 5	0.086 6	0.009 2	3.143	0.029	0.12
邻-硝基氯苯	0.078 2	0.084 2	0.092 5	0.081 4	0.091 4	0.074 9	0.082 8	0.083 6	0.006 5	3.143	0.020	0.080
对-二硝基苯	0.085 5	0.094 2	0.091 8	0.075 7	0.092 1	0.085 6	0.078 7	0.086 2	0.007	3.143	0.022	0.088
间-二硝基苯	0.077 9	0.085 8	0.087 5	0.085 8	0.092 0	0.091 2	0.071 2	0.084 5	0.007	3.143	0.022	0.088
邻-二硝基苯	0.088 5	0.092 8	0.088 7	0.077 1	0.092 8	0.084 4	0.079 2	0.086 2	0.006	3.143	0.019	0.076
2,6-二硝基甲苯	0.088 4	0.084 5	0.092 4	0.092 1	0.091 0	0.075 9	0.091 5	0.088 0	0.006	3.143	0.019	0.076
2,4-二硝基甲苯	0.084 5	0.095 3	0.073 8	0.091 5	0.092 9	0.079 2	0.085 6	0.086 1	0.007 8	3.143	0.025	0.10
3,4-二硝基甲苯	0.082 6	0.084 5	0.078 3	0.090 5	0.091 6	0.073 9	0.091 1	0.084 6	0.007	3.143	0.022	0.088
2,4-二硝基氯苯	0.087 5	0.078 4	0.087 7	0.092 8	0.082 8	0.077 6	0.072 7	0.082 8	0.007	3.143	0.022	0.088
2,4,6-三硝基 甲苯	0.084 1	0.089 7	0.081 8	0.088 6	0.091 5	0.084 1	0.074 8	0.084 9	0.005 7	3.143	0.018	0.072

表 A1-4-4

验证单位: 农业部环境保护科研监测所

固相萃取法

测试日期: 2011年4月15日

平行样品 编号	1	2	3	4	5	6	7	平均 值 ($\mu\text{g}/$ L)	标准 偏差 S ($\mu\text{g}/$ L)	t 值	检出 限 ($\mu\text{g}/$ L)	测定 下限 ($\mu\text{g}/$ L)

硝基苯	0.081 0	0.075 2	0.081 2	0.072 7	0.089 0	0.088 5	0.078 8	0.081	0.006	3.143	0.019	0.076
对-硝基甲苯	0.078 6	0.072 8	0.086 7	0.079 8	0.078 3	0.084 9	0.074 5	0.079	0.005	3.143	0.016	0.064
间-硝基甲苯	0.078 5	0.088 7	0.079 8	0.076 9	0.094 7	0.077 8	0.074 5	0.082	0.007	3.143	0.022	0.088
邻-硝基甲苯	0.078 2	0.091 2	0.086 2	0.076 9	0.077 2	0.086 4	0.078 3	0.082	0.006	3.143	0.019	0.076
对-硝基氯苯	0.076 8	0.083 5	0.087 6	0.089 6	0.081 5	0.076 4	0.074 3	0.081	0.006	3.143	0.019	0.076
间-硝基氯苯	0.076 6	0.088 7	0.091 2	0.084 6	0.072 8	0.088 4	0.075 3	0.083	0.007	3.143	0.022	0.088
邻-硝基氯苯	0.078 8	0.092 7	0.075 6	0.077 8	0.091 3	0.091 8	0.084 8	0.085	0.007	3.143	0.022	0.088
对-二硝基苯	0.086 5	0.081 2	0.081 7	0.088 1	0.078 9	0.069 1	0.078 8	0.080 6	0.006	3.143	0.019	0.076
间-二硝基苯	0.086 3	0.075 9	0.088 4	0.076 8	0.090 4	0.076 4	0.092 2	0.084	0.007	3.143	0.022	0.088
邻-二硝基苯	0.069 3	0.074 4	0.079 9	0.091 2	0.074 2	0.068 3	0.077 7	0.076	0.008	3.143	0.025	0.10
2, 6-二硝基 甲苯	0.076 8	0.085 3	0.091 6	0.083 3	0.078 9	0.078 9	0.065 5	0.080	0.008	3.143	0.025	0.10
2, 4-二硝基 甲苯	0.077 6	0.076 8	0.069 8	0.091 8	0.090 4	0.081 4	0.076 9	0.081	0.008	3.143	0.025	0.10
3, 4-二硝基 甲苯	0.091 7	0.078 8	0.077 9	0.067 8	0.092 5	0.083 9	0.086 6	0.083	0.009	3.143	0.028	0.11
2, 4-二硝基 氯苯	0.084 5	0.069 9	0.079 5	0.092 1	0.089 9	0.091 6	0.087 5	0.085	0.008	3.143	0.025	0.10
2, 4, 6-三硝 基甲苯	0.076 4	0.088 2	0.078 2	0.089 8	0.089 7	0.074 3	0.087 7	0.083	0.007	3.143	0.022	0.088

表 A1-4-5
液液萃取法

验证单位: 天津市河西区环境监测站

测试日期: 2011年3月16日

平行样品 编号	1	2	3	4	5	6	7	平均 值 ($\mu\text{g}/$ L)	标准 偏差 S ($\mu\text{g}/$ L)	t 值	检出 限 ($\mu\text{g}/$ L)	测定 下限 ($\mu\text{g}/$ L)
硝基苯	0.083 5	0.072 4	0.069 1	0.085 6	0.088 7	0.088 3	0.078 2	0.081	0.008	3.143	0.025	0.10
对-硝基甲苯	0.088 7	0.075 3	0.083 8	0.088 1	0.091 3	0.072 6	0.071 1	0.082	0.008	3.143	0.025	0.10
间-硝基甲苯	0.085 6	0.083 7	0.079 1	0.090 2	0.084 8	0.072 1	0.084 4	0.083	0.006	3.143	0.019	0.076
邻-硝基甲苯	0.089 7	0.082 1	0.094 3	0.071 3	0.085 4	0.090 3	0.090 3	0.086	0.008	3.143	0.025	0.10
对-硝基氯苯	0.071 1	0.094 6	0.086 8	0.082 1	0.087 8	0.085 2	0.070 7	0.083	0.009	3.143	0.028	0.11
间-硝基氯苯	0.089 0	0.070 2	0.089 3	0.084 5	0.071 2	0.082 6	0.084 3	0.082	0.008	3.143	0.025	0.10
邻-硝基氯苯	0.088 9	0.071 2	0.093 1	0.085 6	0.081 1	0.080 9	0.071 7	0.082	0.008	3.143	0.025	0.10
对-二硝基苯	0.079 5	0.089 0	0.080 1	0.098 9	0.071 4	0.082 1	0.079 8	0.083 0	0.009	3.143	0.028	0.11
间-二硝基苯	0.080 0	0.072 6	0.088 4	0.089 3	0.090 1	0.088 4	0.085 2	0.085	0.006	3.143	0.019	0.076
邻-二硝基苯	0.068 4	0.070 4	0.087 6	0.090 0	0.082 2	0.075 3	0.075 3	0.078	0.008	3.143	0.025	0.10
2, 6-二硝基 甲苯	0.077 3	0.076 9	0.085 1	0.092 1	0.080 5	0.070 4	0.069 7	0.079	0.008	3.143	0.025	0.10
2, 4-二硝基 甲苯	0.073 6	0.087 4	0.083 1	0.090 7	0.084 2	0.075 3	0.070 3	0.081	0.008	3.143	0.025	0.10
3, 4-二硝基 甲苯	0.065 4	0.075 6	0.086 5	0.081 3	0.090 3	0.083 2	0.077 2	0.080	0.008	3.143	0.025	0.10
2, 4-二硝基 氯苯	0.073 5	0.068 3	0.090 5	0.082 6	0.085 3	0.080 5	0.079 4	0.080	0.007	3.143	0.022	0.09
2, 4, 6-三硝 基甲苯	0.076 8	0.069 3	0.094 6	0.077 7	0.089 3	0.078 6	0.083 7	0.081	0.008	3.143	0.025	0.10

表 A1-4-6

验证单位：天津市河西区环境监测

站

固相萃取法

测试日期：2011年3月20日

平行样品 编号	1	2	3	4	5	6	7	平均 值 ($\mu\text{g}/$ L)	标准 偏差 S ($\mu\text{g}/$ L)	t 值	检出 限 ($\mu\text{g}/$ L)	测定 下限 ($\mu\text{g}/$ L)
硝基苯	0.072 3	0.093 4	0.080 8	0.083 4	0.075 6	0.090 3	0.086 1	0.083 1	0.007 6	3.143	0.024	0.096
对-硝基甲苯	0.091 2	0.088 9	0.073 9	0.084 2	0.089 6	0.086 7	0.072 1	0.083 8	0.007 7	3.143	0.024	0.10
间-硝基甲苯	0.089 5	0.073 4	0.071 5	0.088 5	0.077 9	0.080 8	0.078 9	0.080 1	0.006 9	3.143	0.022	0.09
邻-硝基甲苯	0.092 4	0.085 7	0.090 8	0.083 5	0.088 9	0.070 4	0.080 8	0.084 6	0.007 5	3.143	0.024	0.10
对-硝基氯苯	0.089 7	0.097 2	0.078 0	0.086 2	0.097 5	0.090 1	0.078 1	0.088 1	0.008 0	3.143	0.025	0.10
间-硝基氯苯	0.098 8	0.094 8	0.080 9	0.104	0.078 7	0.089 3	0.087 9	0.090 6	0.009 2	3.143	0.029	0.12
邻-硝基氯苯	0.081 9	0.093 7	0.090 5	0.104	0.079 6	0.086 9	0.091 8	0.089 8	0.008 1	3.143	0.025	0.10
对-二硝基苯	0.089 4	0.092 1	0.111	0.079 4	0.089 6	0.097 6	0.089 7	0.092 7	0.010	3.143	0.031	0.12
间-二硝基苯	0.097 9	0.083 3	0.106 0	0.086 2	0.098 0	0.105	0.080 9	0.093 9	0.010	3.143	0.031	0.12
邻-二硝基苯	0.099 7	0.089 5	0.097 3	0.092 1	0.110	0.082 4	0.088 5	0.094 2	0.009	3.143	0.028	0.11
2, 6-二硝基 甲苯	0.083 6	0.099 8	0.094 3	0.102	0.110	0.096 9	0.083 4	0.095 7	0.010	3.143	0.031	0.12
2, 4-二硝基 甲苯	0.088 1	0.094 5	0.098 9	0.115	0.089 2	0.087 9	0.099 3	0.096 1	0.009 6	3.143	0.030	0.12
3, 4-二硝基 甲苯	0.091 0	0.084 5	0.099 6	0.115	0.100	0.087 6	0.094 6	0.096 0	0.010	3.143	0.031	0.12

2, 4-二硝基 氯苯	0.088 1	0.094 6	0.090 2	0.115	0.091 1	0.097 0	0.087 5	0.094 8	0.010	3.143	0.031	0.12
2, 4, 6-三硝 基甲苯	0.106	0.093 7	0.083 2	0.079 5	0.096 0	0.090 2	0.089 4	0.091 1	0.009	3.143	0.028	0.11

表 A1-4-7

验证单位：天津市塘沽区环境监测站

液液萃取法

测试日期：2011年4月6日

平行样品 编号	1	2	3	4	5	6	7	平均 值 ($\mu\text{g}/$ L)	标准 偏差 S ($\mu\text{g}/$ L)	t 值	检出 限 ($\mu\text{g}/$ L)	测定 下限 ($\mu\text{g}/$ L)
硝基苯	0.075 5	0.089 1	0.080 5	0.087 7	0.076 3	0.090 9	0.083 0	0.083 3	0.006 2	3.143	0.019	0.076
对-硝基甲苯	0.090 3	0.089 3	0.076 0	0.080 7	0.091 7	0.083 6	0.073 0	0.083 5	0.007 3	3.143	0.023	0.092
间-硝基甲苯	0.094 8	0.083 9	0.079 2	0.092 5	0.077 3	0.091 4	0.085 4	0.086 4	0.006 8	3.143	0.021	0.084
邻-硝基甲苯	0.085 8	0.079 7	0.086 9	0.081 9	0.077 0	0.080 2	0.067 3	0.079 8	0.006 5	3.143	0.020	0.080
对-硝基氯苯	0.089 1	0.093 3	0.082 9	0.087 3	0.096 0	0.098 5	0.076 4	0.089 1	0.007 7	3.143	0.024	0.096
间-硝基氯苯	0.073 6	0.078 9	0.072 8	0.076 6	0.081 6	0.075 4	0.063 5	0.074 6	0.005 8	3.143	0.018	0.072
邻-硝基氯苯	0.082 0	0.081 2	0.075 8	0.075 1	0.086 1	0.068 7	0.066 8	0.076 5	0.007 1	3.143	0.022	0.088
对-二硝基苯	0.077 3	0.088 4	0.073 6	0.086 1	0.092 8	0.076 1	0.074 4	0.081 2	0.007 7	3.143	0.024	0.096
间-二硝基苯	0.085 3	0.092 4	0.085 0	0.095 8	0.108 9	0.091 7	0.078 8	0.091 1	0.009 7	3.143	0.030	0.12
邻-二硝基苯	0.081 3	0.093 9	0.077 2	0.082 7	0.081 9	0.070 8	0.077 6	0.080 8	0.007 1	3.143	0.022	0.088
2, 6-二硝基 甲苯	0.075 5	0.082 0	0.077 0	0.090 4	0.086 7	0.073 0	0.069 3	0.079 1	0.007 6	3.143	0.024	0.096
2, 4-二硝基	0.075	0.087	0.084	0.097	0.082	0.074	0.086	0.083	0.007	3.143	0.025	0.10

甲苯	2	6	4	2	7	0	0	9	9			
3, 4-二硝基 甲苯	0.087 9	0.083 5	0.092 4	0.104 4	0.095 4	0.079 1	0.081 8	0.089 2	0.008 7	3.143	0.027	0.11
2, 4-二硝基 氯苯	0.089 8	0.097 0	0.102 6	0.106 2	0.100 2	0.092 0	0.087 0	0.096 4	0.007 1	3.143	0.022	0.088
2, 4, 6-三硝基 甲苯	0.100 1	0.084 4	0.090 0	0.083 2	0.106 4	0.096 0	0.086 0	0.092 3	0.008 8	3.143	0.028	0.11

表 A1-4-8

验证单位: 天津市塘沽区环境监测站

固相萃取法

测试日期: 2011 年 4 月 15 日

平行样品 编号	1	2	3	4	5	6	7	平均 值 ($\mu\text{g}/\text{L}$)	标准 偏差 S ($\mu\text{g}/\text{L}$)	t 值	检出 限 ($\mu\text{g}/\text{L}$)	测定 下限 ($\mu\text{g}/\text{L}$)
硝基苯	0.078 9	0.070 4	0.090 1	0.081 8	0.085 3	0.084 2	0.073 0	0.081	0.007	3.143	0.022	0.088
对-硝基甲苯	0.090 9	0.086 0	0.074 3	0.077 4	0.092 7	0.083 7	0.083 4	0.084	0.007	3.143	0.022	0.088
间-硝基甲苯	0.074 3	0.083 3	0.091 2	0.079 1	0.072 1	0.086 3	0.073 1	0.080	0.007	3.143	0.022	0.088
邻-硝基甲苯	0.069 0	0.081 6	0.080 2	0.084 5	0.075 5	0.083 9	0.091 8	0.081	0.007	3.143	0.022	0.088
对-硝基氯苯	0.090 1	0.072 0	0.085 1	0.093 7	0.085 8	0.084 2	0.079 0	0.084	0.007	3.143	0.022	0.088
间-硝基氯苯	0.092 0	0.078 9	0.095 9	0.098 9	0.083 4	0.090 9	0.092 7	0.090	0.007	3.143	0.022	0.088
邻-硝基氯苯	0.077 1	0.072 9	0.085 2	0.082 5	0.078 1	0.075 3	0.067 0	0.077	0.006	3.143	0.019	0.076
对-二硝基苯	0.098 2	0.105	0.119	0.114	0.123	0.105	0.132	0.114	0.012	3.143	0.038	0.15
间-二硝基苯	0.102	0.103	0.132	0.126	0.107	0.115	0.127	0.116	0.012	3.143	0.038	0.15
邻-二硝基苯	0.104	0.115	0.121	0.131	0.107	0.126	0.111	0.116	0.010	3.143	0.031	0.12
2, 6-二硝基 甲苯	0.102	0.111	0.107	0.128	0.132	0.119	0.125	0.118	0.011	3.143	0.035	0.14

2, 4-二硝基 甲苯	0.119	0.108	0.126	0.131	0.105	0.109	0.117	0.116	0.010	3.143	0.031	0.12
3, 4-二硝基 甲苯	0.116	0.105	0.117	0.122	0.134	0.129	0.105	0.118	0.011	3.143	0.035	0.14
2, 4-二硝基 氯苯	0.113	0.108	0.126	0.114	0.127	0.133	0.107	0.118	0.010	3.143	0.031	0.12
2, 4, 6-三硝 基甲苯	0.122	0.127	0.139	0.132	0.111	0.112	0.105	0.121	0.012	3.143	0.038	0.15

表 A1-4-9

验证单位: 天津市东丽区环境监测站

液液萃取法

测试日期: 2011年5月18日

平行样品 编号	1	2	3	4	5	6	7	平均 值 ($\mu\text{g}/$ L)	标准 偏差 S ($\mu\text{g}/$ L)	t 值	检出 限 ($\mu\text{g}/$ L)	测定 下限 ($\mu\text{g}/$ L)
硝基苯	0.073 5	0.082 2	0.070 3	0.078 3	0.085 3	0.092 6	0.090 9	0.081 9	0.008 4	3.143	0.026	0.10
对-硝基甲苯	0.086 6	0.083 7	0.081 8	0.090 3	0.087 9	0.073 6	0.073 3	0.082 5	0.006 7	3.143	0.021	0.084
间-硝基甲苯	0.079 6	0.085 7	0.088 3	0.086 6	0.081 9	0.074 9	0.072 8	0.081 4	0.006 0	3.143	0.019	0.076
邻-硝基甲苯	0.081 5	0.087 7	0.091 4	0.075 3	0.078 7	0.092 1	0.093 4	0.085 7	0.007 2	3.143	0.023	0.092
对-硝基氯苯	0.083 8	0.080 3	0.087 1	0.072 6	0.073 8	0.093 4	0.077 5	0.081 2	0.007 5	3.143	0.024	0.096
间-硝基氯苯	0.085 5	0.089 3	0.076 3	0.084 4	0.076 8	0.091 8	0.073 2	0.082 5	0.007 1	3.143	0.022	0.088
邻-硝基氯苯	0.082 3	0.090 3	0.081 6	0.077 9	0.075 4	0.089 6	0.073 6	0.081 5	0.006 5	3.143	0.020	0.080
对-二硝基苯	0.078 7	0.082 6	0.068 7	0.080 6	0.071 0	0.089 4	0.076 1	0.078 2	0.007	3.143	0.022	0.088
间-二硝基苯	0.090 9	0.102	0.085 3	0.080 5	0.095 2	0.081 1	0.102	0.091 0	0.009	3.143	0.028	0.11
邻-二硝基苯	0.088	0.101	0.082	0.097	0.077	0.090	0.099	0.090	0.009	3.143	0.028	0.11

	3		7	5	0	1	8	9				
2, 6-二硝基 甲苯	0.092 9	0.101 3	0.090 3	0.102 5	0.083 5	0.081 8	0.103 5	0.093 5	0.009	3.143	0.028	0.11
2, 4-二硝基 甲苯	0.090 5	0.105 2	0.092 0	0.084 6	0.093 3	0.075 3	0.101 7	0.091 7	0.010	3.143	0.031	0.12
3, 4-二硝基 甲苯	0.078 5	0.098 8	0.085 0	0.102 8	0.092 8	0.083 4	0.103 9	0.091 9	0.009 8	3.143	0.031	0.12
2, 4-二硝基 氯苯	0.092 2	0.087 3	0.082 5	0.103 1	0.102 3	0.078 1	0.097 3	0.091 8	0.010	3.143	0.031	0.12
2, 4, 6-三硝基 基甲苯	0.108 5	0.080 9	0.094 9	0.103 1	0.098 8	0.092 3	0.083 2	0.094 4	0.010	3.143	0.031	0.12

表 A1-4-10

验证单位: 天津市东丽区环境监测站

固相萃取法

测试日期: 2011年5月29日

平行样品 编号	1	2	3	4	5	6	7	平均 值 ($\mu\text{g}/$ L)	标准 偏差 S ($\mu\text{g}/$ L)	t 值	检出 限 ($\mu\text{g}/$ L)	测定 下限 ($\mu\text{g}/$ L)
硝基苯	0.067 2	0.074 3	0.081 6	0.069 6	0.083 4	0.064 3	0.070 5	0.073 0	0.007	3.143	0.022	0.088
对-硝基甲苯	0.082 3	0.080 8	0.076 3	0.072 1	0.064 4	0.073 5	0.086 3	0.076 5	0.007	3.143	0.022	0.088
间-硝基甲苯	0.083 5	0.076 9	0.081 2	0.070 5	0.076 3	0.085 3	0.071 2	0.077 8	0.006	3.143	0.019	0.076
邻-硝基甲苯	0.084 4	0.074 3	0.081 2	0.076 3	0.080 9	0.065 6	0.071 7	0.076 3	0.006	3.143	0.019	0.076
对-硝基氯苯	0.076 6	0.089 5	0.084 8	0.082 1	0.090 5	0.076 2	0.075 1	0.082 1	0.006	3.143	0.019	0.076
间-硝基氯苯	0.085 9	0.081 1	0.083 2	0.072 9	0.075 4	0.079 1	0.092 2	0.081 4	0.007	3.143	0.022	0.088
邻-硝基氯苯	0.081 7	0.084 4	0.090 1	0.073 7	0.071 8	0.081 6	0.083 2	0.080 9	0.006	3.143	0.019	0.076
对-二硝基苯	0.081 3	0.090 2	0.086 5	0.092 6	0.088 3	0.073 5	0.074 3	0.083 8	0.008	3.143	0.025	0.10

间-二硝基苯	0.082 6	0.091 8	0.099 0	0.085 9	0.095 3	0.075 8	0.102	0.090 3	0.009	3.143	0.028	0.11
邻-二硝基苯	0.082 3	0.099 6	0.081 6	0.097 3	0.107	0.088 5	0.105	0.094 5	0.010	3.143	0.031	0.12
2, 6-二硝基 甲苯	0.091 6	0.094 2	0.088 5	0.096 2	0.072 3	0.098 1	0.106	0.092 4	0.010	3.143	0.031	0.12
2, 4-二硝基 甲苯	0.099 0	0.093 6	0.082 3	0.103	0.097 9	0.078 1	0.101	0.093 6	0.010	3.143	0.031	0.12
3, 4-二硝基 甲苯	0.089 6	0.093 4	0.077 3	0.104	0.095 7	0.080 9	0.101	0.091 7	0.010	3.143	0.031	0.12
2, 4-二硝基 氯苯	0.079 7	0.105	0.090 9	0.096 6	0.088 5	0.081 2	0.103	0.092 1	0.010	3.143	0.031	0.12
2, 4, 6-三硝 基甲苯	0.096 9	0.084 3	0.078 3	0.101	0.095 5	0.091 1	0.107	0.093 4	0.010	3.143	0.031	0.12

表 A1-4-11

验证单位: 天津市大港区环境监测站

液液萃取法

测试日期: 2010年10月8日

平行样品 编号	1	2	3	4	5	6	7	平均 值 ($\mu\text{g}/\text{L}$)	标准 偏差 S ($\mu\text{g}/\text{L}$)	t 值	检出 限 ($\mu\text{g}/\text{L}$)	测定 下限 ($\mu\text{g}/\text{L}$)
硝基苯	0.152	0.173	0.167	0.156	0.174	0.182	0.156	0.166	0.011	3.143	0.035	0.14
对-硝基甲苯	0.178	0.182	0.160	0.176	0.184	0.171	0.154	0.172	0.011	3.143	0.035	0.14
间-硝基甲苯	0.176	0.163	0.156	0.183	0.163	0.161	0.154	0.165	0.011	3.143	0.035	0.14
邻-硝基甲苯	0.189	0.168	0.183	0.174	0.172	0.154	0.156	0.171	0.013	3.143	0.041	0.16
对-硝基氯苯	0.173	0.194	0.171	0.172	0.196	0.182	0.157	0.178	0.014	3.143	0.044	0.18
间-硝基氯苯	0.183	0.194	0.162	0.166	0.161	0.170	0.156	0.170	0.014	3.143	0.044	0.18
邻-硝基氯苯	0.163	0.191	0.178	0.182	0.158	0.172	0.153	0.171	0.014	3.143	0.044	0.18
对-二硝基苯	0.194	0.172	0.167	0.162	0.189	0.183	0.154	0.174	0.015	3.143	0.047	0.19
间-二硝基苯	0.183	0.178	0.164	0.157	0.181	0.196	0.163	0.175	0.014	3.143	0.044	0.18
邻-二硝基苯	0.192	0.171	0.163	0.154	0.167	0.191	0.157	0.171	0.015	3.143	0.047	0.19
2, 6-二硝基 甲苯	0.195	0.191	0.173	0.178	0.159	0.174	0.156	0.175	0.015	3.143	0.047	0.19
2, 4-二硝基	0.173	0.196	0.189	0.189	0.167	0.156	0.166	0.177	0.015	3.143	0.047	0.19

甲苯												
3, 4-二硝基 甲苯	0.178	0.193	0.195	0.167	0.164	0.182	0.156	0.176	0.015	3.143	0.047	0.19
2, 4-二硝基 氯苯	0.163	0.174	0.195	0.172	0.183	0.176	0.156	0.174	0.013	3.143	0.041	0.16
2, 4, 6-三硝 基甲苯	0.182	0.193	0.182	0.161	0.178	0.186	0.156	0.177	0.013	3.143	0.041	0.16

表 A1-4-12

验证单位: 天津市大港区环境监测站

固相萃取法

测试日期: 2010年10月19日

平行样品 编号	1	2	3	4	5	6	7	平均 值 ($\mu\text{g}/$ L)	标准 偏差 S ($\mu\text{g}/$ L)	t 值	检出 限 ($\mu\text{g}/$ L)	测定 下限 ($\mu\text{g}/$ L)
硝基苯	0.159	0.146	0.162	0.143	0.181	0.158	0.168	0.160	0.013	3.143	0.041	0.16
对-硝基甲苯	0.167	0.182	0.153	0.157	0.166	0.173	0.155	0.165	0.011	3.143	0.035	0.14
间-硝基甲苯	0.162	0.179	0.166	0.153	0.171	0.178	0.151	0.166	0.011	3.143	0.035	0.14
邻-硝基甲苯	0.166	0.181	0.164	0.150	0.174	0.182	0.163	0.169	0.011	3.143	0.035	0.14
对-硝基氯苯	0.171	0.183	0.166	0.151	0.159	0.176	0.152	0.165	0.012	3.143	0.038	0.15
间-硝基氯苯	0.177	0.181	0.168	0.164	0.189	0.156	0.160	0.171	0.012	3.143	0.038	0.15
邻-硝基氯苯	0.179	0.185	0.167	0.162	0.174	0.155	0.156	0.168	0.012	3.143	0.038	0.15
对-二硝基苯	0.167	0.180	0.171	0.156	0.182	0.145	0.156	0.165	0.014	3.143	0.044	0.18
间-二硝基苯	0.159	0.182	0.163	0.141	0.177	0.158	0.145	0.161	0.015	3.143	0.047	0.19
邻-二硝基苯	0.163	0.180	0.161	0.145	0.180	0.155	0.147	0.162	0.014	3.143	0.044	0.18
2, 6-二硝基 甲苯	0.159	0.176	0.173	0.141	0.147	0.169	0.152	0.160	0.014	3.143	0.044	0.18
2, 4-二硝基 甲苯	0.154	0.167	0.175	0.184	0.162	0.156	0.145	0.163	0.013	3.143	0.041	0.16
3, 4-二硝基 甲苯	0.158	0.175	0.166	0.182	0.168	0.153	0.147	0.164	0.012	3.143	0.038	0.15
2, 4-二硝基 氯苯	0.173	0.152	0.174	0.162	0.183	0.166	0.154	0.166	0.011	3.143	0.035	0.14
2, 4, 6-三硝 基甲苯	0.168	0.156	0.182	0.162	0.175	0.152	0.149	0.163	0.012	3.143	0.038	0.15

A. 1.3 方法精密度测试数据

表 A1-5 精密度测试数据

表 A1-5-1

验证单位：国家环境保护恶臭污染控制重点实验室

液液萃取法

测试日期：2011年3月15日

化合物名称	加标浓度 (µg/L)	测定结果 (µg/L)						平均值 (µg/L)	相对标准偏差 RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
硝基苯	0.100	0.0766	0.0859	0.0872	0.0753	0.0902	0.0832	0.0831	7.2
	2.50	2.44	2.35	2.47	2.41	2.27	2.38	2.39	2.9
	5.00	4.68	4.73	4.58	4.81	4.66	4.72	4.70	1.7
对-硝基甲苯	0.100	0.0822	0.0816	0.0788	0.0962	0.0844	0.0879	0.0852	7.3
	2.50	2.35	2.41	2.36	2.47	2.26	2.49	2.39	3.8
	5.00	4.83	4.75	4.66	4.91	4.87	4.90	4.82	2.1
间-硝基甲苯	0.100	0.0726	0.0873	0.0881	0.0762	0.0911	0.0853	0.0834	8.8
	2.50	2.41	2.39	2.46	2.44	2.45	2.33	2.41	2.1
	5.00	4.61	4.79	4.68	4.75	4.78	4.66	4.71	1.5
邻-硝基甲苯	0.100	0.0750	0.0837	0.0892	0.0723	0.0835	0.0921	0.0826	9.3
	2.50	2.35	2.43	2.46	2.41	2.28	2.40	2.39	2.5
	5.00	4.58	4.81	4.66	4.95	4.76	4.80	4.76	2.7
对-硝基氯苯	0.100	0.0716	0.0835	0.0882	0.0774	0.0937	0.0864	0.0835	9.5
	2.50	2.47	2.38	2.44	2.36	2.30	2.41	2.39	2.6
	5.00	4.56	4.80	4.61	4.72	4.85	4.90	4.74	2.8
间-硝基氯苯	0.100	0.0753	0.0877	0.0861	0.0759	0.0922	0.0846	0.0836	8.0
	2.50	2.40	2.31	2.46	2.42	2.49	2.44	2.42	2.5
	5.00	4.73	4.65	4.61	4.87	4.76	4.81	4.74	2.1
邻-硝基氯苯	0.100	0.0738	0.0836	0.0859	0.0763	0.0918	0.0862	0.0829	8.1
	2.50	2.35	2.45	2.51	2.47	2.46	2.34	2.43	2.8
	5.00	4.69	4.58	4.93	4.82	4.86	4.77	4.78	2.6
2,4,6-三硝基甲苯	0.100	0.0744	0.0837	0.0893	0.0736	0.0718	0.0802	0.0788	8.6
	2.50	2.25	2.31	2.44	2.39	2.26	2.46	2.35	3.9
	5.00	4.66	4.59	4.78	4.83	4.70	4.85	4.74	2.2
对-二硝	0.100	0.0738	0.0819	0.0806	0.0738	0.0879	0.0811	0.0799	6.8

基苯	2.50	2.33	2.28	2.40	2.37	2.36	2.31	2.34	1.9
	5.00	4.69	4.57	4.86	4.88	4.62	4.79	4.74	2.7
间-二硝基苯	0.100	0.0747	0.0859	0.0832	0.0705	0.0755	0.0738	0.0773	7.8
	2.50	2.41	2.29	2.35	2.37	2.40	2.26	2.35	2.6
	5.00	4.62	4.75	4.68	4.58	4.74	4.81	4.70	1.8
邻-二硝基苯	0.100	0.0819	0.0763	0.0726	0.0741	0.0836	0.0717	0.0767	6.5
	2.50	2.37	2.26	2.43	2.31	2.38	2.45	2.37	3.0
	5.00	4.81	4.76	4.58	4.82	4.85	4.93	4.79	2.5
2,6-二硝基甲苯	0.100	0.0731	0.0768	0.0827	0.0793	0.0844	0.0709	0.0779	6.8
	2.50	2.43	2.27	2.36	2.40	2.34	2.29	2.35	2.6
	5.00	4.57	4.72	4.66	4.81	4.59	4.71	4.68	1.9
2,4-二硝基甲苯	0.100	0.0722	0.0738	0.0746	0.0751	0.0803	0.0782	0.0757	4.0
	2.50	2.44	2.35	2.37	2.26	2.31	2.42	2.36	2.8
	5.00	4.62	4.78	4.86	4.61	4.89	4.74	4.75	2.5
3,4-二硝基甲苯	0.100	0.0747	0.0782	0.0708	0.0755	0.0849	0.0723	0.0761	6.6
	2.50	2.38	2.40	2.47	2.26	2.35	2.42	2.38	3.0
	5.00	4.66	4.71	4.82	4.63	4.56	4.74	4.69	1.9
2,4-二硝基氯苯	0.100	0.0755	0.0823	0.0729	0.0716	0.0792	0.0837	0.0775	6.5
	2.50	2.44	2.36	2.25	2.40	2.31	2.45	2.37	3.3
	5.00	4.68	4.78	4.81	4.57	4.88	4.92	4.77	2.7
1-溴-2-硝基苯	0.100	0.0737	0.0752	0.0722	0.0806	0.0835	0.0768	0.0770	5.6
	2.50	2.33	2.45	2.37	2.41	2.28	2.36	2.37	2.5
	5.00	4.65	4.78	4.86	4.90	4.73	4.68	4.77	2.1
五氯硝基苯	0.100	0.0799	0.0753	0.0816	0.0827	0.0844	0.0721	0.0793	5.9
	2.50	2.39	2.41	2.47	2.34	2.35	2.26	2.37	3.0
	5.00	4.69	4.77	4.82	4.58	4.86	4.57	4.72	2.6

表 A1-5-2

验证单位: 国家环境保护恶臭污染控制重点实验室

固相萃取法

测试日期: 2011年3月25日

化合物名称	加标浓度(μg/L)	测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	相对标准偏差RSD(%)
		1	2	3	4	5	6		
硝基苯	0.100	0.0843	0.0756	0.0857	0.0802	0.0849	0.0888	0.0833	5.6
	2.50	2.49	2.37	2.39	2.47	2.29	2.52	2.42	3.7

	5.00	4.83	4.69	4.95	4.72	4.58	4.62	4.73	3.0
对-硝基 甲苯	0.100	0.0833	0.0768	0.0902	0.0736	0.0827	0.0872	0.0823	7.5
	2.50	2.47	2.39	2.43	2.38	2.51	2.36	2.42	2.5
	5.00	4.91	4.76	4.88	4.96	4.71	4.83	4.84	1.9
间-硝基 甲苯	0.100	0.0893	0.0761	0.0914	0.0849	0.0782	0.0806	0.0834	7.4
	2.50	2.39	2.51	2.46	2.41	2.47	2.33	2.43	2.5
	5.00	4.68	4.75	4.91	4.59	4.96	4.88	4.80	2.9
邻-硝基 甲苯	0.100	0.0763	0.0863	0.0725	0.0819	0.0844	0.0788	0.0800	6.5
	2.50	2.43	2.49	2.45	2.36	2.53	2.35	2.44	2.9
	5.00	4.59	4.83	4.96	5.04	4.67	4.74	4.81	3.5
对-硝基 氯苯	0.100	0.0766	0.0728	0.0846	0.0822	0.0837	0.0831	0.0805	5.8
	2.50	2.41	2.39	2.45	2.32	2.50	2.44	2.42	2.5
	5.00	4.81	4.63	4.85	5.04	4.71	4.58	4.77	3.5
间-硝基 氯苯	0.100	0.0863	0.0826	0.0905	0.0758	0.0791	0.0837	0.0830	6.3
	2.50	2.38	2.47	2.43	2.31	2.46	2.45	2.42	2.5
	5.00	4.88	4.62	4.75	4.81	4.69	4.92	4.78	2.3
邻-硝基 氯苯	0.100	0.0831	0.0906	0.0834	0.0822	0.0863	0.0762	0.0836	5.7
	2.50	2.41	2.37	2.29	2.46	2.47	2.33	2.39	3.0
	5.00	4.85	4.62	4.96	4.77	4.69	4.82	4.79	2.5
2,4,6-三 硝基甲 苯	0.100	0.0792	0.0753	0.0826	0.0875	0.0749	0.0838	0.0806	6.2
	2.50	2.43	2.50	2.39	2.46	2.41	2.32	2.42	2.6
	5.00	4.78	4.93	4.85	4.81	4.68	4.94	4.83	2.0
对-二硝 基苯	0.100	0.0815	0.0742	0.0785	0.0866	0.0838	0.0816	0.0810	5.3
	2.50	2.40	2.37	2.28	2.24	2.29	2.34	2.32	2.6
	5.00	4.56	4.37	4.64	4.48	4.51	4.63	4.53	2.2
间-二硝 基苯	0.100	0.0792	0.0763	0.0805	0.0747	0.0829	0.0855	0.0799	5.0
	2.50	2.44	2.27	2.31	2.21	2.46	2.38	2.35	4.2
	5.00	4.56	4.68	4.85	4.73	4.62	4.74	4.70	2.1
邻-二硝 基苯	0.100	0.0728	0.0751	0.0835	0.0812	0.0880	0.0831	0.0806	7.1
	2.50	2.34	2.28	2.31	2.46	2.22	2.35	2.33	3.4
	5.00	4.65	4.78	4.71	4.56	4.79	4.85	4.72	2.2
2,6-二硝 基甲苯	0.100	0.0755	0.0786	0.0745	0.0840	0.0883	0.0801	0.0802	6.5
	2.50	2.41	2.36	2.28	2.34	2.41	2.35	2.36	2.1
	5.00	4.59	4.72	4.91	4.85	4.66	4.78	4.75	2.5

2,4-二硝基甲苯	0.100	0.0783	0.0746	0.0827	0.0741	0.0896	0.0859	0.0809	7.8
	2.50	2.37	2.41	2.46	2.28	2.29	2.35	2.36	2.9
	5.00	4.51	4.85	4.66	4.58	4.73	4.82	4.69	2.9
3,4-二硝基甲苯	0.100	0.0765	0.0755	0.0833	0.0807	0.0871	0.0786	0.0803	5.5
	2.50	2.42	2.49	2.25	2.32	2.38	2.37	2.37	3.5
	5.00	4.57	4.73	4.82	4.66	4.59	4.65	4.67	2.0
2,4-二硝基氯苯	0.100	0.0822	0.0768	0.0732	0.0775	0.0852	0.0863	0.0802	6.5
	2.50	2.26	2.38	2.47	2.44	2.37	2.36	2.38	3.1
	5.00	4.81	4.53	4.62	4.76	4.55	4.81	4.68	2.8
1-溴-2-硝基苯	0.100	0.0735	0.0705	0.0780	0.0832	0.0851	0.0733	0.0773	7.6
	2.50	2.27	2.42	2.35	2.38	2.30	2.47	2.37	3.1
	5.00	4.82	4.77	4.80	4.65	4.61	4.57	4.70	2.3
五氯硝基苯	0.100	0.0727	0.0735	0.0760	0.0832	0.0855	0.0799	0.0785	6.8
	2.50	2.27	2.44	2.35	2.43	2.49	2.30	2.38	3.7
	5.00	4.56	4.87	4.85	4.64	4.71	4.76	4.73	2.5

表 A1-5-3

验证单位: 农业部环境保护科研监测所

液液萃取法

测试日期: 2011年4月10日

化合物名称	加标浓度(μg/L)	测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	相对标准偏差RSD(%)
		1	2	3	4	5	6		
硝基苯	0.100	0.0846	0.0769	0.0824	0.0724	0.0767	0.0846	0.0796	6.3
	2.50	2.34	2.31	2.25	2.16	2.21	2.27	2.26	3.1
	5.00	4.76	4.58	4.49	4.68	4.37	4.28	4.53	4.0
对-硝基甲苯	0.100	0.0867	0.0799	0.0758	0.0682	0.0854	0.0901	0.0810	10.0
	2.50	2.36	2.31	2.31	2.17	2.25	2.33	2.29	3.1
	5.00	4.78	4.46	4.59	4.89	4.66	4.59	4.66	3.2
间-硝基甲苯	0.100	0.0866	0.0794	0.0681	0.0798	0.0902	0.0695	0.0789	11.3
	2.50	2.36	2.25	2.26	2.48	2.32	2.21	2.31	4.3
	5.00	4.54	4.65	4.87	4.48	4.79	4.72	4.68	3.2
邻-硝基甲苯	0.100	0.0677	0.0689	0.0875	0.0798	0.0845	0.0901	0.0798	11.9
	2.50	2.35	2.44	2.25	2.23	2.21	2.41	2.32	4.3
	5.00	4.64	4.47	4.97	4.65	4.58	4.54	4.64	3.7
对-硝基	0.100	0.0786	0.0665	0.0782	0.0785	0.0901	0.0769	0.0781	9.6

氯苯	2.50	2.24	2.35	2.41	2.23	2.31	2.24	2.30	3.2
	5.00	4.65	4.48	4.59	4.26	4.88	4.87	4.62	5.1
间-硝基 氯苯	0.100	0.0766	0.0781	0.0758	0.0903	0.0879	0.0856	0.0824	7.6
	2.50	2.45	2.18	2.21	2.36	2.49	2.23	2.32	5.6
	5.00	4.48	4.56	4.69	4.77	4.89	4.45	4.64	3.7
邻-硝基 氯苯	0.100	0.0778	0.0659	0.0748	0.0698	0.0904	0.0881	0.0778	12.6
	2.50	2.26	2.48	2.16	2.48	2.36	2.25	2.33	5.6
	5.00	4.59	4.68	4.49	4.88	4.79	4.65	4.68	3.0
2,4,6-三 硝基甲 苯	0.100	0.0855	0.0857	0.0793	0.0726	0.0906	0.0782	0.0820	7.9
	2.50	2.49	2.25	2.25	2.31	2.16	2.21	2.28	5.0
	5.00	4.59	4.48	4.68	4.59	4.84	4.77	4.66	2.8
对-二硝 基苯	0.100	0.0784	0.0785	0.0886	0.0693	0.0904	0.0785	0.0806	9.7
	2.50	2.36	2.25	2.45	2.32	2.36	2.17	2.32	4.2
	5.00	4.76	4.48	4.49	4.88	4.69	4.63	4.66	3.3
间-二硝 基苯	0.100	0.0885	0.0826	0.0765	0.0789	0.0765	0.0818	0.0808	5.7
	2.50	2.51	2.26	2.32	2.36	2.24	2.29	2.33	4.2
	5.00	4.59	4.77	4.84	4.47	4.56	4.77	4.67	3.1
邻-二硝 基苯	0.100	0.0878	0.0769	0.0826	0.0791	0.0746	0.0697	0.0785	8.0
	2.50	2.25	2.33	2.26	2.37	2.50	2.14	2.31	5.3
	5.00	4.78	4.54	4.56	4.78	4.69	4.44	4.63	3.0
2,6-二硝 基甲苯	0.100	0.0769	0.0854	0.0795	0.0825	0.0796	0.0847	0.0814	4.1
	2.50	2.24	2.26	2.30	2.25	2.36	2.24	2.28	2.1
	5.00	4.66	4.49	4.62	4.82	4.67	4.44	4.62	3.0
2,4-二硝 基甲苯	0.100	0.0812	0.0902	0.0681	0.0825	0.0891	0.0777	0.0815	9.9
	2.50	2.37	2.32	2.25	2.16	2.31	2.15	2.26	4.0
	5.00	4.69	4.41	4.79	4.77	4.47	4.66	4.63	3.4
3,4-二硝 基甲苯	0.100	0.0779	0.0754	0.0714	0.0769	0.0859	0.0838	0.0786	6.9
	2.50	2.48	2.19	2.29	2.26	2.32	2.21	2.29	4.5
	5.00	4.78	4.68	4.79	4.42	4.54	4.54	4.63	3.2
2,4-二硝 基氯苯	0.100	0.0845	0.0857	0.0723	0.0748	0.0778	0.0796	0.0791	6.7
	2.50	2.56	2.25	2.21	2.16	2.22	2.36	2.29	6.4
	5.00	4.60	4.77	4.78	4.89	4.96	4.26	4.71	5.4
1-溴-2- 硝基苯	0.100	0.0857	0.0694	0.0714	0.0816	0.0784	0.0765	0.0772	7.9
	2.50	2.29	2.22	2.36	2.24	2.38	2.41	2.32	3.4

	5.00	4.55	4.68	4.87	4.42	4.63	4.69	4.64	3.3
五氯硝基苯	0.100	0.0819	0.0796	0.0826	0.0766	0.0796	0.0759	0.0794	3.4
	2.50	2.35	2.25	2.41	2.26	2.31	2.20	2.30	3.3
	5.00	4.54	4.71	4.52	4.69	4.39	4.77	4.60	3.1

表 A1-5-4

验证单位: 农业部环境保护科研监测所

固相萃取法

测试日期: 2011年4月15日

化合物名称	加标浓度 (µg/L)	测定结果(µg/L)						平均值 (µg/L)	相对标准偏差 RSD(%)
		1	2	3	4	5	6		
硝基苯	0.100	0.0744	0.0865	0.0833	0.0841	0.0812	0.0788	0.0814	5.3
	2.50	2.19	2.21	2.28	2.34	2.07	2.21	2.22	4.1
	5.00	4.58	4.46	4.37	4.54	4.45	4.41	4.47	1.8
对-硝基甲苯	0.100	0.0798	0.0788	0.0812	0.0836	0.0877	0.0879	0.0832	4.7
	2.50	2.22	2.14	2.57	2.34	2.21	2.28	2.29	6.6
	5.00	4.87	4.74	4.48	4.66	4.57	4.57	4.65	3.0
间-硝基甲苯	0.100	0.0851	0.0774	0.0816	0.0866	0.0863	0.0814	0.0831	4.3
	2.50	2.50	2.33	2.35	2.41	2.47	2.13	2.37	5.5
	5.00	4.55	4.57	4.79	4.81	4.91	4.58	4.70	3.2
邻-硝基甲苯	0.100	0.0833	0.0763	0.0755	0.0909	0.0824	0.0788	0.0812	7.0
	2.50	2.44	2.25	2.33	2.26	2.53	2.21	2.34	5.1
	5.00	4.51	4.78	4.77	5.01	4.54	4.19	4.63	6.0
对-硝基氯苯	0.100	0.0784	0.0773	0.0856	0.0877	0.0891	0.0901	0.0847	6.5
	2.50	2.46	2.64	2.21	2.21	2.35	2.49	2.39	7.1
	5.00	4.61	4.24	4.85	5.02	4.33	4.54	4.60	6.5
间-硝基氯苯	0.100	0.0873	0.0786	0.0885	0.0787	0.0901	0.0847	0.0847	5.9
	2.50	2.48	2.22	2.32	2.31	2.51	2.31	2.36	4.7
	5.00	4.78	4.69	4.77	4.87	4.64	4.61	4.73	2.1
邻-硝基氯苯	0.100	0.0789	0.0876	0.0764	0.0798	0.0777	0.0877	0.0814	6.1
	2.50	2.45	2.33	2.25	2.38	2.45	2.45	2.39	3.4
	5.00	4.88	4.78	4.66	4.74	4.79	4.85	4.78	1.7
2,4,6-三硝基甲苯	0.100	0.0778	0.0856	0.0836	0.0796	0.0765	0.0839	0.0812	4.6
	2.50	2.15	2.31	2.14	2.36	2.22	2.18	2.23	4.0
	5.00	4.58	4.33	4.58	4.41	4.26	4.49	4.44	3.0

对-二硝基苯	0.100	0.0785	0.0849	0.0769	0.0833	0.0824	0.0798	0.0810	3.8
	2.50	2.14	2.18	2.31	2.26	2.17	2.25	2.22	2.9
	5.00	4.27	4.58	4.29	4.36	4.49	4.26	4.38	3.0
间-二硝基苯	0.100	0.0872	0.0833	0.0816	0.0787	0.0825	0.0869	0.0834	4.0
	2.50	2.22	2.36	2.17	2.25	2.13	2.18	2.22	3.6
	5.00	4.60	4.27	4.38	4.34	4.67	4.48	4.46	3.5
邻-二硝基苯	0.100	0.0828	0.0851	0.0755	0.0901	0.0780	0.0815	0.0822	6.3
	2.50	2.15	2.28	2.36	2.18	2.21	2.15	2.22	3.7
	5.00	4.27	4.39	4.58	4.29	4.34	4.52	4.40	2.9
2,6-二硝基甲苯	0.100	0.0854	0.0826	0.0788	0.0824	0.0799	0.0821	0.0819	2.8
	2.50	2.17	2.18	2.25	2.33	2.16	2.34	2.24	3.6
	5.00	4.45	4.37	4.18	4.29	4.64	4.54	4.41	3.8
2,4-二硝基甲苯	0.100	0.0867	0.0879	0.0779	0.0724	0.0879	0.0852	0.0830	7.7
	2.50	2.25	2.18	2.06	2.24	2.21	2.14	2.18	3.3
	5.00	4.48	4.58	4.23	4.36	4.14	4.29	4.35	3.7
3,4-二硝基甲苯	0.100	0.0885	0.0687	0.0759	0.0907	0.0771	0.0886	0.0816	10.9
	2.50	2.14	2.07	2.19	2.32	2.23	2.29	2.21	4.3
	5.00	4.49	4.38	4.79	4.41	4.16	4.49	4.45	4.6
2,4-二硝基氯苯	0.100	0.0748	0.0732	0.0763	0.0796	0.0984	0.0876	0.0817	11.9
	2.50	2.15	2.26	2.17	2.21	2.06	2.24	2.18	3.3
	5.00	4.26	4.58	4.69	4.38	4.46	4.33	4.45	3.6
1-溴-2-硝基苯	0.100	0.0867	0.0775	0.0789	0.0832	0.0763	0.0744	0.0795	5.8
	2.50	2.21	2.24	2.26	2.18	2.36	2.09	2.22	4.1
	5.00	4.79	4.66	4.28	4.58	4.64	4.39	4.56	4.1
五氯硝基苯	0.100	0.0797	0.0857	0.0760	0.0840	0.0760	0.0825	0.0807	5.1
	2.50	2.22	2.09	2.24	2.17	2.28	2.34	2.22	3.9
	5.00	4.39	4.58	4.33	4.59	4.28	4.62	4.47	3.3

表 A1-5-5

验证单位：天津市河西区环境监测站

液液萃取法

测试日期：2011年3月16日

化合物名称	加标浓度(μg/L)	测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	相对标准偏差RSD(%)
		1	2	3	4	5	6		
硝基苯	0.100	0.0786	0.0879	0.0812	0.0813	0.0802	0.0792	0.0814	4.2

	2.50	2.45	2.27	2.25	2.26	2.44	2.39	2.34	3.8
	5.00	4.78	4.53	4.88	4.61	4.76	4.62	4.70	2.8
对-硝基 甲苯	0.100	0.0852	0.0916	0.0768	0.0862	0.0824	0.0839	0.0844	5.8
	2.50	2.37	2.35	2.43	2.47	2.32	2.33	2.38	2.5
	5.00	4.63	4.85	4.96	4.81	4.77	4.66	4.78	2.5
间-硝基 甲苯	0.100	0.0776	0.0823	0.0781	0.0862	0.0811	0.0753	0.0801	4.9
	2.50	2.41	2.26	2.32	2.35	2.45	2.37	2.36	3.0
	5.00	4.61	4.79	4.68	4.75	4.78	4.66	4.71	1.5
邻-硝基 甲苯	0.100	0.0850	0.0907	0.0792	0.0823	0.0795	0.0821	0.0831	5.2
	2.50	2.33	2.33	2.41	2.35	2.47	2.29	2.36	3.0
	5.00	4.78	4.51	4.96	4.85	4.96	4.84	4.82	3.5
对-硝基 氯苯	0.100	0.0916	0.0875	0.0802	0.0834	0.0857	0.0794	0.0846	5.4
	2.50	2.31	2.42	2.36	2.47	2.38	2.29	2.37	2.8
	5.00	4.76	4.90	4.81	4.82	4.95	4.51	4.79	3.2
间-硝基 氯苯	0.100	0.0783	0.0837	0.0821	0.0799	0.0822	0.0896	0.0826	4.7
	2.50	2.48	2.43	2.29	2.38	2.34	2.27	2.37	3.4
	5.00	4.83	4.95	4.71	4.77	4.86	4.91	4.84	1.9
邻-硝基 氯苯	0.100	0.0838	0.0816	0.0789	0.0903	0.0818	0.0862	0.0838	4.8
	2.50	2.25	2.48	2.35	2.39	2.38	2.48	2.39	3.6
	5.00	4.99	4.68	4.83	4.52	4.76	4.87	4.78	3.4
2,4,6-三 硝基甲 苯	0.100	0.0854	0.0907	0.0823	0.0836	0.0798	0.0782	0.0833	5.3
	2.50	2.45	2.32	2.28	2.36	2.46	2.27	2.36	3.5
	5.00	4.76	4.69	4.58	4.73	4.80	4.65	4.70	1.7
对-二硝 基苯	0.100	0.0788	0.0809	0.0786	0.0758	0.0839	0.0851	0.0805	4.3
	2.50	2.41	2.26	2.32	2.35	2.45	2.27	2.34	3.2
	5.00	4.89	4.77	4.56	4.68	4.72	4.69	4.72	2.3
间-二硝 基苯	0.100	0.0847	0.0779	0.0862	0.0805	0.0795	0.0788	0.0813	4.2
	2.50	2.43	2.33	2.49	2.47	2.32	2.31	2.39	3.4
	5.00	4.72	4.85	4.58	4.68	4.84	4.71	4.73	2.2
邻-二硝 基苯	0.100	0.0769	0.0733	0.0786	0.0821	0.0736	0.0767	0.0769	4.3
	2.50	2.31	2.45	2.43	2.33	2.25	2.44	2.37	3.5
	5.00	4.71	4.96	4.68	4.52	4.75	4.83	4.74	3.1
2,6-二硝 基甲苯	0.100	0.0831	0.0758	0.0787	0.0743	0.0824	0.0769	0.0785	4.6
	2.50	2.25	2.43	2.35	2.41	2.44	2.30	2.36	3.3

	5.00	4.77	4.82	4.56	4.61	4.89	4.61	4.71	2.9
2,4-二硝基甲苯	0.100	0.0752	0.0788	0.0776	0.0791	0.0833	0.0742	0.0780	4.1
	2.50	2.32	2.46	2.43	2.25	2.38	2.45	2.38	3.5
	5.00	4.82	4.68	4.76	4.81	4.79	4.64	4.75	1.6
3,4-二硝基甲苯	0.100	0.0767	0.0772	0.0738	0.0775	0.0819	0.0753	0.0771	3.5
	2.50	2.28	2.30	2.37	2.46	2.25	2.32	2.33	3.2
	5.00	4.56	4.81	4.62	4.53	4.46	4.84	4.64	3.3
2,4-二硝基氯苯	0.100	0.0735	0.0843	0.0719	0.0756	0.0732	0.0817	0.0767	6.6
	2.50	2.34	2.26	2.45	2.22	2.41	2.35	2.34	3.7
	5.00	4.78	4.88	4.51	4.67	4.68	4.82	4.72	2.8
1-溴-2-硝基苯	0.100	0.0742	0.0733	0.0752	0.0786	0.0815	0.0748	0.0763	4.1
	2.50	2.23	2.35	2.47	2.31	2.48	2.26	2.35	4.5
	5.00	4.85	4.68	4.76	4.82	4.63	4.58	4.72	2.3
五氯硝基苯	0.100	0.0749	0.0783	0.0826	0.0807	0.0784	0.0751	0.0783	3.8
	2.50	2.29	2.31	2.37	2.24	2.45	2.46	2.35	3.8
	5.00	4.39	4.57	4.42	4.88	4.66	4.77	4.62	4.2

表 A1-5-6

验证单位: 天津市河西区环境监测站

固相萃取法

测试日期: 2011年3月20日

化合物名称	加标浓度(μg/L)	测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	相对标准偏差RSD(%)
		1	2	3	4	5	6		
硝基苯	0.100	0.0863	0.0856	0.0757	0.0902	0.0849	0.0868	0.0849	5.8
	2.50	2.48	2.22	2.44	2.38	2.23	2.37	2.33	4.3
	5.00	4.33	4.49	4.65	4.62	4.88	4.82	4.63	4.3
对-硝基甲苯	0.100	0.0793	0.0900	0.0792	0.0836	0.0857	0.0822	0.0833	4.9
	2.50	2.49	2.26	2.37	2.31	2.40	2.23	2.34	4.3
	5.00	4.71	4.66	4.78	4.56	4.91	4.53	4.69	3.0
间-硝基甲苯	0.100	0.0813	0.0791	0.0814	0.0907	0.0792	0.0826	0.0824	5.2
	2.50	2.22	2.48	2.37	2.29	2.41	2.39	2.36	3.8
	5.00	4.98	4.55	4.41	4.79	4.66	4.92	4.72	4.7
邻-硝基甲苯	0.100	0.0863	0.0783	0.0905	0.0839	0.0864	0.0848	0.0850	4.7
	2.50	2.31	2.43	2.23	2.45	2.52	2.34	2.38	4.6
	5.00	4.89	4.53	4.76	4.86	4.97	4.54	4.76	4.0

对-硝基 氯苯	0.100	0.0906	0.0828	0.0866	0.0842	0.0857	0.0821	0.0853	3.6
	2.50	2.22	2.48	2.37	2.29	2.41	2.39	2.36	3.9
	5.00	4.51	4.93	4.65	4.87	4.51	4.78	4.71	3.8
间-硝基 氯苯	0.100	0.0863	0.0826	0.0905	0.0778	0.0791	0.0837	0.0833	5.6
	2.50	2.45	2.43	2.21	2.37	2.47	2.39	2.39	3.8
	5.00	4.68	4.72	4.85	4.91	4.79	4.62	4.76	2.3
邻-硝基 氯苯	0.100	0.0781	0.0876	0.0794	0.0902	0.0833	0.0842	0.0838	5.5
	2.50	2.47	2.22	2.33	2.45	2.36	2.41	2.37	3.9
	5.00	4.65	4.92	4.76	4.87	4.89	4.52	4.77	3.3
2,4,6-三 硝基甲 苯	0.100	0.0892	0.0903	0.0856	0.0795	0.0849	0.0858	0.0859	4.4
	2.50	2.36	2.21	2.38	2.47	2.44	2.31	2.36	4.0
	5.00	4.98	4.83	4.75	4.91	4.88	4.64	4.83	2.5
对-二硝 基苯	0.100	0.0905	0.0792	0.0835	0.0856	0.0818	0.0856	0.0844	4.6
	2.50	2.31	2.44	2.38	2.45	2.36	2.26	2.37	3.1
	5.00	4.76	4.47	4.64	4.58	4.81	4.83	4.68	3.0
间-二硝 基苯	0.100	0.0852	0.0793	0.0905	0.0847	0.0889	0.0835	0.0854	4.7
	2.50	2.23	2.49	2.31	2.31	2.39	2.42	2.36	3.9
	5.00	4.36	4.98	4.65	4.83	4.52	4.64	4.66	4.7
邻-二硝 基苯	0.100	0.0798	0.0771	0.0905	0.0872	0.0844	0.0831	0.0837	5.9
	2.50	2.45	2.39	2.22	2.33	2.45	2.27	2.35	4.0
	5.00	4.75	4.88	4.61	4.76	4.59	4.65	4.71	2.3
2,6-二硝 基甲苯	0.100	0.0835	0.0886	0.0805	0.0856	0.0847	0.0881	0.0852	3.5
	2.50	2.34	2.46	2.43	2.25	2.31	2.49	2.38	3.9
	5.00	4.79	4.32	4.81	4.95	4.76	4.68	4.72	4.5
2,4-二硝 基甲苯	0.100	0.0903	0.0876	0.0797	0.0851	0.0866	0.0849	0.0857	4.1
	2.50	2.26	2.43	2.31	2.35	2.44	2.31	2.35	3.1
	5.00	4.81	4.65	4.56	4.88	4.53	4.72	4.69	2.9
3,4-二硝 基甲苯	0.100	0.0865	0.0795	0.0813	0.0907	0.0791	0.0886	0.0843	5.9
	2.50	2.34	2.49	2.38	2.26	2.36	2.44	2.38	3.4
	5.00	4.67	4.83	4.52	4.76	4.79	4.55	4.69	2.8
2,4-二硝 基氯苯	0.100	0.0792	0.0868	0.0832	0.0785	0.0752	0.0803	0.0805	5.0
	2.50	2.48	2.33	2.45	2.42	2.35	2.29	2.39	3.1
	5.00	4.91	4.63	4.72	4.56	4.85	4.61	4.71	3.0
1-溴-2-	0.100	0.0742	0.0733	0.0752	0.0786	0.0815	0.0748	0.0763	4.1

硝基苯	2.50	2.23	2.35	2.47	2.31	2.48	2.26	2.35	4.5
	5.00	4.85	4.68	4.76	4.82	4.63	4.58	4.72	2.3
五氯硝基苯	0.100	0.0749	0.0783	0.0826	0.0807	0.0784	0.0751	0.0783	3.8
	2.50	2.29	2.31	2.37	2.24	2.45	2.46	2.35	3.8
	5.00	4.39	4.57	4.42	4.88	4.66	4.77	4.62	4.2

表 A1-5-7

验证单位: 天津市塘沽区环境监测站

液液萃取法

测试日期: 2011年4月6日

化合物名称	加标浓度(μg/L)	测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	相对标准偏差RSD(%)
		1	2	3	4	5	6		
硝基苯	0.100	0.0743	0.0833	0.0845	0.0730	0.0874	0.0807	0.0805	7.2
	2.50	2.36	2.27	2.39	2.33	2.20	2.30	2.31	3.0
	5.00	4.53	4.58	4.44	4.66	4.52	4.57	4.55	1.5
对-硝基甲苯	0.100	0.0805	0.0799	0.0772	0.0942	0.0827	0.0861	0.0834	7.3
	2.50	2.30	2.36	2.31	2.42	2.21	2.44	2.34	3.8
	5.00	4.73	4.65	4.56	4.81	4.77	4.80	4.72	2.1
间-硝基甲苯	0.100	0.0667	0.0803	0.0810	0.0701	0.0838	0.0784	0.0767	8.9
	2.50	2.21	2.19	2.26	2.24	2.25	2.14	2.22	2.3
	5.00	4.24	4.40	4.30	4.37	4.39	4.28	4.33	1.6
邻-硝基甲苯	0.100	0.0705	0.0786	0.0838	0.0679	0.0784	0.0865	0.0776	9.4
	2.50	2.20	2.28	2.31	2.26	2.14	2.25	2.24	2.7
	5.00	4.30	4.52	4.38	4.65	4.47	4.51	4.47	2.7
对-硝基氯苯	0.100	0.0687	0.0801	0.0846	0.0743	0.0899	0.0829	0.0801	9.5
	2.50	2.37	2.28	2.34	2.26	2.20	2.31	2.29	2.7
	5.00	4.37	4.60	4.42	4.53	4.65	4.70	4.55	2.9
间-硝基氯苯	0.100	0.0745	0.0868	0.0852	0.0751	0.0912	0.0837	0.0828	8.1
	2.50	2.37	2.28	2.43	2.39	2.46	2.41	2.39	2.5
	5.00	4.68	4.60	4.56	4.82	4.71	4.76	4.69	2.1
邻-硝基氯苯	0.100	0.0671	0.0760	0.0781	0.0694	0.0835	0.0784	0.0754	8.1
	2.50	2.13	2.22	2.28	2.24	2.23	2.12	2.20	2.9
	5.00	4.26	4.16	4.48	4.38	4.42	4.34	4.34	2.6
2,4,6-三硝基甲	0.100	0.0691	0.0778	0.0830	0.0684	0.0667	0.0745	0.0733	8.6
	2.50	2.09	2.14	2.26	2.22	2.10	2.28	2.18	3.8

苯	5.00	4.33	4.26	4.44	4.49	4.37	4.51	4.40	2.2
对-二硝基苯	0.100	0.0774	0.0859	0.0846	0.0774	0.0922	0.0851	0.0838	6.7
	2.50	2.44	2.39	2.52	2.48	2.47	2.42	2.45	1.9
	5.00	4.92	4.79	5.10	5.12	4.85	5.02	4.97	2.7
间-二硝基苯	0.100	0.0679	0.0781	0.0757	0.0641	0.0687	0.0671	0.0703	7.7
	2.50	2.19	2.08	2.13	2.15	2.18	2.05	2.13	2.6
	5.00	4.20	4.32	4.25	4.16	4.31	4.37	4.27	1.9
邻-二硝基苯	0.100	0.0794	0.0740	0.0704	0.0718	0.0810	0.0695	0.0744	6.5
	2.50	2.29	2.19	2.35	2.24	2.30	2.37	2.29	2.9
	5.00	4.66	4.61	4.44	4.67	4.70	4.78	4.64	2.5
2,6-二硝基甲苯	0.100	0.0716	0.0752	0.0810	0.0777	0.0827	0.0694	0.0763	6.8
	2.50	2.38	2.22	2.31	2.35	2.29	2.24	2.30	2.7
	5.00	4.47	4.62	4.56	4.71	4.49	4.61	4.58	1.9
2,4-二硝基甲苯	0.100	0.0736	0.0752	0.0760	0.0766	0.0819	0.0797	0.0772	4.0
	2.50	2.48	2.39	2.41	2.30	2.35	2.46	2.40	2.8
	5.00	4.71	4.87	4.95	4.70	4.98	4.83	4.84	2.4
3,4-二硝基甲苯	0.100	0.0694	0.0727	0.0658	0.0702	0.0789	0.0672	0.0707	6.6
	2.50	2.21	2.23	2.29	2.10	2.18	2.25	2.21	2.9
	5.00	4.33	4.38	4.48	4.30	4.24	4.40	4.36	1.9
2,4-二硝基氯苯	0.100	0.0724	0.0790	0.0699	0.0687	0.0760	0.0803	0.0744	6.5
	2.50	2.34	2.26	2.16	2.30	2.21	2.35	2.27	3.3
	5.00	4.49	4.58	4.61	4.38	4.68	4.72	4.58	2.7
1-溴-2-硝基苯	0.100	0.0722	0.0736	0.0707	0.0789	0.0818	0.0752	0.0754	5.6
	2.50	2.28	2.40	2.32	2.36	2.23	2.31	2.32	2.6
	5.00	4.55	4.68	4.76	4.80	4.63	4.58	4.67	2.1
五氯硝基苯	0.100	0.0759	0.0715	0.0775	0.0785	0.0801	0.0684	0.0753	6.0
	2.50	2.27	2.28	2.34	2.22	2.23	2.14	2.25	3.0
	5.00	4.45	4.53	4.57	4.35	4.61	4.34	4.48	2.5

表 A1-5-8

验证单位: 天津市塘沽区环境监测站

固相萃取法

测试日期: 2011年4月15日

化合物名称	加标浓度(μg/L)	测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	相对标准偏差RSD(%)
		1	2	3	4	5	6		

硝基苯	0.100	0.0759	0.0718	0.0814	0.0842	0.0824	0.0844	0.0800	6.4
	2.50	2.42	2.25	2.32	2.22	2.22	2.44	2.31	4.3
	5.00	4.93	4.78	4.60	4.81	4.67	4.71	4.75	2.5
对-硝基 甲苯	0.100	0.0850	0.0783	0.0893	0.0751	0.0844	0.0889	0.0835	6.8
	2.50	2.51	2.15	2.35	2.35	2.43	2.40	2.37	5.1
	5.00	4.52	4.38	4.73	4.56	4.33	4.44	4.49	3.1
间-硝基 甲苯	0.100	0.0866	0.0784	0.0887	0.0807	0.0759	0.0782	0.0814	6.3
	2.50	2.29	2.40	2.43	2.45	2.37	2.23	2.36	3.8
	5.00	4.35	4.70	4.76	4.26	4.61	4.53	4.54	4.4
邻-硝基 甲苯	0.100	0.0778	0.0803	0.0976	0.0737	0.0861	0.0804	0.0827	10.2
	2.50	2.52	2.58	2.20	2.45	2.63	2.44	2.47	6.1
	5.00	4.13	4.34	4.46	4.53	4.43	4.26	4.36	3.4
对-硝基 氯苯	0.100	0.0889	0.0955	0.0778	0.0740	0.0795	0.0748	0.0818	10.5
	2.50	2.34	2.20	2.38	2.29	2.25	2.36	2.30	3.0
	5.00	4.32	4.58	4.55	5.14	4.56	4.30	4.58	6.6
间-硝基 氯苯	0.100	0.0880	0.0843	0.0914	0.0773	0.0807	0.0854	0.0845	5.9
	2.50	2.23	2.32	2.40	2.17	2.55	2.30	2.33	5.6
	5.00	4.73	4.25	4.60	4.66	4.54	4.77	4.59	4.1
邻-硝基 氯苯	0.100	0.0748	0.0815	0.0767	0.0781	0.0777	0.0986	0.0812	10.8
	2.50	2.50	2.46	2.38	2.31	2.56	2.42	2.44	3.6
	5.00	4.65	4.71	4.46	4.72	4.26	4.62	4.57	3.9
2,4,6-三 硝基甲 苯	0.100	0.0713	0.0678	0.0743	0.0823	0.0674	0.0754	0.0731	7.7
	2.50	2.52	2.32	2.34	2.28	2.24	2.15	2.31	5.4
	5.00	4.34	4.58	4.41	4.37	4.53	4.49	4.45	2.1
对-二硝 基苯	0.100	0.0750	0.0683	0.0722	0.0797	0.0771	0.0751	0.0746	5.4
	2.50	2.21	2.18	2.10	2.02	2.11	2.15	2.13	3.2
	5.00	4.20	4.15	4.27	4.12	4.15	4.26	4.19	1.5
间-二硝 基苯	0.100	0.0847	0.0816	0.0829	0.0799	0.0887	0.0915	0.0849	5.2
	2.50	2.35	2.43	2.27	2.43	2.32	2.25	2.34	3.3
	5.00	4.88	4.89	4.29	4.46	4.94	4.37	4.64	6.4
邻-二硝 基苯	0.100	0.0706	0.0728	0.0809	0.0787	0.0853	0.0806	0.0782	7.0
	2.50	2.26	2.21	2.24	2.38	2.15	2.27	2.25	3.4
	5.00	4.51	4.63	4.56	4.42	4.64	4.70	4.58	2.2
2,6-二硝	0.100	0.0684	0.0706	0.0783	0.0763	0.0827	0.0781	0.0757	7.0

基甲苯	2.50	2.19	2.14	2.17	2.30	2.08	2.20	2.18	3.3
	5.00	4.37	4.49	4.42	4.28	4.50	4.55	4.44	2.2
2,4-二硝基甲苯	0.100	0.0743	0.0708	0.0785	0.0703	0.0850	0.0816	0.0768	7.8
	2.50	2.25	2.28	2.33	2.16	2.17	2.23	2.24	2.9
	5.00	4.28	4.60	4.42	4.35	4.49	4.57	4.45	2.8
3,4-二硝基甲苯	0.100	0.0703	0.0694	0.0766	0.0742	0.0801	0.0723	0.0738	5.4
	2.50	2.22	2.29	2.07	2.13	2.18	2.18	2.18	3.4
	5.00	4.20	4.35	4.43	4.28	4.22	4.27	4.29	2.0
2,4-二硝基氯苯	0.100	0.0772	0.0721	0.0688	0.0728	0.0800	0.0811	0.0753	6.5
	2.50	2.12	2.23	2.32	2.29	2.22	2.21	2.23	3.1
	5.00	4.52	4.25	4.34	4.47	4.27	4.52	4.40	2.8
1-溴-2-硝基苯	0.100	0.0698	0.0669	0.0741	0.0790	0.0808	0.0696	0.0734	7.6
	2.50	2.15	2.29	2.23	2.26	2.18	2.34	2.24	3.1
	5.00	4.57	4.53	4.56	4.41	4.37	4.34	4.46	2.3
五氯硝基苯	0.100	0.0676	0.0683	0.0706	0.0773	0.0795	0.0743	0.0729	6.7
	2.50	2.11	2.26	2.18	2.25	2.31	2.13	2.21	3.6
	5.00	4.24	4.52	4.51	4.31	4.38	4.42	4.40	2.5

表 A1-5-9

验证单位: 天津市东丽区环境监测站

液液萃取法

测试日期: 2011年5月18日

化合物名称	加标浓度(μg/L)	测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	相对标准偏差RSD(%)
		1	2	3	4	5	6		
硝基苯	0.100	0.0966	0.1040	0.0932	0.0943	0.0992	0.101	0.0981	4.2
	2.50	2.49	2.47	2.48	2.51	2.55	2.43	2.49	1.6
	5.00	5.02	5.01	5.07	4.97	5.03	4.85	4.99	1.6
对-硝基甲苯	0.100	0.0937	0.102	0.0988	0.104	0.0964	0.102	0.0995	3.9
	2.50	2.49	2.47	2.55	2.53	2.46	2.53	2.51	1.6
	5.00	4.96	5.05	5.08	5.05	5.01	4.93	5.01	1.2
间-硝基甲苯	0.100	0.0993	0.0987	0.104	0.103	0.101	0.0936	0.0999	3.7
	2.50	2.53	2.47	2.46	2.49	2.54	2.53	2.50	1.2
	5.00	4.95	5.03	4.97	4.99	5.02	5.08	5.01	1.0
邻-硝基甲苯	0.100	0.102	0.106	0.0980	0.0990	0.0970	0.105	0.101	3.8
	2.50	2.46	2.49	2.53	2.47	2.59	2.51	2.51	2.0

	5.00	5.01	4.74	5.08	5.02	4.86	5.05	4.96	2.6
对-硝基 氯苯	0.100	0.0962	0.0919	0.1040	0.0876	0.1070	0.0983	0.0975	7.5
	2.50	2.45	2.51	2.48	2.55	2.49	2.44	2.49	1.6
	5.00	4.99	5.04	5.05	4.61	5.09	4.93	4.95	3.6
间-硝基 氯苯	0.100	0.0863	0.0972	0.103	0.1070	0.0944	0.0986	0.0978	7.4
	2.50	2.54	2.45	2.49	2.53	2.49	2.47	2.50	1.2
	5.00	5.01	5.07	4.94	4.85	5.10	4.88	4.98	2.0
邻-硝基 氯苯	0.100	0.0965	0.1020	0.1070	0.0963	0.0937	0.0957	0.0985	5.1
	2.50	2.56	2.49	2.52	2.55	2.48	2.50	2.52	1.3
	5.00	5.08	4.99	4.97	4.96	5.08	5.02	5.02	1.1
2,4,6-三 硝基甲 苯	0.100	0.102	0.1080	0.0987	0.103	0.0956	0.0938	0.100	5.2
	2.50	2.57	2.46	2.49	2.47	2.53	2.48	2.50	1.7
	5.00	4.99	4.91	5.08	4.97	5.04	5.05	5.01	1.2
对-二硝 基苯	0.100	0.0946	0.0978	0.1030	0.109	0.101	0.0958	0.1002	5.3
	2.50	2.53	2.47	2.46	2.54	2.57	2.48	2.51	1.8
	5.00	5.08	5.01	4.88	4.94	4.96	5.02	4.98	1.4
间-二硝 基苯	0.100	0.102	0.0968	0.103	0.0966	0.104	0.0988	0.100	3.2
	2.50	2.55	2.46	2.51	2.53	2.48	2.46	2.50	1.5
	5.00	4.96	5.05	4.89	4.91	5.08	4.95	4.97	1.5
邻-二硝 基苯	0.100	0.0982	0.0967	0.103	0.105	0.108	0.0952	0.101	5.0
	2.50	2.45	2.57	2.55	2.47	2.42	2.52	2.50	2.4
	5.00	4.95	5.08	4.94	4.86	5.04	5.07	4.99	1.7
2,6-二硝 基甲苯	0.100	0.0997	0.109	0.104	0.0916	0.0988	0.108	0.101	6.4
	2.50	2.46	2.51	2.47	2.53	2.56	2.45	2.50	1.8
	5.00	5.01	5.06	4.88	4.94	5.07	5.04	5.00	1.5
2,4-二硝 基甲苯	0.100	0.0974	0.0968	0.102	0.106	0.104	0.0989	0.101	3.7
	2.50	2.46	2.53	2.55	2.46	2.49	2.57	2.51	1.9
	5.00	5.06	4.94	4.99	5.05	5.02	4.87	4.99	1.5
3,4-二硝 基甲苯	0.100	0.102	0.0926	0.108	0.103	0.0983	0.0963	0.100	5.4
	2.50	2.49	2.42	2.48	2.53	2.56	2.52	2.50	2.0
	5.00	4.69	4.95	5.04	5.06	4.95	4.98	4.95	2.7
2,4-二硝 基氯苯	0.100	0.0882	0.102	0.106	0.0977	0.108	0.0981	0.100	7.1
	2.50	2.47	2.53	2.57	2.43	2.50	2.47	2.50	2.0
	5.00	5.02	5.04	4.76	4.99	5.03	5.06	4.98	2.2

1-溴-2-硝基苯	0.100	0.0975	0.0962	0.104	0.102	0.102	0.0958	0.0996	3.5
	2.50	2.45	2.48	2.53	2.43	2.56	2.47	2.49	2.0
	5.00	5.05	4.94	5.00	5.06	4.86	5.09	5.00	1.7
五氯硝基苯	0.100	0.0963	0.108	0.103	0.101	0.0988	0.0987	0.101	4.1
	2.50	2.45	2.43	2.49	2.53	2.55	2.58	2.51	2.4
	5.00	4.96	4.78	5.06	5.12	5.03	5.01	4.99	2.3

表 A1-5-10

验证单位: 天津市东丽区环境监测站

固相萃取法

测试日期: 2011年5月29日

化合物名称	加标浓度(μg/L)	测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	相对标准偏差RSD(%)
		1	2	3	4	5	6		
硝基苯	0.100	0.0949	0.0943	0.0985	0.0992	0.0934	0.0956	0.0960	2.4
	2.50	2.53	2.56	2.49	2.51	2.47	2.46	2.50	1.6
	5.00	4.87	4.96	5.05	4.95	5.12	5.06	5.00	1.8
对-硝基甲苯	0.100	0.0980	0.104	0.0997	0.101	0.0996	0.100	0.100	2.0
	2.50	2.51	2.47	2.49	2.43	2.52	2.44	2.48	1.6
	5.00	4.95	4.89	5.02	4.88	5.01	4.96	4.95	1.2
间-硝基甲苯	0.100	0.0935	0.0910	0.0936	0.104	0.0987	0.0968	0.0963	4.8
	2.50	2.52	2.50	2.47	2.41	2.53	2.51	2.49	1.6
	5.00	4.97	5.03	4.93	5.02	4.89	5.12	4.99	1.6
邻-硝基甲苯	0.100	0.0949	0.0861	0.0996	0.102	0.105	0.0993	0.100	3.7
	2.50	2.43	2.53	2.44	2.57	2.46	2.46	2.48	2.4
	5.00	5.03	4.85	4.99	5.10	5.02	4.87	4.98	2.0
对-硝基氯苯	0.100	0.0997	0.101	0.0953	0.106	0.0973	0.103	0.100	3.9
	2.50	2.53	2.46	2.49	2.51	2.49	2.52	2.50	1.0
	5.00	5.07	4.76	5.03	4.95	4.87	5.02	4.95	2.4
间-硝基氯苯	0.100	0.0949	0.0991	0.106	0.0985	0.0871	0.0921	0.0963	6.7
	2.50	2.51	2.45	2.43	2.49	2.52	2.51	2.49	1.6
	5.00	4.91	4.96	5.07	5.02	5.02	4.85	4.97	1.6
邻-硝基氯苯	0.100	0.0983	0.0990	0.0897	0.102	0.101	0.0979	0.098	4.5
	2.50	2.54	2.43	2.46	2.52	2.48	2.53	2.49	1.8
	5.00	4.88	5.06	4.89	5.01	5.03	4.87	4.96	1.7
2,4,6-三	0.100	0.0937	0.0984	0.0999	0.103	0.0891	0.101	0.0975	5.3

硝基甲 苯	2.50	2.47	2.52	2.43	2.56	2.51	2.43	2.49	2.1
	5.00	5.02	4.75	4.99	5.10	5.05	4.87	4.96	2.6
对-二硝 基苯	0.100	0.0996	0.0871	0.102	0.0980	0.0957	0.105	0.0979	6.3
	2.50	2.43	2.52	2.50	2.49	2.47	2.43	2.47	1.5
	5.00	5.00	4.79	4.87	4.90	5.05	5.01	4.94	2.0
间-二硝 基苯	0.100	0.0954	0.0998	0.101	0.104	0.0949	0.0963	0.0986	3.7
	2.50	2.44	2.51	2.46	2.45	2.51	2.54	2.49	1.6
	5.00	4.75	4.92	4.98	5.07	5.04	4.99	4.96	2.3
邻-二硝 基苯	0.100	0.0977	0.0948	0.0995	0.105	0.100	0.0987	0.0996	3.5
	2.50	2.47	2.55	2.43	2.46	2.51	2.49	2.49	1.7
	5.00	4.99	5.12	4.93	4.99	5.00	4.88	4.99	1.6
2,6-二硝 基甲苯	0.100	0.0981	0.0975	0.105	0.104	0.0973	0.0991	0.100	3.4
	2.50	2.45	2.53	2.51	2.46	2.43	2.51	2.48	1.6
	5.00	5.03	4.65	5.05	4.97	4.99	4.91	4.93	3.0
2,4-二硝 基甲苯	0.100	0.0948	0.0998	0.103	0.103	0.0989	0.0891	0.0981	5.5
	2.50	2.47	2.54	2.45	2.47	2.52	2.46	2.49	1.4
	5.00	5.05	4.98	4.79	5.02	4.86	4.96	4.94	2.0
3,4-二硝 基甲苯	0.100	0.0951	0.0975	0.104	0.101	0.0998	0.0975	0.0992	3.1
	2.50	2.54	2.43	2.46	2.49	2.49	2.52	2.49	1.6
	5.00	4.93	5.07	4.76	5.00	5.03	4.97	4.96	2.2
2,4-二硝 基氯苯	0.100	0.0971	0.0955	0.105	0.103	0.0987	0.0983	0.0996	3.6
	2.50	2.50	2.45	2.57	2.54	2.47	2.44	2.50	2.1
	5.00	5.05	4.86	4.96	5.06	4.94	5.03	4.98	1.6
1-溴-2- 硝基苯	0.100	0.0970	0.0967	0.0973	0.102	0.101	0.0963	0.0984	2.5
	2.50	2.49	2.42	2.57	2.51	2.54	2.47	2.50	2.1
	5.00	5.02	4.89	4.85	4.96	5.03	5.11	4.98	1.9
五氯硝 基苯	0.100	0.0863	0.0945	0.104	0.0957	0.0983	0.101	0.0966	6.3
	2.50	2.46	2.51	2.47	2.53	2.37	2.54	2.48	2.5
	5.00	4.99	5.04	5.00	5.06	4.83	4.96	4.98	1.6

表 A1-5-11

验证单位: 天津市大港区环境监测站

液液萃取法

测试日期: 2010年10月8日

化合物 名称	加标 浓度	测定结果(μg/L)						平均值 (μg/L)	相对标 准偏差
		1	2	3	4	5	6		

	($\mu\text{g/L}$)								RSD(%)
硝基苯	0.100	0.0728	0.0717	0.0705	0.0683	0.0757	0.0722	0.0719	3.5
	2.50	2.16	2.23	2.05	2.17	2.24	2.13	2.16	3.2
	5.00	4.11	4.27	4.52	4.06	4.26	4.17	4.23	3.8
对-硝基 甲苯	0.100	0.0832	0.0788	0.0736	0.0725	0.0711	0.0706	0.0750	6.7
	2.50	2.14	2.23	2.09	2.03	2.14	2.03	2.11	3.8
	5.00	4.27	4.13	4.09	4.25	4.37	4.16	4.21	2.4
间-硝基 甲苯	0.100	0.0733	0.0718	0.0752	0.0736	0.0752	0.0740	0.0739	1.8
	2.50	2.03	2.17	2.08	2.04	2.18	2.11	2.10	2.9
	5.00	4.17	4.22	4.35	4.09	4.41	4.15	4.23	2.8
邻-硝基 甲苯	0.100	0.0763	0.0725	0.0802	0.0738	0.0716	0.0733	0.0746	4.3
	2.50	2.23	2.19	1.98	2.16	2.18	2.07	2.14	4.2
	5.00	4.37	4.25	4.16	4.18	4.15	4.39	4.25	2.6
对-硝基 氯苯	0.100	0.0738	0.0719	0.0752	0.0764	0.0711	0.0725	0.0735	2.7
	2.50	2.23	2.17	2.26	2.06	2.10	2.18	2.17	3.5
	5.00	4.35	4.28	4.17	4.06	4.23	4.37	4.24	2.8
间-硝基 氯苯	0.100	0.0763	0.0769	0.0805	0.0726	0.0705	0.0872	0.0773	7.8
	2.50	2.29	2.31	2.16	2.15	2.27	2.08	2.21	4.1
	5.00	4.41	4.62	4.38	4.44	4.57	4.36	4.46	2.5
邻-硝基 氯苯	0.100	0.0749	0.0726	0.0785	0.0753	0.0770	0.0736	0.0753	2.9
	2.50	2.27	2.35	2.24	2.18	2.22	2.17	2.24	2.9
	5.00	4.38	4.54	4.43	4.35	4.32	4.61	4.44	2.6
2,4,6-三 硝基甲 苯	0.100	0.0716	0.0798	0.0719	0.0705	0.0737	0.0722	0.0733	4.6
	2.50	2.27	2.03	2.24	2.19	2.13	2.15	2.17	4.0
	5.00	4.33	4.52	4.37	4.29	4.16	4.22	4.32	2.9
对-二硝 基苯	0.100	0.0709	0.0796	0.0703	0.0734	0.0723	0.0765	0.0738	4.9
	2.50	2.07	2.12	2.02	2.03	2.15	2.12	2.09	2.5
	5.00	4.19	4.26	4.37	4.15	4.04	4.11	4.19	2.8
间-二硝 基苯	0.100	0.0707	0.0715	0.0784	0.0721	0.0727	0.0696	0.0725	4.3
	2.50	2.18	2.06	2.11	2.09	2.01	2.22	2.11	3.6
	5.00	4.35	4.21	4.07	4.25	4.04	4.13	4.18	2.8
邻-二硝 基苯	0.100	0.0725	0.0772	0.0711	0.0685	0.0709	0.0723	0.0721	4.0
	2.50	2.13	2.07	2.08	2.03	2.16	2.04	2.09	2.4
	5.00	4.25	4.33	4.06	4.11	4.21	4.29	4.21	2.5

2,6-二硝基甲苯	0.100	0.0722	0.0777	0.0705	0.0716	0.0723	0.0707	0.0725	3.7
	2.50	2.09	2.11	2.32	2.16	2.05	2.16	2.15	4.4
	5.00	4.14	4.35	4.05	4.11	4.27	4.59	4.25	4.7
2,4-二硝基甲苯	0.100	0.0732	0.0708	0.0752	0.0703	0.0715	0.0727	0.0723	2.5
	2.50	2.13	2.07	2.30	2.12	2.09	2.01	2.12	4.6
	5.00	4.23	4.16	4.52	4.09	4.12	4.28	4.23	3.7
3,4-二硝基甲苯	0.100	0.0761	0.0725	0.0717	0.0704	0.0722	0.0735	0.0727	2.6
	2.50	2.17	2.08	2.07	2.05	2.12	2.20	2.12	2.8
	5.00	4.03	4.27	4.15	4.21	4.21	4.26	4.19	2.1
2,4-二硝基氯苯	0.100	0.0705	0.0744	0.0718	0.0705	0.0732	0.0801	0.0734	4.9
	2.50	2.23	2.07	2.14	2.18	2.06	2.06	2.12	3.4
	5.00	4.37	4.22	4.05	4.14	4.22	4.30	4.22	2.7
1-溴-2-硝基苯	0.100	0.0835	0.0822	0.0793	0.0747	0.0841	0.0729	0.0795	5.9
	2.50	2.37	2.40	2.28	2.41	2.49	2.33	2.38	3.0
	5.00	4.87	4.66	4.79	4.60	4.76	4.81	4.75	2.1
五氯硝基苯	0.100	0.0833	0.0875	0.0762	0.0815	0.0775	0.0789	0.0808	5.2
	2.50	2.43	2.45	2.36	2.28	2.44	2.36	2.39	2.8
	5.00	4.65	4.76	4.85	4.55	4.78	4.83	4.71	2.4

表 A1-5-12

验证单位：天津市大港区环境监测站

固相萃取法

测试日期：2010年10月19日

化合物名称	加标浓度(μg/L)	测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	相对标准偏差RSD(%)
		1	2	3	4	5	6		
硝基苯	0.100	0.0738	0.0732	0.0719	0.0767	0.0781	0.0706	0.0741	3.9
	2.50	2.06	1.99	2.21	2.13	2.08	2.02	2.08	3.8
	5.00	4.27	4.18	4.12	4.09	4.37	3.98	4.17	3.4
对-硝基甲苯	0.100	0.0762	0.0731	0.0709	0.0734	0.0758	0.0729	0.0737	2.7
	2.50	2.13	2.29	2.06	2.14	2.19	2.11	2.15	3.7
	5.00	4.24	4.35	4.16	4.06	4.22	4.33	4.23	2.6
间-硝基甲苯	0.100	0.0744	0.0728	0.0713	0.0752	0.0761	0.0725	0.0737	2.4
	2.50	2.11	2.26	2.18	2.09	2.04	2.17	2.14	3.7
	5.00	4.37	4.25	4.16	4.41	4.34	4.05	4.26	3.3
邻-硝基	0.100	0.0733	0.0758	0.0716	0.0722	0.0709	0.0757	0.0733	2.9

甲苯	2.50	2.18	2.20	2.34	2.16	2.08	2.12	2.18	4.1
	5.00	4.34	4.17	4.25	4.06	4.53	4.66	4.34	5.3
对-硝基 氯苯	0.100	0.0723	0.0785	0.0758	0.0714	0.0729	0.0712	0.0737	3.9
	2.50	2.22	2.18	2.31	2.26	2.15	2.24	2.23	2.6
	5.00	4.17	4.20	4.34	4.05	4.26	4.11	4.19	2.5
间-硝基 氯苯	0.100	0.0722	0.0812	0.0735	0.0719	0.0738	0.0747	0.0746	4.6
	2.50	2.22	2.18	2.34	2.07	2.25	2.11	2.20	4.5
	5.00	4.26	4.52	4.19	4.06	4.34	4.14	4.25	3.8
邻-硝基 氯苯	0.100	0.0732	0.0719	0.0800	0.0743	0.0725	0.0711	0.0738	4.3
	2.50	2.17	2.30	2.24	2.25	2.06	2.12	2.19	4.1
	5.00	4.13	4.20	4.26	4.15	4.44	4.12	4.22	2.9
2,4,6-三 硝基甲 苯	0.100	0.0736	0.0715	0.0766	0.0805	0.0721	0.0706	0.0742	5.1
	2.50	2.13	2.07	2.22	2.03	2.19	2.21	2.14	3.7
	5.00	4.14	4.32	4.26	4.07	4.11	4.23	4.19	2.3
对-二硝 基苯	0.100	0.0776	0.0732	0.0719	0.0687	0.0741	0.0706	0.0727	4.3
	2.50	1.91	1.97	2.10	2.01	1.85	2.04	1.98	4.5
	5.00	4.13	4.05	3.97	4.23	4.09	3.74	4.04	4.2
间-二硝 基苯	0.100	0.0715	0.0763	0.0737	0.0722	0.0692	0.0711	0.0723	3.3
	2.50	1.90	2.05	1.87	1.94	2.12	2.04	1.99	4.9
	5.00	4.05	4.13	4.25	3.86	3.93	4.17	4.07	3.6
邻-二硝 基苯	0.100	0.0711	0.0743	0.0685	0.0694	0.0752	0.0700	0.0714	3.8
	2.50	1.96	2.03	2.01	1.81	1.95	1.89	1.94	4.2
	5.00	4.16	4.05	3.86	3.91	3.74	4.12	3.97	4.1
2,6-二硝 基甲苯	0.100	0.0735	0.0698	0.0744	0.0705	0.0803	0.0762	0.0741	5.3
	2.50	2.11	2.09	2.07	1.89	2.04	1.93	2.02	4.5
	5.00	4.26	4.15	4.05	4.01	3.85	3.94	4.04	3.6
2,4-二硝 基甲苯	0.100	0.0707	0.0734	0.0835	0.0729	0.0685	0.0699	0.0732	7.4
	2.50	2.19	2.07	2.14	2.03	1.99	1.85	2.05	5.9
	5.00	4.23	4.14	4.06	4.02	3.95	3.97	4.06	2.6
3,4-二硝 基甲苯	0.100	0.0744	0.0720	0.0700	0.0683	0.0722	0.0715	0.0714	2.9
	2.50	2.27	2.13	2.02	2.17	1.98	1.95	2.09	5.9
	5.00	4.32	4.11	4.07	4.09	4.24	3.89	4.12	3.6
2,4-二硝 基氯苯	0.100	0.0748	0.0725	0.0782	0.0716	0.0688	0.0709	0.0728	4.5
	2.50	2.12	2.10	2.04	1.97	1.92	2.17	2.05	4.6

	5.00	4.05	4.13	4.17	4.02	3.94	3.98	4.05	2.2
1-溴-2-硝基苯	0.100	0.0718	0.0743	0.0754	0.0739	0.0685	0.0679	0.0720	4.3
	2.50	2.13	2.07	2.07	2.14	1.93	1.99	2.06	3.9
	5.00	4.15	4.09	4.20	4.32	3.95	4.02	4.12	3.2
五氯硝基苯	0.100	0.0734	0.0766	0.0718	0.0826	0.0677	0.0698	0.0737	7.2
	2.50	2.13	2.18	2.25	2.16	2.00	1.94	2.11	5.5
	5.00	4.06	4.25	4.11	4.05	3.99	4.01	4.08	2.3

A. 1. 4 方法准确度测试数据

表 A1-6 实际样品加标测试数据

表 A1-6-1

验证单位：国家环境保护恶臭污染控制重点实验室

液液萃取法

测试日期：2011年4月15日

化合物名称	样品种类		测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	RSD%	加标回收率(%)
			1	2	3	4	5	6			
硝基苯	废水	样品	0.848	0.837	0.814	0.829	0.826	0.803	0.826	1.9	—
		加标样	2.37	2.32	2.43	2.35	2.26	2.30	2.34	2.5	93.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.33	2.29	2.37	2.41	2.29	2.32	2.34	2.0	93.6
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.35	2.33	2.41	2.38	2.30	2.34	2.35	1.6	94.0
对-硝基甲苯	废水	样品	0.223	0.217	0.225	0.221	0.229	0.216	0.222	2.2	—
		加标样	2.41	2.34	2.38	2.35	2.26	2.31	2.34	2.3	93.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.39	2.31	2.43	2.27	2.33	2.35	2.5	94.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.35	2.40	2.32	2.38	2.35	2.37	2.36	1.2	94.4
间-硝基甲苯	废水	样品	1.07	1.14	1.12	1.05	1.09	1.16	1.11	3.8	—
		加标样	2.34	2.26	2.43	2.35	2.31	2.37	2.34	2.4	93.6
	地	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

	表水	加标样	2.36	2.43	2.41	2.35	2.34	2.41	2.38	1.6	95.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
加标样		2.39	2.44	2.35	2.35	2.37	2.41	2.39	1.5	95.6	
邻-硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.39	2.31	2.42	2.26	2.33	2.34	2.4	93.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.38	2.43	2.35	2.32	2.25	2.29	2.34	2.8	93.6
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.35	2.43	2.46	2.32	2.36	2.48	2.40	2.7	96.0
对-硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.31	2.45	2.46	2.32	2.35	2.38	2.7	95.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.35	2.36	2.41	2.29	2.35	2.37	2.36	1.6	94.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.38	2.45	2.41	2.48	2.35	2.43	2.3	97.2
间-硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.43	2.36	2.27	2.29	2.34	2.42	2.35	2.8	94.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.46	2.40	2.35	2.31	2.44	2.29	2.38	2.9	95.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.42	2.44	2.35	2.31	2.27	2.32	2.35	2.8	94.0
邻-硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.41	2.34	2.37	2.5	2.43	2.34	2.40	2.6	96.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.31	2.38	2.45	2.48	2.34	2.37	3.3	94.8
	污	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

	水	加标样	2.25	2.3	2.21	2.34	2.38	2.42	2.32	3.4	92.8
对-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.43	2.36	2.42	2.43	2.48	2.48	2.43	1.8	97.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.45	2.38	2.45	2.39	2.48	2.41	2.43	1.6	97.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.36	2.47	2.38	2.41	2.29	2.52	2.41	3.4	96.4
间-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.38	2.46	2.39	2.48	2.4	2.47	2.43	1.8	97.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.43	2.42	2.53	2.42	2.39	2.41	2.43	2.0	97.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.52	2.46	2.33	2.45	2.48	2.35	2.43	3.1	97.2
邻-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.24	2.36	2.34	2.27	2.31	2.29	2.30	1.9	92.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.33	2.41	2.26	2.25	2.37	2.33	2.33	2.7	93.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.38	2.37	2.33	2.28	2.25	2.36	2.33	2.3	93.2
2,6-二硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.41	2.38	2.34	2.36	2.30	2.33	2.35	1.7	94.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.35	2.44	2.36	2.27	2.32	2.35	2.35	2.4	94.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.39	2.32	2.33	2.42	2.38	2.45	2.38	2.1	95.2
2,4-二	废	样品	1.11	1.07	1.04	1.02	1.05	1.03	1.05	3.1	—

硝基甲 苯	水	加标 样	2.32	2.45	2.34	2.28	2.31	2.36	2.34	2.5	93.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表 水	加标 样	2.35	2.37	2.40	2.46	2.34	2.31	2.37	2.2	94.8
		样品	0.221	0.235	0.234	0.218	0.206	0.229	0.224	—	—
	污水	加标 样	2.34	2.41	2.33	2.37	2.26	2.36	2.35	2.1	94.0
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
3,4-二 硝基甲 苯	废水	加标 样	2.31	2.36	2.42	2.35	2.35	2.27	2.34	2.2	93.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表 水	加标 样	2.33	2.43	2.31	2.25	2.27	2.39	2.33	3.0	93.2
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	污水	加标 样	2.41	2.32	2.36	2.37	2.28	2.35	2.35	1.9	94.0
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
2,4-二 硝基氯 苯	废水	加标 样	2.37	2.35	2.43	2.38	2.31	2.34	2.36	1.7	94.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表 水	加标 样	2.45	2.33	2.38	2.31	2.34	2.35	2.36	2.1	94.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	污水	加标 样	2.35	2.32	2.38	2.42	2.26	2.32	2.34	2.4	93.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
2, 4, 6-三硝 基甲苯	废水	加标 样	2.43	2.53	2.44	2.37	2.52	2.51	2.47	2.6	98.8
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表 水	加标 样	2.42	2.39	2.46	2.55	2.4	2.51	2.46	2.6	98.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	污水	加标 样	2.45	2.3	2.52	2.45	2.5	2.47	2.45	3.2	98.0
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
1-溴-2- 硝基苯 (SS)	废水	加标 样	2.46	2.43	2.35	2.31	2.37	2.35	2.38	2.4	95.2
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

	表水	加标样	2.43	2.35	2.39	2.32	2.36	2.34	2.37	1.7	94.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
加标样		2.47	2.42	2.38	2.34	2.32	2.34	2.38	2.4	95.2	
五氯硝苯(SS)	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.41	2.38	2.23	2.33	2.35	2.35	2.7	94.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.35	2.27	2.35	2.41	2.42	2.35	2.4	94.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.31	2.36	2.43	2.29	2.35	2.35	2.1	94.0

注：加标样测定值已减去样品测定结果的平均值。

表 A1-6-2

验证单位：国家环境保护恶臭污染控制重点实验室

固相萃取法

测试日期：2011年4月15日

化合物名称	样品种类		测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	加标量(μg)	加标回收率(%)
			1	2	3	4	5	6			
硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.44	2.41	2.46	2.37	2.29	2.40	2.40	2.5	96.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.44	2.49	2.36	2.41	2.42	2.33	2.41	2.4	96.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.38	2.35	2.42	2.33	2.27	2.32	2.35	2.2	94.0
对-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.42	2.48	2.33	2.43	2.41	2.43	2.4	97.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.46	2.42	2.35	2.33	2.40	2.44	2.40	2.1	96.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.44	2.39	2.41	2.35	2.34	2.33	2.38	1.8	95.2
间-硝	地	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—	

基甲苯	下水	加标样	2.50	2.43	2.46	2.34	2.39	2.47	2.43	2.4	97.2
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表水	加标样	2.42	2.37	2.32	2.41	2.31	2.38	2.37	1.9	94.8
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	海水	加标样	2.44	2.38	2.41	2.35	2.28	2.42	2.38	2.4	95.2
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
邻-硝基甲苯	地下水	加标样	2.47	2.42	2.49	2.39	2.36	2.49	2.44	2.3	97.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表水	加标样	2.47	2.42	2.49	2.39	2.36	2.49	2.44	2.3	97.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	海水	加标样	2.37	2.39	2.45	2.29	2.31	2.46	2.38	2.9	95.2
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
对-硝基氯苯	地下水	加标样	2.43	2.38	2.47	2.32	2.51	2.35	2.41	3.0	96.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表水	加标样	2.43	2.38	2.47	2.32	2.51	2.35	2.41	3.0	96.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	海水	加标样	2.31	2.43	2.46	2.27	2.39	2.29	2.36	3.4	94.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
间-硝基氯苯	地下水	加标样	2.44	2.49	2.36	2.41	2.42	2.33	2.41	2.4	96.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表水	加标样	2.44	2.49	2.36	2.41	2.42	2.33	2.41	2.4	96.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	海水	加标样	2.37	2.38	2.26	2.44	2.31	2.28	2.34	2.9	93.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
邻-硝基氯苯	地下水	加标样	2.46	2.42	2.35	2.33	2.40	2.44	2.40	2.1	96.0
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

	表水	加标样	2.46	2.42	2.35	2.33	2.40	2.44	2.40	2.1	96.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.45	2.36	2.32	2.25	2.31	2.34	2.8	93.6
对-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.34	2.41	2.35	2.32	2.29	2.35	1.8	94.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.34	2.41	2.35	2.32	2.29	2.35	1.8	94.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.30	2.34	2.28	2.41	2.27	2.33	2.32	2.2	92.8
间-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.38	2.25	2.36	2.35	2.43	2.46	2.37	3.1	94.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.38	2.25	2.36	2.35	2.43	2.46	2.37	3.1	94.8
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.33	2.26	2.27	2.36	2.41	2.31	2.32	2.4	92.8
邻-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.35	2.44	2.27	2.41	2.36	2.36	2.6	94.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.35	2.44	2.27	2.41	2.36	2.36	2.6	94.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.38	2.31	2.26	2.27	2.35	2.39	2.33	2.4	93.2
2,6-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.43	2.34	2.38	2.31	2.36	2.33	2.36	1.8	94.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.43	2.34	2.38	2.31	2.36	2.33	2.36	1.8	94.4
	海	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

	水	加标样	2.37	2.29	2.31	2.30	2.29	2.32	2.31	1.3	92.4
2,4-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.42	2.36	2.37	2.35	2.29	2.34	2.36	1.8	94.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.42	2.36	2.37	2.35	2.29	2.34	2.36	1.8	94.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.37	2.35	2.33	2.25	2.27	2.31	2.0	92.4
3,4-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.36	2.33	2.41	2.34	2.35	2.44	2.37	1.8	94.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.36	2.33	2.41	2.34	2.35	2.44	2.37	1.8	94.8
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.34	2.39	2.23	2.28	2.36	2.33	2.6	93.2
2,4-二硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.36	2.32	2.43	2.46	2.27	2.34	2.36	3.0	94.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.36	2.32	2.43	2.46	2.27	2.34	2.36	3.0	94.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.35	2.31	2.25	2.42	2.32	2.34	2.5	93.6
2, 4, 6-三硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.42	2.37	2.32	2.41	2.31	2.38	2.37	1.9	94.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.42	2.37	2.32	2.41	2.31	2.38	2.37	1.9	94.8
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.25	2.39	2.38	2.33	2.31	2.34	2.3	93.6
1-溴-2-	地	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

硝基苯 (SS)	下水	加标样	2.45	2.41	2.37	2.38	2.33	2.38	2.39	1.7	95.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表水	加标样	2.45	2.41	2.37	2.38	2.33	2.38	2.39	1.7	95.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	海水	加标样	2.44	2.37	2.31	2.35	2.32	2.27	2.34	2.5	93.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
五氯硝 苯(SS)	地下水	加标样	2.41	2.38	2.26	2.32	2.34	2.33	2.34	2.2	93.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表水	加标样	2.41	2.38	2.26	2.32	2.34	2.33	2.34	2.2	93.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	海水	加标样	2.41	2.37	2.33	2.35	2.32	2.24	2.34	2.4	93.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

表 A1-6-3

液液萃取法

验证单位：农业部环境保护科研监测所

测试日期：2011年4月10日

化合物 名称	样品种类		测定结果(μg/L)						平均值 (μg/L)	RSD%	加标 回收 率(%)
			1	2	3	4	5	6			
硝基苯	废水	样品	0.802	0.853	0.815	0.882	0.834	0.838	0.837	3.4	—
		加标样	2.17	2.33	2.23	2.14	2.26	2.27	2.23	3.1	89.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.13	2.19	2.21	2.36	2.14	2.26	2.22	3.9	88.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.15	2.23	2.05	2.26	2.19	2.11	2.17	3.6	86.8
对-硝 基甲苯	废水	样品	0.231	0.227	0.216	0.234	0.219	0.221	0.225	3.2	—
		加标样	2.25	2.26	2.23	2.18	2.31	2.19	2.24	2.1	89.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.30	2.21	2.19	2.13	2.33	2.35	2.25	3.9	90.0

	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.16	2.41	2.21	2.26	2.21	2.26	2.25	3.8	90.0
间-硝基甲苯	废水	样品	1.12	1.14	1.17	1.15	1.06	1.11	1.13	3.4	—
		加标样	2.32	2.21	2.36	2.25	2.17	2.39	2.28	3.8	91.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.33	2.44	2.32	2.14	2.25	2.29	4.4	91.6
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.36	2.14	2.32	2.36	2.47	2.11	2.29	6.1	91.6
邻-硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.26	2.36	2.12	2.34	2.31	2.29	3.9	91.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.26	2.21	2.36	2.41	2.25	2.30	3.3	92.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.25	2.23	2.16	2.42	2.22	2.36	2.27	4.3	90.8
对-硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.13	2.41	2.26	2.36	2.45	2.32	5.0	92.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.23	2.36	2.15	2.16	2.24	2.24	3.7	89.6
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.25	2.23	2.16	2.42	2.22	2.36	2.27	4.3	90.8
间-硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.25	2.36	2.23	2.19	2.26	2.12	2.24	3.6	89.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.46	2.15	2.26	2.21	2.47	2.22	2.30	5.9	92.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.15	2.16	2.26	2.32	2.17	2.34	2.23	3.8	89.2

邻-硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.35	2.16	2.27	2.24	2.16	2.24	2.24	3.2	89.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.38	2.21	2.26	2.25	2.18	2.34	2.27	3.4	90.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.35	2.31	2.25	2.16	2.28	2.41	2.29	3.8	91.6
对-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.04	2.12	2.36	2.19	2.08	2.18	5.5	87.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.15	2.31	2.11	2.29	2.08	2.23	2.20	4.4	88.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.14	2.06	2.28	2.09	2.22	2.18	4.2	87.2
间-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.18	2.36	2.02	2.28	2.12	2.07	2.17	6.0	86.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.13	2.24	2.03	2.28	2.15	2.01	2.14	5.1	85.6
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.12	2.01	2.17	2.25	2.18	2.05	2.13	4.2	85.2
邻-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.14	2.23	2.04	2.15	2.06	2.20	2.14	3.51	85.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.16	2.25	2.06	2.26	2.17	2.09	2.17	3.7	86.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.20	2.21	2.15	2.03	2.25	2.14	2.16	3.6	86.4
2,6-二硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.14	2.25	2.26	2.31	2.03	2.23	2.20	4.6	88.0

	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.15	2.08	2.26	2.34	2.15	2.22	4.7	88.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.21	2.31	2.23	2.14	2.18	2.05	2.19	4.0	87.6
2,4-二硝基甲苯	废水	样品	1.08	1.12	1.02	1.13	1.02	1.04	1.07	4.6	—
		加标样	2.15	2.26	2.09	2.19	2.24	2.19	2.19	2.8	87.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.19	2.26	2.14	2.31	2.12	2.3	2.22	3.7	88.8
	污水	样品	0.221	0.235	0.234	0.218	0.206	0.229	0.224	—	—
		加标样	2.14	2.15	2.23	2.31	2.06	2.17	2.18	3.9	87.2
3,4-二硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.21	2.25	2.17	2.05	2.28	2.21	4.3	88.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.22	2.25	2.19	2.04	2.19	2.11	2.17	3.6	86.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.11	2.31	2.29	2.19	2.22	2.23	3.4	89.2
2,4-二硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.21	2.15	2.14	2.08	2.31	2.15	2.17	3.6	86.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.16	2.23	2.17	2.31	2.12	2.25	2.21	3.1	88.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.06	2.31	2.31	2.15	2.26	2.12	2.20	4.8	88.0
2, 4, 6-三硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.15	2.26	2.41	2.26	2.52	2.21	2.30	6.0	92.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.21	2.26	2.38	2.19	2.29	2.28	3.1	91.2

	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.41	2.23	2.22	2.15	2.5	2.27	2.30	5.7	92.0
1-溴-2-硝基苯(SS)	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.36	2.05	2.14	2.26	2.19	2.21	5.0	88.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.18	2.31	2.19	2.30	2.26	2.14	2.23	3.1	89.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.22	2.36	2.14	2.18	2.04	2.22	5.8	88.8
五氯硝基苯(SS)	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.21	2.17	2.06	2.25	2.13	2.19	4.2	87.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.12	2.26	2.22	2.14	2.29	2.07	2.18	4.0	87.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.14	2.19	2.13	2.09	2.25	2.18	3.1	87.2

注：加标样测定值已减去样品测定结果的平均值。

表 A1-6-4

固相萃取法

验证单位：农业部环境保护科研监测所

测试日期：2011年4月10日

化合物名称	样品种类		测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	加标量(μg)	加标回收率(%)
			1	2	3	4	5	6			
硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.34	2.12	2.36	2.21	2.31	2.28	4.1	91.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.24	2.25	2.16	2.09	2.39	2.41	2.26	5.6	90.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.25	2.16	2.01	2.36	2.28	2.34	2.23	5.9	89.2
对-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标	2.5	2.35	2.22	2.21	2.31	2.33	2.32	4.5	92.8

	水	样品									
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.45	2.21	2.26	2.32	2.14	2.26	2.27	4.6	90.8
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.25	2.36	2.42	2.33	2.36	2.13	2.31	4.5	92.4
	间-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—
加标样			2.42	2.44	2.16	2.21	2.21	2.36	2.30	5.3	92.0
地表水		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.24	2.31	2.24	2.35	2.21	2.26	2.27	2.3	90.8
海水		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.39	2.24	2.36	2.21	2.17	2.31	5.3	92.4
邻-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.44	2.35	2.36	2.29	2.27	2.19	2.32	3.7	92.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.45	2.26	2.48	2.31	2.16	2.25	2.32	5.3	92.8
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.39	2.45	2.29	2.31	2.46	2.38	2.9	95.2
对-硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.43	2.38	2.47	2.32	2.51	2.35	2.41	3.0	96.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.39	2.34	2.31	2.44	2.47	2.28	2.37	3.2	94.8
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.43	2.46	2.27	2.39	2.29	2.36	3.4	94.4
间-硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.44	2.21	2.23	2.25	2.15	2.27	4.6	90.8
	地表	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标	2.25	2.54	2.16	2.19	2.25	2.34	2.29	6.0	91.6

	水	样品									
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.21	2.29	2.36	2.28	2.17	2.27	3.1	90.8
邻-硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.44	2.36	2.25	2.18	2.19	2.24	2.28	4.5	91.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.36	2.34	2.12	2.36	2.1	2.26	5.3	90.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.21	2.26	2.39	2.31	2.38	2.31	2.31	3.0	92.4
对-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.21	2.26	2.37	2.14	2.35	2.16	2.25	4.3	90.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.15	2.26	2.36	2.16	2.24	2.09	2.21	4.4	88.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.21	2.31	2.16	2.03	2.36	2.22	5.3	88.8
间-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.26	2.21	2.26	2.34	2.16	2.26	3.0	90.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.12	2.25	2.08	2.17	2.26	2.20	4.1	88.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.23	2.04	2.16	2.21	2.35	2.11	2.18	4.9	87.2
邻-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.22	2.21	2.36	2.25	2.11	2.26	2.24	3.6	89.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.23	2.26	2.14	2.02	2.19	2.18	2.17	3.9	86.8
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标	2.15	2.02	2.14	2.22	2.21	2.17	2.15	3.3	86.0

		样									
2,6-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.15	2.24	2.05	2.25	2.13	2.23	2.18	3.6	87.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.25	2.21	2.02	2.11	2.07	2.15	4.7	86.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.15	2.14	2.31	2.06	2.21	2.12	2.17	4.0	86.8
2,4-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.12	2.32	2.01	2.22	2.16	2.21	2.17	4.8	86.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.17	2.01	2.26	2.05	2.13	2.16	5.5	86.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.21	2.15	2.06	2.27	2.24	2.07	2.17	4.1	86.8
3,4-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.16	2.23	2.15	2.26	2.32	2.24	2.23	2.9	89.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.23	2.16	2.29	2.09	2.11	2.14	2.17	3.5	86.8
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.21	2.29	2.03	2.12	2.18	2.05	2.15	4.6	86.0
2,4-二硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.30	2.21	2.13	2.26	2.17	2.04	2.19	4.3	87.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.14	2.19	2.24	2.31	2.01	2.23	2.19	4.7	87.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.17	2.22	2.31	2.20	2.02	2.13	2.18	4.4	87.2
2, 4, 6-三硝	地下	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标	2.45	2.36	2.23	2.15	2.22	2.26	2.28	4.8	91.2

基甲苯	水	样品									
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.30	2.24	2.26	2.31	2.41	2.25	2.30	2.7	92.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.21	2.26	2.34	2.33	2.39	2.31	2.7	92.4
	1-溴-2-硝基苯(SS)	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—
加标样			2.13	2.04	2.27	2.31	2.23	2.18	2.19	4.5	87.6
地表水		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.20	2.32	2.14	2.30	2.21	2.05	2.20	4.6	88.0
海水		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.14	2.30	2.21	2.26	2.22	2.17	2.22	2.6	88.8
五氯硝基苯(SS)	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.12	2.25	2.19	2.22	2.13	2.09	2.17	2.9	86.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.13	2.05	2.31	2.23	2.11	2.04	2.15	4.9	86.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.11	2.24	2.21	2.15	2.18	2.01	2.15	3.8	86.0

表 A1-6-5
液液萃取法

验证单位：天津市河西区环境监测站
测试日期：2011年4月12日

化合物名称	样品种类		测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	RSD%	加标回收率(%)
			1	2	3	4	5	6			
硝基苯	废水	样品	0.835	0.832	0.817	0.828	0.812	0.805	0.822	1.5	—
		加标样	2.47	2.22	2.33	2.45	2.36	2.20	2.34	4.8	93.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.23	2.49	2.31	2.21	2.39	2.42	2.34	4.7	93.6
	污	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

	水	加标样	2.45	2.43	2.21	2.37	2.27	2.39	2.35	4.0	94.0
对-硝基甲苯	废水	样品	0.221	0.212	0.227	0.225	0.217	0.212	0.219	2.9	—
		加标样	2.31	2.44	2.28	2.45	2.36	2.21	2.34	4.0	93.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.27	2.49	2.36	2.33	2.47	2.23	2.36	4.4	94.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.45	2.30	2.22	2.33	2.45	2.27	2.34	4.1	93.6
间-硝基甲苯	废水	样品	1.09	1.06	1.07	1.08	1.13	1.05	1.08	2.6	—
		加标样	2.34	2.26	2.43	2.25	2.31	2.49	2.35	4.1	94.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.43	2.31	2.35	2.44	2.21	2.33	3.9	93.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.24	2.35	2.45	2.37	2.21	2.35	4.7	94.0
邻-硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.49	2.28	2.21	2.36	2.44	2.35	4.4	94.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.48	2.33	2.45	2.42	2.35	2.29	2.39	3.1	95.6
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.35	2.43	2.28	2.42	2.26	2.38	2.35	3.0	94.0
对-硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.21	2.45	2.46	2.22	2.35	2.34	4.6	93.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.25	2.36	2.41	2.29	2.35	2.47	2.36	3.4	94.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.28	2.35	2.31	2.28	2.45	2.36	3.8	94.4
间-硝	废	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

基氯苯	水	加标样	2.23	2.46	2.37	2.49	2.24	2.32	2.35	4.6	94.0
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表水	加标样	2.36	2.20	2.45	2.41	2.24	2.39	2.34	4.3	93.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	污水	加标样	2.48	2.34	2.25	2.39	2.47	2.22	2.36	4.6	94.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
邻-硝基氯苯	废水	加标样	2.21	2.44	2.36	2.26	2.33	2.41	2.34	3.8	93.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表水	加标样	2.48	2.21	2.33	2.25	2.38	2.41	2.34	4.3	93.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	污水	加标样	2.35	2.41	2.27	2.24	2.48	2.36	2.35	3.8	94.0
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
对-二硝基苯	废水	加标样	2.33	2.46	2.22	2.33	2.28	2.44	2.34	3.9	93.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表水	加标样	2.25	2.48	2.35	2.29	2.38	2.48	2.37	4.0	94.8
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	污水	加标样	2.46	2.27	2.35	2.21	2.49	2.39	2.36	4.6	94.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
间-二硝基苯	废水	加标样	2.48	2.43	2.29	2.38	2.34	2.27	2.37	3.4	94.8
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表水	加标样	2.23	2.32	2.43	2.32	2.49	2.25	2.34	4.3	93.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	污水	加标样	2.32	2.26	2.43	2.25	2.38	2.45	2.35	3.6	94.0
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
邻-二硝基苯	废水	加标样	2.44	2.26	2.38	2.35	2.45	2.21	2.35	4.1	94.0
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

	表水	加标样	2.36	2.21	2.29	2.31	2.33	2.43	2.32	3.2	92.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
加标样		2.25	2.41	2.37	2.36	2.40	2.22	2.34	3.4	93.6	
2,6-二硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.24	2.35	2.44	2.28	2.41	2.37	2.35	3.2	94.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.39	2.24	2.46	2.37	2.39	2.25	2.35	3.7	94.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.29	2.42	2.24	2.32	2.31	2.41	2.33	3.0	93.2
2,4-二硝基甲苯	废水	样品	1.02	1.05	1.03	1.07	1.14	1.07	1.06	4.0	—
		加标样	2.23	2.35	2.44	2.48	2.21	2.26	2.33	4.9	93.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.45	2.27	2.30	2.26	2.44	2.39	2.35	3.6	94.0
	污水	样品	0.221	0.235	0.234	0.218	0.206	0.229	0.224	—	—
		加标样	2.37	2.21	2.43	2.47	2.22	2.33	2.34	4.6	93.6
3,4-二硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.41	2.26	2.32	2.25	2.45	2.37	2.34	3.5	93.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.23	2.33	2.41	2.35	2.47	2.29	2.35	3.6	94.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.42	2.26	2.47	2.38	2.29	2.36	3.5	94.4
2,4-二硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.45	2.23	2.33	2.25	2.44	2.34	4.0	93.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.25	2.43	2.35	2.21	2.44	2.30	2.33	4.0	93.2
	污	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

	水	加标样	2.45	2.22	2.28	2.36	2.46	2.27	2.34	4.3	93.6
2, 4, 6-三硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.23	2.33	2.49	2.47	2.32	2.31	2.36	4.3	94.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.29	2.36	2.45	2.39	2.45	2.38	2.8	95.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.41	2.26	2.32	2.35	2.45	2.27	2.34	3.2	93.6
1-溴-2-硝基苯 (SS)	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.35	2.48	2.22	2.41	2.34	2.3	2.35	3.8	94.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.33	2.25	2.45	2.42	2.26	2.39	2.35	3.6	94.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.41	2.34	2.29	2.21	2.35	2.46	2.34	3.8	93.6
五氯硝基苯(SS)	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.25	2.35	2.31	2.43	2.27	2.47	2.35	3.7	94.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.41	2.39	2.35	2.24	2.29	2.34	2.34	2.7	93.6
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.25	2.43	2.38	2.31	2.24	2.32	3.2	92.8

注：加标样测定值已减去样品测定结果的平均值。

表 A1-6-6
固相萃取法

验证单位：天津市河西区环境监测站

测试日期：2011年4月12日

化合物名称	样品种类		测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	加标量(μg)	加标回收率(%)
			1	2	3	4	5	6			
硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.48	2.40	2.31	2.49	2.26	2.38	3.9	95.2

	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.21	2.43	2.35	2.28	2.47	2.31	2.34	4.1	93.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.46	2.25	2.34	2.39	2.48	2.22	2.36	4.5	94.4
对-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.5	2.35	2.22	2.21	2.31	2.33	2.32	4.5	92.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.49	2.35	2.25	2.38	2.29	2.35	3.6	94.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.26	2.37	2.31	2.40	2.23	2.34	4.1	93.6
间-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.22	2.33	2.36	2.44	2.49	2.37	2.37	3.9	94.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.36	2.21	2.34	2.47	2.44	2.31	2.36	4.0	94.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.48	2.51	2.25	2.48	2.32	2.40	4.5	96.0
邻-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.22	2.39	2.48	2.50	2.39	2.39	4.2	95.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.35	2.47	2.36	2.49	2.43	2.36	2.41	2.6	96.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.47	2.29	2.35	2.49	2.41	2.36	2.40	3.2	96.0
对-硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.33	2.28	2.37	2.42	2.47	2.45	2.39	3.1	95.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.24	2.41	2.34	2.37	2.48	2.39	3.9	95.6

	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.41	2.33	2.36	2.47	2.29	2.49	2.39	3.3	95.6
间-硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.21	2.37	2.33	2.48	2.28	2.4	2.35	4.0	94.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.35	2.27	2.39	2.44	2.27	2.31	2.34	2.9	93.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.38	2.26	2.44	2.31	2.28	2.34	2.9	93.6
邻-硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.36	2.22	2.45	2.23	2.22	2.34	2.30	4.1	92.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.47	2.21	2.36	2.24	2.48	2.22	2.33	5.3	93.2
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.22	2.35	2.46	2.42	2.35	2.21	2.34	4.4	93.6
对-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.47	2.24	2.31	2.45	2.22	2.39	2.35	4.5	94.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.23	2.46	2.38	2.24	2.36	2.44	2.35	4.2	94.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.21	2.44	2.32	2.21	2.37	2.43	2.33	4.4	93.2
间-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.48	2.35	2.26	2.45	2.23	2.36	2.36	4.2	94.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.42	2.35	2.47	2.28	2.32	2.26	2.35	3.5	94.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.23	2.46	2.37	2.26	2.31	2.43	2.34	4.0	93.6

邻-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.42	2.25	2.34	2.37	2.21	2.46	2.34	4.1	93.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.22	2.35	2.48	2.32	2.25	2.48	2.35	4.7	94.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.17	2.46	2.37	2.45	2.29	2.34	4.6	93.6
2,6-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.23	2.44	2.48	2.21	2.26	2.38	2.33	4.9	93.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.48	2.22	2.44	2.38	2.23	2.37	2.35	4.6	94.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.27	2.49	2.41	2.22	2.39	2.31	2.35	4.2	94.0
2,4-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.22	2.46	2.27	2.45	2.39	2.36	2.36	4.1	94.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.24	2.31	2.28	2.36	2.43	2.35	4.0	94.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.21	2.47	2.25	2.43	2.35	2.33	2.34	4.3	93.6
3,4-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.46	2.23	2.31	2.44	2.25	2.34	2.34	4.1	93.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.33	2.26	2.44	2.39	2.49	2.22	2.36	4.4	94.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.27	2.44	2.29	2.33	2.38	2.46	2.36	3.3	94.4
2,4-二硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.42	2.33	2.36	2.47	2.24	2.35	3.8	94.0

	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.49	2.26	2.48	2.25	2.38	2.37	4.4	94.8
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.47	2.25	2.41	2.45	2.32	2.42	2.39	3.5	95.6
2, 4, 6-三硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.47	2.22	2.31	2.41	2.28	2.34	3.9	93.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.44	2.37	2.22	2.26	2.30	2.31	2.32	3.4	92.8
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.27	2.35	2.49	2.28	2.43	2.38	2.37	3.6	94.8
1-溴-2-硝基苯(SS)	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.25	2.31	2.47	2.28	2.43	2.48	2.37	4.3	94.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.22	2.48	2.37	2.29	2.41	2.39	2.36	3.9	94.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.27	2.41	2.45	2.22	2.37	2.34	3.7	93.6
五氯硝基苯(SS)	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.28	2.46	2.29	2.44	2.37	2.36	3.2	94.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.23	2.35	2.44	2.41	2.31	2.24	2.33	3.7	93.2
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.43	2.23	2.45	2.22	2.34	2.33	4.2	93.2

表 A1-6-7
液液萃取法

验证单位：天津市塘沽区环境监测站

测试日期：2011年4月12日

化合物名称	样品种类	测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	RSD%	加标回收率(%)
		1	2	3	4	5	6			

硝基苯	废水	样品	0.798	0.835	0.827	0.811	0.832	0.839	0.824	1.9	—
		加标样	2.30	2.25	2.36	2.28	2.19	2.23	2.27	2.6	90.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.22	2.3	2.34	2.22	2.25	2.27	2.1	90.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.26	2.34	2.31	2.23	2.27	2.28	1.7	91.2
对-硝基甲苯	废水	样品	0.228	0.217	0.231	0.243	0.226	0.222	0.228	3.9	—
		加标样	2.34	2.27	2.31	2.28	2.19	2.24	2.27	2.3	90.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.30	2.32	2.24	2.36	2.2	2.26	2.28	2.5	91.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.33	2.25	2.31	2.28	2.3	2.29	1.2	91.6
间-硝基甲苯	废水	样品	1.12	1.15	1.06	1.12	1.13	1.18	1.13	3.5	—
		加标样	2.27	2.19	2.36	2.28	2.24	2.3	2.27	2.5	90.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.29	2.36	2.34	2.28	2.27	2.34	2.31	1.6	92.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.37	2.28	2.28	2.3	2.34	2.32	1.5	92.8
邻-硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.27	2.32	2.24	2.35	2.19	2.26	2.27	2.5	90.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.36	2.28	2.25	2.18	2.22	2.27	2.8	90.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.36	2.39	2.25	2.29	2.41	2.33	2.8	93.2
对-硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.30	2.24	2.38	2.39	2.25	2.28	2.31	2.8	92.4

	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.29	2.34	2.22	2.28	2.3	2.29	1.7	91.6
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.42	2.31	2.38	2.34	2.41	2.28	2.36	2.4	94.4
间-硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.22	2.13	2.15	2.2	2.27	2.21	2.8	88.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.26	2.21	2.17	2.29	2.15	2.23	2.9	89.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.27	2.29	2.21	2.17	2.13	2.18	2.21	2.8	88.4
邻-硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.27	2.2	2.23	2.35	2.28	2.2	2.26	2.5	90.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.14	2.17	2.24	2.3	2.33	2.2	2.23	3.3	89.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.12	2.16	2.08	2.2	2.24	2.27	2.18	3.3	87.2
对-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.22	2.27	2.28	2.33	2.33	2.29	1.8	91.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.30	2.24	2.3	2.25	2.33	2.27	2.28	1.5	91.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.22	2.32	2.24	2.27	2.15	2.37	2.26	3.4	90.4
间-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.24	2.31	2.25	2.33	2.26	2.32	2.29	1.7	91.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.27	2.38	2.27	2.25	2.27	2.29	2.0	91.6

	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.31	2.19	2.3	2.33	2.21	2.29	3.1	91.6
邻-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.20	2.31	2.29	2.22	2.26	2.24	2.25	1.9	90.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.36	2.21	2.21	2.32	2.28	2.28	2.6	91.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.33	2.32	2.28	2.23	2.21	2.31	2.28	2.2	91.2
2,6-二硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.36	2.33	2.29	2.31	2.25	2.28	2.30	1.7	92.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.30	2.39	2.31	2.22	2.27	2.3	2.30	2.4	92.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.27	2.28	2.37	2.33	2.4	2.33	2.2	93.2
2,4-二硝基甲苯	废水	样品	1.11	1.03	1.08	1.15	1.07	1.14	1.10	4.1	—
		加标样	2.34	2.27	2.35	2.29	2.22	2.31	2.30	2.1	92.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.30	2.32	2.35	2.41	2.29	2.26	2.32	2.3	92.8
	污水	样品	0.221	0.235	0.234	0.218	0.206	0.229	0.224	—	—
		加标样	2.29	2.36	2.28	2.32	2.21	2.31	2.30	2.2	92.0
3,4-二硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.31	2.37	2.3	2.3	2.22	2.29	2.2	91.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.38	2.26	2.21	2.22	2.34	2.28	2.9	91.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.36	2.27	2.31	2.32	2.23	2.3	2.30	1.9	92.0

2,4-二硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.3	2.38	2.33	2.26	2.29	2.31	1.8	92.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.4	2.28	2.33	2.26	2.29	2.3	2.31	2.2	92.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.30	2.27	2.33	2.37	2.21	2.27	2.29	2.4	91.6
2, 4, 6-三硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.38	2.29	2.23	2.37	2.36	2.32	2.6	92.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.27	2.25	2.31	2.4	2.26	2.36	2.31	2.6	92.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.3	2.16	2.37	2.3	2.35	2.32	2.30	3.2	92.0
1-溴-2-硝基苯(SS)	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.31	2.23	2.19	2.25	2.23	2.26	2.5	90.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.31	2.23	2.27	2.20	2.24	2.22	2.25	1.7	90.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.35	2.30	2.26	2.22	2.20	2.22	2.26	2.5	90.4
五氯硝苯(SS)	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.25	2.29	2.26	2.12	2.21	2.23	2.23	2.6	89.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.2	2.23	2.16	2.23	2.29	2.3	2.24	2.4	89.6
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.25	2.19	2.24	2.31	2.18	2.23	2.23	2.1	89.2

注：加标样测定值已减去样品测定结果的平均值。

表 A1-6-8

固相萃取法

验证单位：天津市塘沽区环境监测站

测试日期：2011年4月12日

化合物名称	样品种类		测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	加标量(μg)	加标回收率(%)
			1	2	3	4	5	6			
硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.29	2.27	2.31	2.23	2.15	2.26	2.25	2.5	90.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.17	2.31	2.3	2.25	2.12	2.21	2.23	3.3	89.2
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.24	2.21	2.27	2.19	2.13	2.18	2.20	2.2	88.0
对-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.42	2.37	2.46	2.31	2.49	2.33	2.40	3.0	96.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.44	2.46	2.48	2.37	2.27	2.41	2.41	3.2	96.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.46	2.39	2.31	2.37	2.35	2.36	2.37	2.1	94.8
间-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.21	2.24	2.13	2.17	2.25	2.21	2.5	88.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.24	2.19	2.22	2.16	2.13	2.19	2.19	1.8	87.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.22	2.17	2.19	2.14	2.07	2.2	2.17	2.5	86.8
邻-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.47	2.35	2.42	2.32	2.29	2.42	2.38	2.9	95.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.38	2.37	2.33	2.34	2.26	2.39	2.35	2.0	94.0
	海	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

	水	加标样	2.23	2.32	2.38	2.22	2.24	2.39	2.30	3.4	92.0
对-硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.24	2.32	2.18	2.36	2.21	2.27	3.0	90.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.25	2.20	2.17	2.29	2.32	2.14	2.23	3.2	89.2
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.17	2.28	2.31	2.13	2.25	2.15	2.22	3.4	88.8
间-硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.06	2.11	2.00	2.04	2.05	1.97	2.04	2.4	81.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.05	2.08	1.96	1.90	2.09	1.91	2.00	4.3	80.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.01	2.01	1.91	2.06	1.96	1.93	1.98	2.9	79.2
邻-硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.39	2.35	2.28	2.26	2.33	2.37	2.33	2.2	93.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.30	2.34	2.39	2.27	2.21	2.25	2.29	2.8	91.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.25	2.38	2.29	2.25	2.18	2.24	2.27	2.9	90.8
对-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.30	2.27	2.34	2.28	2.25	2.22	2.28	1.8	91.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.29	2.21	2.33	2.19	2.27	2.26	2.3	90.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.23	2.27	2.21	2.34	2.2	2.26	2.25	2.3	90.0
间-二	地	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

硝基苯	下水	加标样	2.31	2.18	2.29	2.28	2.36	2.39	2.30	3.2	92.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.25	2.18	2.20	2.31	2.35	2.29	2.26	2.9	90.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.26	2.19	2.20	2.29	2.34	2.24	2.25	2.5	90.0
	邻-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—
加标样			2.23	2.26	2.34	2.18	2.31	2.27	2.27	2.5	90.8
地表水		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.21	2.16	2.28	2.32	2.26	2.19	2.24	2.7	89.6
海水		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.22	2.17	2.18	2.26	2.29	2.23	2.3	89.2
2,6-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.33	2.25	2.28	2.22	2.27	2.24	2.27	1.7	90.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.23	2.25	2.19	2.24	2.18	2.23	1.7	89.2
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.20	2.22	2.21	2.20	2.23	2.22	1.4	88.8
2,4-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.27	2.28	2.26	2.20	2.25	2.26	1.7	90.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.29	2.25	2.31	2.19	2.17	2.24	2.24	2.4	89.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.22	2.28	2.26	2.24	2.16	2.18	2.22	2.1	88.8
3,4-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.27	2.24	2.31	2.25	2.26	2.34	2.28	1.7	91.2
	地	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

	表水	加标样	2.33	2.27	2.25	2.20	2.22	2.23	2.25	2.0	90.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.25	2.29	2.14	2.19	2.27	2.24	2.6	89.6
2,4-二硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.32	2.3	2.38	2.33	2.26	2.29	2.31	1.8	92.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.20	2.30	2.28	2.26	2.21	2.27	2.4	90.8
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.28	2.26	2.22	2.16	2.32	2.23	2.25	2.4	90.0
2, 4, 6-三硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.35	2.30	2.25	2.34	2.24	2.31	2.30	2.0	92.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.27	2.20	2.35	2.29	2.33	2.26	2.28	2.3	91.2
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.30	2.18	2.32	2.31	2.26	2.24	2.27	2.3	90.8
1-溴-2-硝基苯(SS)	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.38	2.34	2.30	2.31	2.26	2.31	2.32	1.7	92.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.33	2.31	2.40	2.32	2.24	2.26	2.31	2.4	92.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.37	2.30	2.24	2.28	2.25	2.2	2.27	2.6	90.8
五氯硝苯(SS)	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.34	2.31	2.19	2.25	2.27	2.26	2.27	2.3	90.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.36	2.18	2.28	2.24	2.34	2.27	2.28	2.9	91.2
	海	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

	水	加标样	2.34	2.30	2.26	2.28	2.25	2.17	2.27	2.5	90.8
--	---	-----	------	------	------	------	------	------	------	-----	------

表 A1-6-9
液液萃取法

验证单位：天津市东丽环境监测站

测试日期：2011年4月12日

化合物名称	样品种类		测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	RSD%	加标回收率(%)
			1	2	3	4	5	6			
硝基苯	废水	样品	0.841	0.843	0.856	0.828	0.834	0.853	0.843	1.3	—
		加标样	2.49	2.53	2.46	2.55	2.47	2.56	2.51	1.7	100.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.45	2.54	2.52	2.51	2.46	2.57	2.51	1.8	100.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.46	2.54	2.57	2.45	2.51	2.50	1.9	100.0
对-硝基甲苯	废水	样品	0.225	0.217	0.222	0.223	0.237	0.225	0.225	3.0	—
		加标样	2.56	2.49	2.53	2.44	2.47	2.52	2.50	1.7	100.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.48	2.56	2.53	2.53	2.54	2.47	2.52	1.4	100.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.55	2.45	2.53	2.47	2.56	2.52	2.51	1.8	100.4
间-硝基甲苯	废水	样品	1.16	1.13	1.15	1.22	1.07	1.14	1.15	4.2	—
		加标样	2.46	2.53	2.55	2.45	2.43	2.56	2.50	2.3	100.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.47	2.55	2.53	2.47	2.53	2.42	2.50	2.0	100.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.51	2.45	2.47	2.57	2.49	2.53	2.50	1.7	100.0
邻-硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.54	2.49	2.48	2.51	2.46	2.55	2.51	2.50	100.4
	地	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

	表水	加标样	2.48	2.53	2.55	2.45	2.53	2.47	2.50	1.6	100.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
加标样		2.55	2.43	2.58	2.52	2.56	2.48	2.52	2.2	100.8	
对-硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.47	2.51	2.55	2.46	2.52	2.53	2.51	2.50	100.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.55	2.56	2.46	2.49	2.52	2.47	2.51	1.7	100.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.58	2.53	2.51	2.52	2.55	2.53	1.2	101.2
间-硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.45	2.56	2.51	2.53	2.46	2.52	2.51	1.7	100.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.48	2.51	2.57	2.53	2.45	2.56	2.52	1.8	100.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.56	2.46	2.53	2.51	2.59	2.43	2.51	2.4	100.4
邻-硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.54	2.43	2.47	2.46	2.49	2.53	2.49	1.7	99.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.47	2.53	2.48	2.53	2.56	2.48	2.51	1.5	100.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.51	2.55	2.53	2.49	2.46	2.57	2.52	1.6	100.8
对-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.53	2.46	2.52	2.57	2.58	2.54	2.53	2.50	101.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.55	2.48	2.55	2.59	2.43	2.48	2.51	2.4	100.4
	污	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

	水	加标样	2.46	2.57	2.55	2.51	2.49	2.49	2.51	1.6	100.4
间-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.48	2.53	2.59	2.58	2.51	2.47	2.53	2.50	101.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.53	2.42	2.53	2.52	2.59	2.55	2.52	2.2	100.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.52	2.56	2.43	2.55	2.58	2.55	2.53	2.1	101.2
邻-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.52	2.57	2.49	2.47	2.52	2.43	2.50	1.9	100.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.48	2.52	2.54	2.55	2.47	2.45	2.50	1.6	100.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.56	2.53	2.48	2.46	2.52	2.51	2.51	1.4	100.4
2,6-二硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.53	2.47	2.56	2.49	2.5	2.46	2.50	1.5	100.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.51	2.45	2.58	2.55	2.55	2.46	2.52	2.1	100.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.44	2.54	2.56	2.47	2.54	2.55	2.52	2.0	100.8
2,4-二硝基甲苯	废水	样品	1.17	1.15	1.11	1.16	1.08	1.13	1.13	3.0	—
		加标样	2.51	2.47	2.56	2.6	2.47	2.43	2.51	2.5	100.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.57	2.46	2.45	2.57	2.52	2.51	2.51	2.1	100.4
	污水	样品	0.221	0.235	0.234	0.218	0.206	0.229	0.224	—	—
		加标样	2.49	2.52	2.55	2.59	2.43	2.47	2.51	2.3	100.4
3,4-二	废	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

硝基甲 苯	水	加标 样	2.51	2.47	2.56	2.60	2.47	2.43	2.51	2.50	100.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表 水	加标 样	2.53	2.43	2.51	2.55	2.57	2.49	2.51	2.0	100.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	污水	加标 样	2.51	2.54	2.46	2.47	2.58	2.59	2.53	2.2	101.2
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
2,4-二 硝基氯 苯	废 水	加标 样	2.41	2.56	2.52	2.55	2.55	2.57	2.53	2.50	101.2
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表 水	加标 样	2.55	2.53	2.55	2.51	2.47	2.53	2.52	1.2	100.8
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	污 水	加标 样	2.45	2.52	2.58	2.46	2.54	2.57	2.52	2.2	100.8
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
2, 4, 6-三硝 基甲苯	废 水	加标 样	2.56	2.54	2.51	2.49	2.53	2.55	2.53	1.0	101.2
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表 水	加标 样	2.54	2.50	2.47	2.49	2.53	2.56	2.52	1.3	100.8
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	污 水	加标 样	2.53	2.47	2.43	2.56	2.57	2.51	2.51	2.1	100.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
1-溴-2- 硝基苯 (SS)	废 水	加标 样	2.46	2.6	2.43	2.55	2.56	2.51	2.52	2.6	100.8
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表 水	加标 样	2.45	2.56	2.52	2.54	2.43	2.56	2.51	2.3	100.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	污 水	加标 样	2.53	2.46	2.45	2.53	2.56	2.53	2.51	1.8	100.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
五氯硝 苯(SS)	废 水	加标 样	2.46	2.47	2.55	2.55	2.48	2.57	2.51	1.9	100.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

	表水	加标样	2.53	2.51	2.47	2.55	2.57	2.46	2.52	1.7	100.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.45	2.56	2.55	2.49	2.52	2.53	2.52	1.6	100.8

注：加标样测定值已减去样品测定结果的平均值。

表 A1-6-10
固相萃取法

验证单位：天津市东丽环境监测站

测试日期：2011年4月12日

化合物名称	样品种类		测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	加标量(μg)	加标回收率(%)
			1	2	3	4	5	6			
硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.46	2.53	2.52	2.45	2.41	2.42	2.47	2.0	98.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.43	2.45	2.47	2.40	2.49	2.43	2.45	1.3	98.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.52	2.56	2.46	2.51	2.53	2.43	2.50	1.9	100.0
对-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.52	2.52	2.47	2.45	2.56	2.44	2.49	1.9	99.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.51	2.46	2.53	2.43	2.52	2.45	2.48	1.7	99.2
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.56	2.47	2.49	2.43	2.52	2.51	2.50	1.8	100.0
间-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.43	2.45	2.49	2.56	2.51	2.49	2.49	1.8	99.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.45	2.53	2.56	2.49	2.52	2.45	2.50	1.8	100.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.50	2.53	2.46	2.51	2.44	2.49	1.3	99.6

邻-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.43	2.51	2.56	2.46	2.51	2.49	1.8	99.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.47	2.49	2.54	2.51	2.55	2.51	2.51	1.2	100.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.50	2.47	2.51	2.53	2.57	2.51	1.4	100.4
对-硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.46	2.44	2.49	2.54	2.56	2.52	2.50	1.9	100.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.51	2.45	2.53	2.47	2.49	2.51	2.49	1.2	99.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.53	2.45	2.48	2.53	2.50	2.56	2.51	1.6	100.4
间-硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.52	2.49	2.45	2.56	2.54	2.46	2.50	1.8	100.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.47	2.53	2.51	2.56	2.43	2.53	2.51	1.9	100.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.48	2.5	2.47	2.56	2.54	2.49	2.51	1.4	100.4
邻-硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.48	2.53	2.57	2.44	2.51	2.46	2.50	1.9	100.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.49	2.53	2.46	2.53	2.54	2.53	2.51	1.3	100.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.43	2.47	2.57	2.54	2.49	2.53	2.51	2.0	100.4
对-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.53	2.45	2.43	2.57	2.553	2.51	2.51	2.2	100.4

	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.43	2.58	2.50	2.53	2.48	2.56	2.51	2.2	100.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.53	2.56	2.44	2.42	2.49	2.55	2.50	2.3	100.0
间-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.54	2.47	2.47	2.51	2.53	2.48	2.50	1.2	100.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.54	2.47	2.49	2.54	2.44	2.47	2.49	1.6	99.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.53	2.54	2.49	2.46	2.55	2.55	2.52	1.5	100.8
邻-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.54	2.46	2.46	2.49	2.52	2.58	2.51	1.9	100.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.48	2.52	2.54	2.55	2.47	2.45	2.50	1.6	100.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.44	2.55	2.53	2.49	2.57	2.54	2.52	1.9	100.8
2,6-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.53	2.47	2.56	2.49	2.50	2.46	2.50	1.5	100.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.51	2.45	2.58	2.55	2.55	2.46	2.52	2.1	100.8
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.48	2.51	2.53	2.53	2.55	2.43	2.51	1.7	100.4
2,4-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.51	2.58	2.48	2.52	2.51	2.48	2.51	1.5	100.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.57	2.46	2.45	2.57	2.52	2.51	2.51	2.1	100.4

	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.52	2.59	2.46	2.51	2.47	2.46	2.50	2.0	100.0
3,4-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.53	2.54	2.44	2.56	2.48	2.47	2.50	1.9	100.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.53	2.43	2.51	2.55	2.57	2.49	2.51	2.0	100.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.45	2.56	2.50	2.47	2.49	2.58	2.51	2.0	100.4
2,4-二硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.47	2.54	2.46	2.48	2.53	2.52	2.50	1.4	100.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.55	2.53	2.55	2.51	2.47	2.53	2.52	1.2	100.8
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.55	2.46	2.53	2.52	2.44	2.54	2.51	1.8	100.4
2, 4, 6-三硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.44	2.55	2.53	2.43	2.53	2.49	2.50	2.0	100.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.56	2.49	2.53	2.47	2.42	2.45	2.49	2.1	99.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.48	2.47	2.55	2.49	2.53	2.50	2.50	1.2	100.0
1-溴-2-硝基苯 (SS)	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.46	2.60	2.43	2.55	2.56	2.51	2.52	2.6	100.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.45	2.56	2.52	2.54	2.43	2.56	2.51	2.3	100.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.53	2.46	2.45	2.53	2.56	2.53	2.51	1.8	100.4

五氯硝苯(SS)	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.46	2.47	2.55	2.55	2.48	2.57	2.51	1.9	100.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.53	2.51	2.47	2.55	2.57	2.46	2.52	1.7	100.8
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.45	2.56	2.55	2.49	2.52	2.53	2.52	1.6	100.8

表 A1-6-11
液液萃取法

验证单位：天津市大港区环境监测站

测试日期：2011年4月11日

化合物名称	样品种类		测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	RSD%	加标回收率(%)
			1	2	3	4	5	6			
硝基苯	废水	样品	0.836	0.825	0.857	0.822	0.846	0.803	0.832	2.3	—
		加标样	2.15	2.07	2.05	2.12	1.93	1.96	2.05	4.2	82.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.13	2.09	2.11	2.05	2.03	1.98	2.07	2.7	82.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.01	2.14	2.08	2.02	1.97	2.15	2.06	3.6	82.4
对-硝基甲苯	废水	样品	0.237	0.242	0.232	0.231	0.227	0.230	0.233	2.3	—
		加标样	2.21	2.18	2.12	1.94	2.09	1.96	2.08	5.4	83.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.13	2.08	2.02	2.14	2.09	2.13	2.10	2.2	84.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.13	2.02	2.11	2.07	2.05	2.07	2.08	1.9	83.2
间-硝基甲苯	废水	样品	1.17	1.14	1.18	1.16	1.22	1.14	1.17	2.6	—
		加标样	2.09	2.17	2.14	2.03	1.94	2.13	2.08	4.1	83.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.07	2.12	2.11	2.05	2.01	2.19	2.09	3.0	83.6

	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.13	2.14	2.05	2.02	1.99	2.23	2.09	4.3	83.6
邻-硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.04	2.16	2.09	2.11	2.08	2.13	2.10	2.0	84.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.13	2.04	2.17	2.21	2.09	2.11	2.13	2.8	85.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.06	2.15	2.08	2.02	2.16	2.14	2.10	2.7	84.0
对-硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.02	2.09	2.23	2.16	2.13	2.06	2.12	3.5	84.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.05	2.15	2.01	2.17	2.24	2.13	2.13	3.9	85.2
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.09	2.13	2.25	2.14	2.06	2.17	2.14	3.1	85.6
间-硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.03	2.14	2.22	2.08	2.05	1.99	2.09	4.0	83.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.16	2.12	2.05	2.11	2.08	2.02	2.09	2.4	83.6
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.12	2.2	2.05	2.11	2.18	2.02	2.11	3.3	84.4
邻-硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.07	2.03	2.16	2.17	2.08	2.12	2.11	2.6	84.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.01	2.08	2.15	2.14	2.03	2.18	2.10	3.3	84.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.01	2.13	2.14	2.08	2.22	2.14	2.12	3.3	84.8

对-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	1.89	1.98	2.04	1.93	2.09	1.96	1.98	3.7	79.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	1.94	2.08	2.04	1.92	1.98	2.03	2.00	3.1	80.0
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.07	2.04	1.89	1.91	2.02	2.13	2.01	4.6	80.4
间-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	1.90	1.95	2.02	1.88	1.97	2.06	1.96	3.5	78.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.02	1.94	1.85	2.04	1.98	1.99	1.97	3.5	78.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.02	1.96	1.83	2.04	1.88	2.07	1.97	4.8	78.8
邻-二硝基苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.01	1.97	1.89	2.04	1.96	2.08	1.99	3.4	79.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.01	1.94	2.06	1.85	2.07	2.03	1.99	4.2	79.6
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.03	1.98	2.12	1.82	1.95	2.03	1.99	5.1	79.6
2,6-二硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.06	1.99	1.93	2.14	1.87	1.93	1.99	5.0	79.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.05	1.97	1.97	2.17	2.02	1.85	2.01	5.3	80.4
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.08	1.92	2.04	2.17	2.08	1.95	2.04	4.5	81.6
2,4-二硝基甲苯	废水	样品	1.06	1.03	1.15	1.14	1.11	1.08	1.10	4.3	—
		加标样	2.08	2.14	2.01	2.09	1.99	1.92	2.04	3.9	81.6

	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.07	2.13	1.96	2.04	1.98	2.06	2.04	3.1	81.6
	污水	样品	0.221	0.235	0.234	0.218	0.206	0.229	0.224	—	—
		加标样	2.04	2.01	1.99	2.07	2.03	2.13	2.05	2.4	82.0
3,4-二硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.03	2.17	2.05	1.88	1.95	2.07	2.03	4.9	81.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.01	1.97	1.86	2.06	2.13	2.08	2.02	4.7	80.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.07	2.03	1.97	2.14	1.95	2.06	2.04	3.4	81.6
2,4-二硝基氯苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.05	2.11	2.06	1.92	1.89	2.07	2.02	4.4	80.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.03	1.98	1.89	2.01	2.16	2.06	2.02	4.4	80.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.02	1.99	2.13	2.04	2.08	1.97	2.04	2.9	81.6
2, 4, 6-三硝基甲苯	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	1.99	2.11	2.05	1.96	2.07	2.08	2.04	2.8	81.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.03	2.09	2.02	1.99	2.06	2.04	2.04	1.7	81.6
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.13	2.02	2.14	2.07	2.11	2.07	2.09	2.2	83.6
1-溴-2-硝基苯 (SS)	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.01	1.98	2.15	2.07	2.02	2.06	2.05	2.9	82.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.11	2.05	1.97	2.13	2.04	2.04	2.06	2.8	82.4

	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.05	2.12	2.07	1.94	1.97	2.06	2.04	3.3	81.6
五氯硝苯(SS)	废水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.17	2.03	2.09	2.01	2.14	2.08	2.09	2.9	83.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.06	2.14	2.05	1.99	2.01	2.16	2.07	3.3	82.8
	污水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.02	2.01	1.96	2.13	2.19	2.05	2.06	4.1	82.4

注：加标样测定值已减去样品测定结果的平均值。

表 A1-6-12
固相萃取法

验证单位：天津市大港区环境监测站

测试日期：2011年4月11日

化合物名称	样品种类		测定结果(μg/L)						平均值(μg/L)	加标量(μg)	加标回收率(%)
			1	2	3	4	5	6			
硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.03	2.11	2.09	2.15	2.17	2.02	2.10	2.9	84.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.00	2.08	2.13	2.05	2.12	1.97	2.06	3.1	82.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.15	2.04	2.11	1.98	2.06	1.95	2.05	3.7	82.0
对-硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.23	2.15	2.20	2.17	2.06	2.11	2.15	2.9	86.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.17	2.14	2.05	2.22	2.03	2.01	2.10	4.1	84.0
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.03	2.17	2.05	2.02	2.08	2.13	2.08	2.9	83.2
间-硝	地	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

基甲苯	下水	加标样	2.05	2.12	2.15	2.07	2.11	2.09	2.10	1.7	84.0
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表水	加标样	2.16	2.08	2.12	2.04	1.97	2.14	2.09	3.4	83.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	海水	加标样	2.01	2.06	2.10	2.18	2.15	1.99	2.08	3.6	83.2
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
邻-硝基甲苯	地下水	加标样	2.16	2.08	2.21	2.05	2.11	2.14	2.13	2.7	85.2
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表水	加标样	2.13	2.08	2.19	2.14	2.05	2.11	2.12	2.3	84.8
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	海水	加标样	2.49	2.50	2.47	2.51	2.53	2.57	2.51	1.4	100.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
对-硝基氯苯	地下水	加标样	2.04	2.09	2.05	2.16	2.15	2.21	2.12	3.2	84.8
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表水	加标样	2.07	2.03	2.08	2.14	2.17	2.01	2.08	3.0	83.2
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	海水	加标样	2.03	2.11	2.09	2.04	2.18	2.06	2.09	2.7	83.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
间-硝基氯苯	地下水	加标样	2.13	2.21	2.04	2.07	2.03	2.15	2.11	3.3	84.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表水	加标样	2.10	2.07	2.08	2.14	2.03	1.99	2.07	2.5	82.8
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	海水	加标样	2.02	2.13	2.06	2.04	2.01	2.17	2.07	3.1	82.8
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
邻-硝基氯苯	地下水	加标样	2.06	2.12	2.04	2.13	2.22	2.04	2.10	3.3	84.0
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

	表水	加标样	2.13	2.01	2.14	2.15	1.98	2.02	2.07	3.7	82.8
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.01	2.13	2.11	2.05	2.07	2.10	2.08	2.1	83.2
对-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	1.91	1.86	2.05	2.02	1.83	2.06	1.96	5.2	78.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	1.85	1.92	1.82	1.88	1.96	2.01	1.91	3.7	76.4
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.03	1.87	1.94	1.92	1.79	1.88	1.91	4.2	76.4
间-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	1.91	2.06	1.87	1.82	1.93	2.02	1.94	4.7	77.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	1.83	1.78	1.96	1.95	2.01	1.79	1.89	5.2	75.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.02	1.99	1.82	1.83	1.76	1.77	1.87	6.0	74.8
邻-二硝基苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	1.93	1.99	2.01	1.81	1.75	1.87	1.89	5.4	75.6
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	1.89	1.93	1.86	1.77	1.79	1.82	1.84	3.3	73.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	1.83	1.81	1.78	1.73	1.89	1.92	1.83	3.8	73.2
2,6-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	1.92	2.03	1.97	2.18	1.94	2.13	2.03	5.2	81.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.13	2.01	1.98	1.86	1.82	2.17	2.00	7.0	80.0
	海	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

	水	加标样	1.97	2.12	2.05	1.98	1.89	2.06	2.01	4.0	80.4
2,4-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.08	2.17	2.11	2.02	1.93	2.03	2.06	4.0	82.4
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.02	2.13	2.07	1.94	1.97	2.04	2.03	3.4	81.2
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.01	1.96	2.05	1.99	1.93	2.04	2.00	2.3	80.0
3,4-二硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.07	2.11	1.99	2.05	2.03	2.14	2.07	2.6	82.8
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.03	2.13	2.07	1.95	2.02	2.05	2.04	2.9	81.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.05	1.99	2.06	2.02	1.94	2.03	2.02	2.2	80.8
2,4-二硝基氯苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.09	2.02	2.14	1.98	1.92	2.14	2.05	4.4	82.0
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.02	2.18	2.12	1.89	2.13	1.92	2.04	5.9	81.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.01	1.95	2.13	2.07	2.12	1.96	2.04	3.8	81.6
2, 4, 6-三硝基甲苯	地下水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.12	2.04	2.13	2.03	2.15	1.99	2.08	3.1	83.2
	地表水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.01	1.98	1.93	2.07	2.14	2.09	2.04	3.8	81.6
	海水	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
		加标样	2.03	2.12	2.09	2.11	2.01	1.95	2.05	3.2	82.0
1-溴-2-	地	样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

硝基苯 (SS)	下水	加标样	1.99	2.11	2.05	1.96	2.07	2.08	2.04	2.8	81.6
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表水	加标样	2.00	2.03	2.12	1.96	1.94	2.03	2.01	3.2	80.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	海水	加标样	2.02	2.11	2.07	1.98	1.93	2.01	2.02	3.2	80.8
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
五氯硝 苯(SS)	地下水	加标样	2.01	1.98	2.15	2.07	2.02	2.06	2.05	2.9	82.0
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	地表水	加标样	2.11	2.05	1.97	2.13	2.04	2.04	2.06	2.8	82.4
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—
	海水	加标样	2.11	2.06	2.04	1.98	1.95	2.02	2.03	2.8	81.2
		样品	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	—	—

A. 2 方法验证数据汇总

A.2.1 检出限和测定下限测试数据汇总

表 A2-1-1 液液萃取方法检出限、测定下限汇总表 (单位: $\mu\text{g/L}$)

化合物 名称	1		2		3		4		5		6		结论	
	检出 限	测定 下限	检出 限	测定 下限	检出 限	测定 下限	检出 限	测定 下限	检出 限	测定 下限	检出 限	测定 下限	方法 检出 限	测 定 下 限
硝基苯	0.025	0.10	0.022	0.088	0.025	0.10	0.019	0.076	0.026	0.10	0.035	0.14	0.035	0.14
对-硝基 甲苯	0.024	0.096	0.022	0.088	0.025	0.10	0.023	0.092	0.021	0.084	0.035	0.14	0.035	0.14
间-硝基 甲苯	0.025	0.10	0.021	0.084	0.019	0.076	0.021	0.084	0.019	0.076	0.035	0.14	0.035	0.14
邻-硝基 甲苯	0.023	0.092	0.022	0.088	0.025	0.10	0.020	0.080	0.023	0.092	0.041	0.16	0.041	0.16
对-硝基 氯苯	0.023	0.092	0.018	0.072	0.028	0.11	0.024	0.096	0.024	0.096	0.044	0.18	0.044	0.18
间-硝基	0.023	0.092	0.029	0.12	0.025	0.10	0.018	0.072	0.022	0.088	0.044	0.18	0.044	0.18

氯苯														
邻-硝基 氯苯	0.023	0.092	0.020	0.080	0.025	0.10	0.022	0.088	0.020	0.080	0.044	0.18	0.044	0.18
对-二硝 基苯	0.041	0.16	0.022	0.088	0.028	0.11	0.024	0.096	0.022	0.088	0.047	0.19	0.047	0.19
间-二硝 基苯	0.035	0.14	0.022	0.088	0.019	0.076	0.030	0.12	0.028	0.11	0.044	0.18	0.044	0.18
邻-二硝 基苯	0.035	0.14	0.019	0.076	0.025	0.10	0.022	0.088	0.028	0.11	0.047	0.19	0.047	0.19
2,6-二硝 基甲苯	0.035	0.14	0.019	0.076	0.025	0.10	0.024	0.096	0.028	0.11	0.047	0.19	0.047	0.19
2,4-二硝 基甲苯	0.032	0.13	0.025	0.100	0.025	0.10	0.025	0.10	0.031	0.12	0.047	0.19	0.047	0.19
3,4-二硝 基甲苯	0.035	0.14	0.022	0.088	0.025	0.10	0.027	0.11	0.031	0.12	0.047	0.19	0.047	0.19
2,4-二硝 基氯苯	0.035	0.14	0.022	0.088	0.022	0.090	0.022	0.088	0.031	0.12	0.041	0.16	0.041	0.16
2,4,6- 三硝基 甲苯	0.044	0.18	0.018	0.072	0.025	0.10	0.028	0.11	0.031	0.12	0.041	0.16	0.044	0.18

由上表得出结论：液液萃取法方法检出限为 0.035 $\mu\text{g/L}$ ~0.047 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为：0.14 $\mu\text{g/L}$ ~0.19 $\mu\text{g/L}$ 。

表 A2-1-2 固相萃取方法检出限、测定下限汇总表

(单位： $\mu\text{g/L}$)

化合物 名称	1		2		3		4		5		6		平均值	
	检出 限	测定 下线	检出 限	测定 下线	检出 限	测定 下线	检出 限	测定 下线	检出 限	测定 下线	检出 限	测定 下线	检出 限	测定 下线
硝基苯	0.025	0.10	0.019	0.076	0.024	0.096	0.022	0.088	0.022	0.088	0.041	0.16	0.041	0.16
对-硝基 甲苯	0.022	0.088	0.016	0.064	0.024	0.10	0.022	0.088	0.022	0.088	0.035	0.14	0.035	0.14
间-硝基 甲苯	0.022	0.088	0.022	0.088	0.022	0.09	0.022	0.088	0.019	0.076	0.035	0.14	0.035	0.14

邻-硝基 甲苯	0.022	0.088	0.019	0.076	0.024	0.10	0.022	0.088	0.019	0.076	0.035	0.14	0.035	0.14
对-硝基 氯苯	0.022	0.088	0.019	0.076	0.025	0.10	0.022	0.088	0.019	0.076	0.038	0.15	0.038	0.15
间-硝基 氯苯	0.022	0.088	0.022	0.088	0.029	0.12	0.022	0.088	0.022	0.088	0.038	0.15	0.038	0.15
邻-硝基 氯苯	0.022	0.088	0.022	0.088	0.025	0.10	0.019	0.076	0.019	0.076	0.038	0.15	0.038	0.15
对-二硝 基苯	0.035	0.14	0.019	0.076	0.031	0.12	0.038	0.15	0.025	0.1	0.044	0.18	0.044	0.18
间-二硝 基苯	0.035	0.14	0.022	0.088	0.031	0.12	0.038	0.15	0.028	0.11	0.047	0.19	0.047	0.19
邻-二硝 基苯	0.038	0.15	0.025	0.10	0.028	0.11	0.031	0.12	0.031	0.12	0.044	0.18	0.044	0.18
2, 6-二硝 基甲苯	0.038	0.15	0.025	0.10	0.031	0.12	0.035	0.14	0.031	0.12	0.044	0.18	0.044	0.18
2, 4-二硝 基甲苯	0.035	0.14	0.025	0.10	0.030	0.12	0.031	0.12	0.031	0.12	0.041	0.16	0.041	0.16
3, 4-二硝 基甲苯	0.035	0.14	0.028	0.11	0.031	0.12	0.035	0.14	0.031	0.12	0.038	0.15	0.038	0.15
2, 4-二硝 基氯苯	0.035	0.14	0.025	0.10	0.031	0.12	0.031	0.12	0.031	0.12	0.035	0.14	0.035	0.14
2, 4, 6- 三硝基 甲苯	0.041	0.16	0.022	0.088	0.028	0.11	0.038	0.15	0.031	0.12	0.038	0.15	0.041	0.16

由上表得出结论：固相萃取法方法检出限为 0.035 $\mu\text{g/L}$ ~0.047 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为：0.14 $\mu\text{g/L}$ ~0.19 $\mu\text{g/L}$ 。

A.2.2 方法精密度测试数据汇总

A.2.2.1 液液萃取方法精密度汇总表见附表表 A2-2-1-1~3

表 A2-2-1-1 空白加标浓度为 0.100 $\mu\text{g/L}$ 精密度汇总表

实验室号		1	2	3	4	5	6	\bar{x}	S'	RSD'	重复性限 r	再现性限 R
硝基苯	\bar{X}_i	0.0831	0.0796	0.0814	0.0805	0.0981	0.0719	0.0824	0.0086	10.4	0.013	0.027

	S_i	0.0060	0.0050	0.0034	0.0058	0.0041	0.0025						
	RSD_i	7.2	6.3	4.2	7.2	4.2	3.5						
对-硝 基甲苯	\bar{X}_i	0.0852	0.0810	0.0844	0.0834	0.0995	0.0750	0.0848	0.0081	9.6	0.016	0.027	
	S_i	0.0062	0.0081	0.0049	0.0061	0.0039	0.0050						
	RSD_i	7.3	10.0	5.8	7.3	3.9	6.7						
间-硝 基甲苯	\bar{X}_i	0.0834	0.0789	0.0801	0.0767	0.0999	0.0739	0.0822	0.0093	11.3	0.017	0.030	
	S_i	0.0073	0.0089	0.0039	0.0068	0.0037	0.0013						
	RSD_i	8.8	11.3	4.9	8.9	3.7	1.8						
邻-硝 基甲苯	\bar{X}_i	0.0826	0.0798	0.0831	0.0776	0.101	0.0746	0.0831	0.0093	11.2	0.018	0.031	
	S_i	0.0077	0.0095	0.0043	0.0073	0.0038	0.0032						
	RSD_i	9.3	11.9	5.2	9.4	3.8	4.3						
对-硝 基氯苯	\bar{X}_i	0.0835	0.0781	0.0846	0.0801	0.0975	0.0735	0.0829	0.0082	9.9	0.018	0.028	
	S_i	0.0079	0.0075	0.0046	0.0076	0.0073	0.002						
	RSD_i	9.5	9.6	5.4	9.5	7.5	2.7						
间-硝 基氯苯	\bar{X}_i	0.0836	0.0824	0.0826	0.0828	0.0978	0.0773	0.0844	0.0069	8.2	0.017	0.025	
	S_i	0.0067	0.0063	0.0039	0.0067	0.0072	0.006						
	RSD_i	8	7.6	4.7	8.1	7.4	7.8						
邻-硝 基氯苯	\bar{X}_i	0.0829	0.0778	0.0838	0.0754	0.0985	0.0753	0.0823	0.0087	10.6	0.017	0.029	
	S_i	0.0067	0.0098	0.004	0.0061	0.005	0.0022						
	RSD_i	8.1	12.6	4.8	8.1	5.1	2.9						
2,4,6- 三硝基 甲苯	\bar{X}_i	0.0788	0.0820	0.0833	0.0733	0.1002	0.0733	0.0818	0.0099	12.2	0.016	0.031	
	S_i	0.0068	0.0065	0.0044	0.0063	0.0052	0.0034						
	RSD_i	8.6	7.9	5.3	8.6	5.2	4.6						
对-二 硝基苯	\bar{X}_i	0.0799	0.0806	0.0805	0.0838	0.1002	0.0738	0.0831	0.0090	10.8	0.015	0.029	
	S_i	0.0054	0.0078	0.0035	0.0056	0.0053	0.0036						
	RSD_i	6.8	9.7	4.3	6.7	5.3	4.9						

间-二 硝基苯	\bar{X}_i	0.0773	0.0808	0.0813	0.0703	0.1002	0.0725	0.0804	0.010	13.2	0.012	0.032
	S_i	0.006	0.0046	0.0034	0.0054	0.0032	0.0031					
	RSD_i	7.8	5.7	4.2	7.7	3.2	4.3					
邻-二 硝基苯	\bar{X}_i	0.0767	0.0785	0.0769	0.0744	0.101	0.0721	0.0799	0.0106	13.2	0.013	0.032
	S_i	0.005	0.0063	0.0033	0.0048	0.0051	0.0029					
	RSD_i	6.5	8.0	4.3	6.5	5.0	4.0					
2,6-二 硝基甲 苯	\bar{X}_i	0.0779	0.0814	0.0785	0.0763	0.1019	0.0725	0.0814	0.0105	12.8	0.013	0.032
	S_i	0.0053	0.0033	0.0036	0.0052	0.0065	0.0027					
	RSD_i	6.8	4.1	4.6	6.8	6.4	3.7					
2,4-二 硝基甲 苯	\bar{X}_i	0.0757	0.0815	0.078	0.0772	0.1009	0.0723	0.0809	0.0102	12.6	0.012	0.031
	S_i	0.003	0.0081	0.0032	0.0031	0.0037	0.0018					
	RSD_i	4.0	9.9	4.1	4.0	3.7	2.5					
3,4-二 硝基甲 苯	\bar{X}_i	0.0761	0.0786	0.0771	0.0707	0.100	0.0727	0.0792	0.0106	13.4	0.012	0.032
	S_i	0.005	0.0054	0.0027	0.0047	0.0054	0.0019					
	RSD_i	6.6	6.9	3.5	6.6	5.4	2.6					
2,4-二 硝基氯 苯	\bar{X}_i	0.0775	0.0791	0.0767	0.0744	0.1	0.0734	0.0802	0.0099	12.4	0.015	0.031
	S_i	0.005	0.0053	0.0051	0.0048	0.0071	0.0036					
	RSD_i	6.4	6.7	6.6	6.5	7.1	4.9					
1-溴-2- 硝基苯	\bar{X}_i	0.077	0.0772	0.0763	0.0754	0.0996	0.0795	0.0808	0.0093	11.5	0.012	0.028
	S_i	0.0043	0.0061	0.0031	0.0042	0.0035	0.0047					
	RSD_i	5.6	7.9	4.1	5.6	3.5	5.9					
五氯硝 基苯	\bar{X}_i	0.0793	0.0794	0.0783	0.0753	0.101	0.0808	0.0824	0.0093	11.3	0.011	0.028
	S_i	0.0047	0.0027	0.003	0.0045	0.0041	0.0042					
	RSD_i	5.9	3.4	3.8	6.0	4.1	5.2					

表 A2-2-1-2 空白加标浓度为 2.50 $\mu\text{g/L}$ 精密度汇总表

实验室号		1	2	3	4	5	6	\bar{x}	S'	RSD'	重复性限 r	再现性限 R
硝基苯	\bar{X}_i	2.39	2.26	2.34	2.31	2.49	2.16	2.33	0.11	4.8	0.20	0.36
	S_i	0.071	0.066	0.094	0.068	0.040	0.070					
	RSD_i	2.9	3.1	3.8	3.0	1.6	3.2					
对-硝基甲苯	\bar{X}_i	2.39	2.29	2.38	2.34	2.51	2.11	2.34	0.13	5.7	0.20	0.41
	S_i	0.085	0.068	0.060	0.085	0.037	0.077					
	RSD_i	3.8	3.1	2.5	3.8	1.6	3.8					
间-硝基甲苯	\bar{X}_i	2.41	2.31	2.36	2.22	2.5	2.1	2.32	0.14	6.1	0.18	0.43
	S_i	0.048	0.098	0.067	0.045	0.034	0.064					
	RSD_i	2.1	4.3	3.0	2.3	1.2	2.9					
邻-硝基甲苯	\bar{X}_i	2.39	2.32	2.36	2.24	2.51	2.14	2.33	0.13	5.5	0.21	0.40
	S_i	0.064	0.098	0.065	0.061	0.048	0.093					
	RSD_i	2.5	4.3	3.0	2.7	2.0	4.2					
对-硝基氯苯	\bar{X}_i	2.39	2.3	2.37	2.29	2.49	2.17	2.34	0.11	4.6	0.18	0.34
	S_i	0.061	0.073	0.067	0.061	0.040	0.076					
	RSD_i	2.6	3.2	2.8	2.7	1.6	3.5					
间-硝基氯苯	\bar{X}_i	2.42	2.32	2.37	2.39	2.5	2.21	2.37	0.10	4.1	0.23	0.35
	S_i	0.062	0.132	0.081	0.062	0.035	0.093					
	RSD_i	2.5	5.6	3.4	2.5	1.2	4.1					
邻-硝基氯苯	\bar{X}_i	2.43	2.33	2.39	2.2	2.52	2.24	2.35	0.12	5.1	0.23	0.39
	S_i	0.069	0.131	0.087	0.064	0.033	0.066					
	RSD_i	2.8	5.6	3.6	2.9	1.3	2.9					
2,4,6-三硝基甲苯	\bar{X}_i	2.35	2.28	2.36	2.18	2.5	2.17	2.31	0.12	5.4	0.24	0.41
	S_i	0.0911	0.115	0.0826	0.0826	0.042	0.0859					
	RSD_i	3.9	5.0	3.5	3.8	1.7	4.0					

对-二 硝基苯	\bar{X}_i	2.34	2.32	2.34	2.45	2.51	2.09	2.34	0.14	6.2	0.18	0.43
	S_i	0.044	0.098	0.076	0.046	0.045	0.053					
	RSD_i	1.9	4.2	3.2	1.9	1.8	2.5					
间-二 硝基苯	\bar{X}_i	2.35	2.33	2.39	2.13	2.5	2.11	2.30	0.15	6.6	0.20	0.46
	S_i	0.060	0.098	0.081	0.056	0.038	0.077					
	RSD_i	2.6	4.2	3.4	2.6	1.5	3.6					
邻-二 硝基苯	\bar{X}_i	2.37	2.31	2.37	2.29	2.5	2.09	2.32	0.14	5.8	0.22	0.43
	S_i	0.072	0.123	0.083	0.067	0.059	0.051					
	RSD_i	3.0	5.3	3.5	2.9	2.4	2.4					
2,6-二 硝基甲 苯	\bar{X}_i	2.35	2.28	2.36	2.3	2.5	2.15	2.32	0.11	4.9	0.19	0.36
	S_i	0.062	0.047	0.077	0.062	0.044	0.094					
	RSD_i	2.6	2.1	3.3	2.7	1.8	4.4					
2,4-二 硝基甲 苯	\bar{X}_i	2.36	2.26	2.38	2.4	2.51	2.12	2.34	0.13	5.7	0.22	0.42
	S_i	0.067	0.090	0.083	0.067	0.047	0.098					
	RSD_i	2.8	4.0	3.5	2.8	1.9	4.6					
3,4-二 硝基甲 苯	\bar{X}_i	2.38	2.29	2.33	2.21	2.5	2.12	2.31	0.13	5.7	0.20	0.42
	S_i	0.071	0.104	0.075	0.065	0.049	0.060					
	RSD_i	3.0	4.5	3.2	2.9	2.0	2.8					
2,4-二 硝基氯 苯	\bar{X}_i	2.37	2.29	2.34	2.27	2.5	2.12	2.32	0.13	5.4	0.25	0.42
	S_i	0.078	0.147	0.087	0.075	0.050	0.072					
	RSD_i	3.0	6.4	3.7	3.3	2.0	3.4					
1-溴-2- 硝基苯	\bar{X}_i	2.37	2.32	2.35	2.32	2.49	2.38	2.37	0.06	2.7	0.20	0.26
	S_i	0.060	0.078	0.105	0.060	0.049	0.072					
	RSD_i	2.5	3.4	4.5	2.6	2.0	3.0					
五氯硝 基苯	\bar{X}_i	4.72	4.6	4.62	4.48	4.99	4.71	2.36	0.09	3.8	0.20	0.31
	S_i	0.122	0.144	0.193	0.114	0.117	0.115					
	RSD_i	2.6	3.1	4.2	2.5	2.3	2.4					

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

表 A2-2-1-3 空白加标浓度为 5.00 $\mu\text{g/L}$ 精密度汇总表

实验室号		1	2	3	4	5	6	\bar{x}	S'	RSD'	重复性限 r	再现性限 R
硝基苯	\bar{X}_i	4.70	4.53	4.70	4.55	4.99	4.23	4.62	0.25	5.43	0.35	0.77
	S_i	0.077	0.183	0.131	0.073	0.077	0.163					
	RSD_i	1.7	4.0	2.8	1.5	1.6	3.8					
对-硝基甲苯	\bar{X}_i	4.82	4.66	4.78	4.72	5.01	4.21	4.70	0.27	5.70	0.31	0.80
	S_i	0.098	0.153	0.123	0.098	0.058	0.104					
	RSD_i	2.1	3.2	2.5	2.1	1.2	2.4					
间-硝基甲苯	\bar{X}_i	4.71	4.68	4.71	4.33	5.01	4.23	4.61	0.29	6.19	0.27	0.84
	S_i	0.073	0.148	0.073	0.066	0.047	0.124					
	RSD_i	1.5	3.2	1.5	1.6	1.0	2.8					
邻-硝基甲苯	\bar{X}_i	4.76	4.64	4.82	4.47	4.96	4.25	4.65	0.26	5.52	0.39	0.80
	S_i	0.129	0.174	0.166	0.121	0.132	0.107					
	RSD_i	2.7	3.7	3.5	2.7	2.6	2.6					
对-硝基氯苯	\bar{X}_i	4.74	4.62	4.79	4.55	4.95	4.24	4.65	0.24	5.24	0.46	0.80
	S_i	0.135	0.237	0.154	0.130	0.176	0.117					
	RSD_i	2.8	5.1	3.2	2.9	3.6	2.8					
间-硝基氯苯	\bar{X}_i	4.74	4.64	4.84	4.69	4.98	4.46	4.73	0.18	3.75	0.32	0.58
	S_i	0.097	0.173	0.089	0.097	0.102	0.107					
	RSD_i	2.1	3.7	1.9	2.1	2	2.5					
邻-硝基氯苯	\bar{X}_i	4.78	4.68	4.78	4.34	5.02	4.44	4.67	0.25	5.32	0.34	0.76
	S_i	0.125	0.139	0.163	0.115	0.053	0.114					
	RSD_i	2.6	3	3.4	2.6	1.1	2.6					
2,4,6-	\bar{X}_i	4.74	4.66	4.7	4.4	5.01	4.32	4.64	0.25	5.38	0.29	0.75

三硝基 甲苯	S_i	0.102	0.132	0.079	0.097	0.062	0.126						
	RSD_i	2.2	2.8	1.7	2.2	1.2	2.9						
对-二 硝基苯	\bar{X}_i	4.74	4.66	4.72	4.97	4.98	4.19	4.71	0.29	6.11	0.34	0.86	
	S_i	0.128	0.156	0.109	0.135	0.070	0.116						
	RSD_i	2.7	3.3	2.3	2.7	1.4	2.8						
间-二 硝基苯	\bar{X}_i	4.7	4.67	4.73	4.27	4.97	4.18	4.59	0.30	6.56	0.29	0.88	
	S_i	0.086	0.147	0.102	0.079	0.076	0.117						
	RSD_i	1.8	3.1	2.2	1.9	1.5	2.8						
邻-二 硝基苯	\bar{X}_i	4.79	4.63	4.74	4.64	4.99	4.21	4.67	0.26	5.55	0.34	0.79	
	S_i	0.118	0.140	0.148	0.114	0.087	0.105						
	RSD_i	2.5	3.0	3.1	2.5	1.7	2.5						
2,6-二 硝基甲 苯	\bar{X}_i	4.68	4.62	4.71	4.58	5	4.25	4.64	0.24	5.21	0.36	0.75	
	S_i	0.089	0.137	0.135	0.089	0.075	0.199						
	RSD_i	1.9	3.0	2.9	1.9	1.5	4.7						
2,4-二 硝基甲 苯	\bar{X}_i	4.75	4.63	4.75	4.84	4.99	4.23	4.70	0.26	5.51	0.34	0.79	
	S_i	0.118	0.157	0.074	0.118	0.073	0.157						
	RSD_i	2.5	3.4	1.6	2.4	1.5	3.7						
3,4-二 硝基甲 苯	\bar{X}_i	4.69	4.63	4.64	4.36	4.95	4.19	4.58	0.27	5.83	0.34	0.81	
	S_i	0.091	0.149	0.155	0.084	0.133	0.089						
	RSD_i	1.9	3.2	3.3	1.9	2.7	2.1						
2,4-二 硝基氯 苯	\bar{X}_i	4.77	4.71	4.72	4.58	4.98	4.22	4.66	0.25	5.43	0.43	0.81	
	S_i	0.130	0.252	0.132	0.125	0.112	0.113						
	RSD_i	2.7	5.4	2.8	2.7	2.2	2.7						
1-溴-2- 硝基苯	\bar{X}_i	4.77	4.64	4.72	4.67	5	4.75	4.76	0.13	2.69	0.31	0.45	
	S_i	0.099	0.151	0.108	0.099	0.087	0.100						
	RSD_i	2.1	3.3	2.3	2.1	1.7	2.1						

五氯硝基苯	\bar{X}_i	4.72	4.6	4.62	4.48	4.99	4.71	4.69	0.17	3.68	0.38	0.60
	S_i	0.122	0.144	0.193	0.114	0.117	0.115					
	RSD_i	2.6	3.1	4.2	2.5	2.3	2.4					

A.2.2.2 固相萃取方法精密度汇总表见附表 A2-2-2-1~3

表 A2-2-2-1 空白加标浓度为 0.100 $\mu\text{g/L}$ 精密度汇总表

实验室号		1	2	3	4	5	6	\bar{x}	S'	RSD'	重复性限 r	再现性限 R
硝基苯	\bar{X}_i	0.0833	0.0814	0.0849	0.0800	0.0960	0.0741	0.0833	0.0073	8.7	0.012	0.023
	S_i	0.0047	0.0043	0.0049	0.0051	0.0023	0.0029					
	RSD_i	5.6	5.3	5.8	6.4	2.4	3.9					
对-硝基甲苯	\bar{X}_i	0.0823	0.0832	0.0833	0.0835	0.1004	0.0737	0.0844	0.0087	10.3	0.012	0.027
	S_i	0.0062	0.0039	0.0041	0.0057	0.0020	0.0020					
	RSD_i	7.5	4.7	4.9	6.8	2.0	2.7					
间-硝基甲苯	\bar{X}_i	0.0834	0.0831	0.0824	0.0814	0.0963	0.0737	0.0834	0.0073	8.7	0.013	0.023
	S_i	0.0062	0.0036	0.0043	0.0051	0.0047	0.0018					
	RSD_i	7.4	4.3	5.2	6.3	4.80	2.4					
邻-硝基甲苯	\bar{X}_i	0.08	0.0812	0.085	0.0827	0.1002	0.0733	0.0837	0.0090	10.7	0.016	0.029
	S_i	0.0052	0.0057	0.004	0.0084	0.0066	0.0021					
	RSD_i	6.5	7.0	4.7	10.2	3.7	2.9					
对-硝基氯苯	\bar{X}_i	0.0805	0.0847	0.0853	0.0818	0.1004	0.0737	0.0844	0.0089	10.5	0.014	0.028
	S_i	0.0047	0.0055	0.0031	0.0086	0.0039	0.0029					
	RSD_i	5.8	6.5	3.6	10.5	3.9	3.9					
间-硝基氯苯	\bar{X}_i	0.083	0.0847	0.0833	0.0845	0.0963	0.0746	0.0844	0.0069	8.2	0.014	0.023
	S_i	0.0052	0.005	0.0047	0.005	0.0065	0.0034					
	RSD_i	6.3	5.9	5.6	5.9	6.7	4.6					
邻-硝	\bar{X}_i	0.0836	0.0814	0.0838	0.0812	0.098	0.0738	0.0836	0.0079	9.5	0.015	0.026

基氯苯	S_i	0.0048	0.005	0.0046	0.0088	0.0044	0.0032						
	RSD_i	5.7	6.1	5.5	10.8	4.5	4.3						
2,4,6-三硝基甲苯	\bar{X}_i	0.0806	0.0812	0.0859	0.0731	0.0975	0.0742	0.0821	0.0089	10.9	0.013	0.028	
	S_i	0.005	0.0037	0.0038	0.0056	0.0052	0.0038						
	RSD_i	6.2	4.6	4.4	7.7	5.3	5.1						
对-二硝基苯	\bar{X}_i	0.0810	0.0810	0.0844	0.0746	0.0979	0.0727	0.0819	0.0090	10.9	0.012	0.027	
	S_i	0.0043	0.0031	0.0039	0.0040	0.0062	0.0031						
	RSD_i	5.3	3.8	4.6	5.4	6.3	4.3						
间-二硝基苯	\bar{X}_i	0.0799	0.0834	0.0854	0.0849	0.0986	0.0723	0.0841	0.0086	10.2	0.010	0.026	
	S_i	0.0040	0.0033	0.0040	0.0044	0.0036	0.0024						
	RSD_i	5.0	4.0	4.7	5.2	3.7	3.3						
邻-二硝基苯	\bar{X}_i	0.0806	0.0822	0.0837	0.0782	0.0996	0.0714	0.0826	0.0094	11.3	0.013	0.029	
	S_i	0.0057	0.0052	0.0049	0.0055	0.0035	0.0027						
	RSD_i	7.1	6.3	5.9	7.0	3.5	3.8						
2,6-二硝基甲苯	\bar{X}_i	0.0802	0.0819	0.0852	0.0757	0.100	0.0741	0.0829	0.0094	11.3	0.011	0.028	
	S_i	0.0052	0.0023	0.0030	0.0053	0.0034	0.0039						
	RSD_i	6.5	2.8	3.5	7.0	3.4	5.3						
2,4-二硝基甲苯	\bar{X}_i	0.0809	0.0830	0.0857	0.0768	0.0981	0.0732	0.0830	0.0087	10.4	0.016	0.028	
	S_i	0.0063	0.0064	0.0035	0.0060	0.0054	0.0054						
	RSD_i	7.8	7.7	4.1	7.8	5.5	7.4						
3,4-二硝基甲苯	\bar{X}_i	0.0803	0.0816	0.0843	0.0738	0.0992	0.0714	0.0818	0.0098	12.0	0.014	0.030	
	S_i	0.0044	0.0089	0.0050	0.0040	0.0031	0.0021						
	RSD_i	5.5	10.9	5.9	5.4	3.1	2.9						
2,4-二硝基氯苯	\bar{X}_i	0.0802	0.0817	0.0805	0.0753	0.0996	0.0728	0.0817	0.0094	11.5	0.016	0.030	
	S_i	0.0052	0.0097	0.0040	0.0049	0.0036	0.0033						
	RSD_i	6.5	11.9	5.0	6.5	3.6	4.5						

1-溴-2-硝基苯	\bar{X}_i	0.0773	0.0795	0.0763	0.0734	0.0984	0.0720	0.0795	0.0097	12.1	0.012	0.029
	S_i	0.0059	0.0046	0.0031	0.0056	0.0025	0.0031					
	RSD_i	7.6	5.8	4.1	7.6	2.5	4.3					
五氯硝基苯	\bar{X}_i	0.0785	0.0807	0.0783	0.0729	0.0966	0.0737	0.0801	0.0086	10.8	0.014	0.027
	S_i	0.0053	0.0041	0.0030	0.0049	0.0061	0.0053					
	RSD_i	6.8	5.1	3.8	6.7	6.3	7.2					

表 A2-2-2-2 空白加标浓度为 2.50 $\mu\text{g/L}$ 精密度汇总表

实验室号		1	2	3	4	5	6	\bar{x}	S'	RSD'	重复性限 r	再现性限 R
硝基苯	\bar{X}_i	2.42	2.22	2.33	2.31	2.50	2.08	2.31	0.15	6.4	0.24	0.47
	S_i	0.087	0.091	0.107	0.099	0.038	0.079					
	RSD_i	3.7	4.1	4.3	4.3	1.6	3.8					
对-硝基甲苯	\bar{X}_i	2.42	2.29	2.34	2.37	2.48	2.15	2.34	0.11	4.9	0.27	0.41
	S_i	0.058	0.152	0.096	0.121	0.037	0.079					
	RSD_i	2.5	6.6	4.3	5.1	1.6	3.7					
间-硝基甲苯	\bar{X}_i	2.43	2.37	2.36	2.36	2.49	2.14	2.36	0.12	5.0	0.24	0.40
	S_i	0.065	0.133	0.092	0.085	0.044	0.078					
	RSD_i	2.5	5.5	3.8	3.8	1.6	3.7					
邻-硝基甲苯	\bar{X}_i	2.44	2.34	2.38	2.47	2.48	2.18	2.38	0.11	4.7	0.29	0.41
	S_i	0.071	0.125	0.106	0.151	0.056	0.089					
	RSD_i	2.9	5.1	4.6	6.1	2.4	4.1					
对-硝基氯苯	\bar{X}_i	2.42	2.39	2.36	2.30	2.50	2.23	2.37	0.09	4.0	0.25	0.35
	S_i	0.061	0.170	0.092	0.070	0.025	0.057					
	RSD_i	2.5	7.1	3.9	3.0	1.0	2.6					
间-硝基氯苯	\bar{X}_i	2.42	2.36	2.39	2.33	2.49	2.20	2.37	0.10	4.1	0.27	0.37
	S_i	0.061	0.112	0.094	0.134	0.037	0.098					

	RSD_i	2.5	4.7	3.8	5.6	1.6	4.5					
邻-硝基氯苯	\bar{X}_i	2.39	2.39	2.37	2.44	2.49	2.19	2.38	0.10	4.3	0.22	0.35
	S_i	0.072	0.082	0.092	0.089	0.044	0.090					
	RSD_i	3.0	3.4	3.9	3.6	1.8	4.1					
2,4,6-三硝基甲苯	\bar{X}_i	2.42	2.23	2.36	2.31	2.49	2.14	2.33	0.13	5.5	0.24	0.42
	S_i	0.062	0.090	0.094	0.124	0.052	0.079					
	RSD_i	2.6	4.0	4.0	5.4	2.1	3.7					
对-二硝基苯	\bar{X}_i	2.32	2.22	2.37	2.13	2.47	1.98	2.25	0.18	7.9	0.19	0.52
	S_i	0.060	0.065	0.074	0.067	0.037	0.090					
	RSD_i	2.6	2.9	3.1	3.2	1.5	4.5					
间-二硝基苯	\bar{X}_i	2.35	2.22	2.36	2.34	2.49	1.99	2.29	0.17	7.5	0.23	0.52
	S_i	0.099	0.081	0.093	0.077	0.040	0.098					
	RSD_i	4.2	3.6	3.9	3.3	1.6	4.9					
邻-二硝基苯	\bar{X}_i	2.33	2.22	2.35	2.25	2.49	1.94	2.26	0.18	8.1	0.22	0.55
	S_i	0.080	0.083	0.095	0.076	0.042	0.081					
	RSD_i	3.4	3.7	4.0	3.4	1.7	4.2					
2,6-二硝基甲苯	\bar{X}_i	2.36	2.24	2.38	2.18	2.48	2.02	2.28	0.16	7.2	0.21	0.50
	S_i	0.049	0.081	0.094	0.073	0.040	0.090					
	RSD_i	2.1	3.6	3.9	3.3	1.6	4.5					
2,4-二硝基甲苯	\bar{X}_i	2.36	2.18	2.35	2.24	2.49	2.05	2.28	0.15	6.8	0.21	0.48
	S_i	0.069	0.071	0.072	0.065	0.036	0.120					
	RSD_i	2.9	3.3	3.1	2.9	1.4	5.9					
3,4-二硝基甲苯	\bar{X}_i	2.37	2.21	2.38	2.18	2.49	2.09	2.29	0.15	6.6	0.24	0.47
	S_i	0.082	0.094	0.080	0.075	0.040	0.124					
	RSD_i	3.5	4.3	3.4	3.4	1.6	5.9					
2,4-二	\bar{X}_i	2.38	2.18	2.39	2.23	2.50	2.05	2.29	0.16	7.2	0.21	0.50

硝基氯 苯	S_i	0.073	0.073	0.075	0.070	0.052	0.095					
	RSD_i	3.1	3.3	3.1	3.1	2.1	4.6					
1-溴-2- 硝基苯	\bar{X}_i	2.37	2.22	2.35	2.24	2.50	2.06	2.29	0.15	6.6	0.23	0.47
	S_i	0.075	0.090	0.105	0.070	0.053	0.081					
	RSD_i	3.1	4.1	4.5	3.1	2.1	3.9					
五氯硝 基苯	\bar{X}_i	2.38	2.22	2.35	2.21	2.48	2.11	2.29	0.14	5.9	0.25	0.44
	S_i	0.087	0.087	0.089	0.079	0.063	0.117					
	RSD_i	3.7	3.9	3.8	3.6	2.5	5.5					

表 A2-2-2-3 空白加标浓度为 5.00 $\mu\text{g/L}$ 精密度汇总表

实验室 号		1	2	3	4	5	6	\bar{x}	S'	RSD'	重复 性限 r	再现 性限 R
硝基苯	\bar{X}_i	4.73	4.47	4.63	4.75	5.00	4.17	4.63	0.28	6.1	0.38	0.86
	S_i	0.1376	0.0788	0.2043	0.1161	0.0911	0.1379					
	RSD_i	3.0	1.8	4.3	2.5	1.8	3.4					
对-硝 基甲苯	\bar{X}_i	4.84	4.65	4.69	4.49	4.95	4.23	4.64	0.26	5.5	0.33	0.78
	S_i	0.0941	0.1402	0.1416	0.1439	0.0585	0.108					
	RSD_i	1.9	3.0	3.0	3.1	1.2	2.6					
间-硝 基甲苯	\bar{X}_i	4.80	4.70	4.72	4.54	4.99	4.26	4.67	0.25	5.3	0.45	0.81
	S_i	0.1449	0.1537	0.2196	0.1966	0.0816	0.1379					
	RSD_i	2.9	3.2	4.7	4.4	1.6	3.3					
邻-硝 基甲苯	\bar{X}_i	4.81	4.63	4.76	4.36	4.98	4.34	4.65	0.26	5.5	0.54	0.87
	S_i	0.1724	0.2837	0.1856	0.1463	0.0975	0.2253					
	RSD_i	3.5	6.0	4.0	3.4	2.0	5.3					
对-硝 基氯苯	\bar{X}_i	4.77	4.60	4.71	4.58	4.95	4.19	4.63	0.26	5.5	0.59	0.89
	S_i	0.1675	0.2984	0.1803	0.3036	0.1168	0.1038					
	RSD_i	3.5	6.5	3.8	6.6	2.4	2.5					

间-硝 基氯苯	\bar{X}_i	4.78	4.73	4.76	4.59	4.97	4.25	4.68	0.24	5.2	0.37	0.76
	S_i	0.1141	0.0977	0.1087	0.1871	0.0813	0.163					
	RSD_i	2.3	2.1	2.3	4.1	1.6	3.8					
邻-硝 基氯苯	\bar{X}_i	4.79	4.78	4.77	4.57	4.96	4.22	4.68	0.26	5.5	0.36	0.79
	S_i	0.1205	0.0787	0.1574	0.1784	0.0857	0.1211					
	RSD_i	2.5	1.7	3.3	3.9	1.7	2.9					
2,4,6- 三硝基 甲苯	\bar{X}_i	4.83	4.44	4.83	4.45	4.96	4.19	4.62	0.30	6.5	0.32	0.89
	S_i	0.0979	0.132	0.1216	0.0948	0.1299	0.0966					
	RSD_i	2.0	3.0	2.5	2.1	2.6	2.3					
对-二 硝基苯	\bar{X}_i	4.53	4.38	4.68	4.19	4.94	4.04	4.46	0.33	7.4	0.34	0.97
	S_i	0.102	0.132	0.143	0.062	0.100	0.168					
	RSD_i	2.2	3.0	3.0	1.5	2.0	4.2					
间-二 硝基苯	\bar{X}_i	4.70	4.46	4.66	4.64	4.96	4.07	4.58	0.30	6.5	0.52	0.96
	S_i	0.101	0.156	0.220	0.296	0.114	0.148					
	RSD_i	2.1	3.5	4.7	6.4	2.3	3.6					
邻-二 硝基苯	\bar{X}_i	4.72	4.40	4.71	4.58	4.99	3.97	4.56	0.35	7.6	0.33	1.02
	S_i	0.106	0.126	0.110	0.101	0.081	0.163					
	RSD_i	2.2	2.9	2.3	2.2	1.6	4.1					
2,6-二 硝基甲 苯	\bar{X}_i	4.75	4.41	4.72	4.44	4.93	4.04	4.55	0.32	7.0	0.43	0.97
	S_i	0.119	0.168	0.214	0.099	0.147	0.147					
	RSD_i	2.5	3.8	4.5	2.2	3.0	3.6					
2,4-二 硝基甲 苯	\bar{X}_i	4.69	4.35	4.69	4.45	4.94	4.06	4.53	0.31	6.8	0.36	0.93
	S_i	0.134	0.162	0.138	0.125	0.099	0.107					
	RSD_i	2.9	3.7	2.9	2.8	2.0	2.6					
3,4-二 硝基甲	\bar{X}_i	4.67	4.45	4.69	4.29	4.96	4.12	4.53	0.30	6.7	0.38	0.92
	S_i	0.093	0.205	0.129	0.086	0.109	0.149					

苯	RSD_i	2.0	4.6	2.8	2.0	2.2	3.6					
2,4-二硝基氯苯	\bar{X}_i	4.68	4.45	4.71	4.40	4.98	4.05	4.55	0.32	7.0	0.35	0.95
	S_i	0.129	0.161	0.140	0.124	0.078	0.088					
	RSD_i	2.8	3.6	3.0	2.8	1.6	2.2					
1-溴-2-硝基苯	\bar{X}_i	4.70	4.56	4.72	4.46	4.98	4.12	4.59	0.29	6.3	0.35	0.87
	S_i	0.107	0.188	0.108	0.102	0.096	0.132					
	RSD_i	2.3	4.1	2.3	2.3	1.9	3.2					
五氯硝基苯	\bar{X}_i	4.73	4.47	4.62	4.40	4.98	4.08	4.55	0.31	6.8	0.36	0.92
	S_i	0.120	0.149	0.193	0.110	0.082	0.094					
	RSD_i	2.5	3.3	4.2	2.5	1.6	2.3					

A.2.3 方法准确度测试数据汇总

A.2.3.1 液液萃取法准确度测试数据汇总 见附表 A2.3.1-1~3

表 A2.3.1-1 2.5 $\mu\text{g/L}$ 废水样品加标测试数据汇总表

(单位: %)

实验室号	1	2	3	4	5	6	$\bar{P}\%$	S_P
硝基苯	93.6	89.2	93.6	90.8	100.4	82.0	91.6	6.1
对-硝基甲苯	93.6	89.6	93.6	90.8	100	83.2	91.8	5.5
间-硝基甲苯	93.6	91.2	94.0	90.8	100	83.2	92.1	5.5
邻-硝基甲苯	93.6	91.6	94.0	90.8	100.4	84.0	92.4	5.3
对-硝基氯苯	95.2	92.8	93.6	92.4	100.4	84.8	93.2	5.0
间-硝基氯苯	94.0	89.6	94.0	88.4	100.4	83.6	91.7	5.8
邻-硝基氯苯	96.0	89.6	93.6	90.4	99.6	84.4	92.3	5.3
对-二硝基苯	97.2	87.2	93.6	91.6	101.2	79.2	91.7	7.8
间-二硝基苯	97.2	86.8	94.8	91.6	101.2	78.4	91.7	8.1
邻-二硝基苯	92.0	85.6	94.0	90.0	100	79.6	90.2	7.0
2, 6-二硝基甲苯	94.0	88.0	94.0	92.0	100	79.6	91.3	6.9
2, 4-二硝基甲苯	93.6	87.6	93.2	92.0	100.4	81.6	91.4	6.3
3, 4-二硝基甲苯	93.6	88.4	93.6	91.6	100.4	81.2	91.5	6.4
2, 4-二硝基氯苯	94.4	86.8	93.6	92.4	101.2	80.8	91.5	7.0
2, 4, 6-三硝基甲苯	98.8	92.0	94.4	92.8	101.2	81.6	93.5	6.8

1-溴-2-硝基苯 (SS)	95.2	88.4	94.0	90.4	100.8	82.0	91.8	6.4
五氯硝苯 (SS)	94.0	87.6	94.0	89.2	100.4	83.6	91.5	5.9

表 A2.3.1-2 2.5 $\mu\text{g/L}$ 地表水样品加标测试数据汇总表 (单位: $\mu\text{g/L}$)

实验室号	1	2	3	4	5	6	$\bar{P}\%$	$S_{\bar{P}}$
硝基苯	93.6	88.8	93.6	90.8	100.4	82.8	91.7	5.9
对-硝基甲苯	94.0	90.0	94.4	91.2	100.8	84.0	92.4	5.6
间-硝基甲苯	95.2	91.6	93.2	92.4	100	83.6	92.7	5.4
邻-硝基甲苯	93.6	92.0	95.6	90.8	100	85.2	92.9	5.0
对-硝基氯苯	94.4	89.6	94.4	91.6	100.4	85.2	92.6	5.1
间-硝基氯苯	95.2	92.0	93.6	89.2	100.8	83.6	92.4	5.8
邻-硝基氯苯	94.8	90.8	93.6	89.2	100.4	84.0	92.1	5.6
对-二硝基苯	97.2	88.0	94.8	91.2	100.4	80.0	91.9	7.3
间-二硝基苯	97.2	85.6	93.6	91.6	100.8	78.8	91.3	8.0
邻-二硝基苯	93.2	86.8	92.8	91.2	100	79.6	90.6	6.9
2, 6-二硝基甲苯	94.0	88.8	94.0	92.0	100.8	80.4	91.7	6.8
2, 4-二硝基甲苯	94.8	88.8	94.0	92.8	100.4	81.6	92.1	6.3
3, 4-二硝基甲苯	93.2	86.8	94.0	91.2	100.4	80.8	91.1	6.7
2, 4-二硝基氯苯	94.4	88.4	93.2	92.4	100.8	80.8	91.7	6.7
2, 4, 6-三硝基甲苯	98.4	91.2	95.2	92.4	100.8	81.6	93.3	6.8
1-溴-2-硝基苯 (SS)	94.8	89.2	94.0	90.0	100.4	82.4	91.8	6.1
五氯硝苯 (SS)	94.0	87.2	93.6	89.6	100.8	82.8	91.3	6.2

表 A2.3.1-3 2.5 $\mu\text{g/L}$ 污水样品加标测试数据汇总表 (单位: $\mu\text{g/L}$)

实验室号	1	2	3	4	5	6	$\bar{P}\%$	$S_{\bar{P}}$
硝基苯	94.0	86.8	94.0	91.2	100	82.4	91.4	6.2
对-硝基甲苯	94.4	90.0	93.6	91.6	100.4	83.2	92.2	5.7
间-硝基甲苯	95.6	91.6	94.0	92.8	100	83.6	92.9	5.4
邻-硝基甲苯	96.0	90.8	94.0	93.2	100.8	84.0	93.1	5.6
对-硝基氯苯	97.2	90.8	94.4	94.4	101.2	85.6	93.9	5.4
间-硝基氯苯	94.0	89.2	94.4	88.4	100.4	84.4	91.8	5.6
邻-硝基氯苯	92.8	91.6	94.0	87.2	100.8	84.8	91.9	5.6
对-二硝基苯	96.4	87.2	94.4	90.4	100.4	80.4	91.5	7.1

间-二硝基苯	97.2	85.2	94.0	91.6	101.2	78.8	91.3	8.2
邻-二硝基苯	93.2	86.4	93.6	91.2	100.4	79.6	90.7	7.1
2, 6-二硝基甲苯	95.2	87.6	93.2	93.2	100.8	81.6	91.9	6.6
2, 4-二硝基甲苯	94.0	87.2	93.6	92.0	100.4	82.0	91.5	6.3
3, 4-二硝基甲苯	94.0	89.2	94.4	92.0	101.2	81.6	92.1	6.5
2, 4-二硝基氯苯	93.6	88.0	93.6	91.6	100.8	81.6	91.5	6.4
2, 4, 6-三硝基甲苯	98.0	92.0	93.6	92.0	100.4	83.6	93.3	5.8
1-溴-2-硝基苯 (SS)	95.2	88.8	93.6	90.4	100.4	81.6	91.7	6.4
五氯硝苯 (SS)	94.0	87.2	92.8	89.2	100.8	82.4	91.1	6.3

A.2.3.2 固相萃取法准确度测试数据汇总 见附表表 A2-3-2-1~3

表 A2-3-2-1 2.5 $\mu\text{g/L}$ 地下水样品加标测试数据汇总表

(单位: $\mu\text{g/L}$)

实验室号	1	2	3	4	5	6	$\bar{P}\%$	$S_{\bar{P}}$
硝基苯	96.0	91.2	95.2	90.0	98.8	84.0	92.5	5.3
对-硝基甲苯	97.2	92.8	93.6	96.0	99.6	86.0	94.2	4.7
间-硝基甲苯	97.2	92.0	94.8	88.4	99.6	84.0	92.7	5.8
邻-硝基甲苯	97.6	92.8	95.6	95.2	99.6	85.2	94.3	5.0
对-硝基氯苯	96.4	96.4	95.6	90.8	100	84.8	94.0	5.4
间-硝基氯苯	96.4	90.8	94.0	81.6	100	84.4	91.2	7.1
邻-硝基氯苯	96.0	91.2	92.0	93.2	100	84	92.7	5.3
对-二硝基苯	94.0	90.0	94.0	91.2	100.4	78.4	91.3	7.3
间-二硝基苯	94.8	90.4	94.4	92.0	100	77.6	91.5	7.6
邻-二硝基苯	94.4	89.6	93.6	90.8	100.4	75.6	90.7	8.3
2, 6-二硝基甲苯	94.4	87.2	93.2	90.8	100	81.2	91.1	6.4
2, 4-二硝基甲苯	94.4	86.8	94.4	90.4	100.4	82.4	91.5	6.4
3, 4-二硝基甲苯	94.8	89.2	93.6	91.2	100	82.8	91.9	5.8
2, 4-二硝基氯苯	94.4	87.6	94.0	92.4	100	82.0	91.7	6.2
2, 4, 6-三硝基甲苯	94.8	91.2	93.6	92.0	100	83.2	92.5	5.5
1-溴-2-硝基苯 (SS)	95.6	87.6	94.8	92.8	100.8	81.6	92.2	6.7
五氯硝苯 (SS)	93.6	86.8	94.4	90.8	100.4	82.0	91.3	6.4

表 A2-3-2-2 2.5 $\mu\text{g/L}$ 地表水样品加标测试数据汇总表

(单位: $\mu\text{g/L}$)

实验室号	1	2	3	4	5	6	$\bar{P}\%$	$S_{\bar{P}}$
------	---	---	---	---	---	---	-------------	---------------

硝基苯	96.4	90.4	93.6	89.2	98.0	82.4	91.7	5.7
对-硝基甲苯	96.0	90.8	94.0	96.4	99.2	84.0	93.4	5.4
间-硝基甲苯	94.8	90.8	94.4	87.6	100	83.6	91.9	5.8
邻-硝基甲苯	97.6	92.8	96.4	94.0	100.4	84.8	94.3	5.4
对-硝基氯苯	96.4	94.8	95.6	89.2	99.6	83.2	93.1	5.9
间-硝基氯苯	96.4	91.6	93.6	80.0	100.4	82.8	90.8	7.9
邻-硝基氯苯	96.0	90.4	93.2	91.6	100.4	82.8	92.4	5.9
对-二硝基苯	94.0	88.4	94.0	90.4	100.4	76.4	90.6	8.1
间-二硝基苯	94.8	88.0	94.0	90.4	99.6	75.6	90.4	8.3
邻-二硝基苯	94.4	86.8	94.0	89.6	100	73.6	89.7	9.1
2, 6-二硝基甲苯	94.4	86.0	94.0	89.2	100.8	80.0	90.7	7.3
2, 4-二硝基甲苯	94.4	86.4	94.0	89.6	100.4	81.2	91.0	6.8
3, 4-二硝基甲苯	94.8	86.8	94.4	90.0	100.4	81.6	91.3	6.6
2, 4-二硝基氯苯	94.4	87.6	94.8	90.8	100.8	81.6	91.7	6.6
2, 4, 6-三硝基甲苯	94.8	92.0	92.8	91.2	99.6	81.6	92.0	5.9
1-溴-2-硝基苯 (SS)	95.6	88.0	94.4	92.4	100.4	80.4	91.9	6.9
五氯硝苯 (SS)	93.6	86.0	93.2	91.2	100.8	82.4	91.2	6.4

表 A2-3-2-3 2.5 $\mu\text{g/L}$ 海水样品加标测试数据汇总表

(单位: $\mu\text{g/L}$)

实验室号	1	2	3	4	5	6	$\bar{P}\%$	S_p
硝基苯	94.0	89.2	94.4	88.0	100	82.0	91.3	6.2
对-硝基甲苯	95.2	92.4	93.6	94.8	100	83.2	93.2	5.5
间-硝基甲苯	95.2	92.4	96.0	86.8	99.6	83.2	92.2	6.1
邻-硝基甲苯	95.2	95.2	96.0	92.0	100.4	83.2	93.7	5.8
对-硝基氯苯	94.4	94.4	95.6	88.8	100.4	83.6	92.9	5.9
间-硝基氯苯	93.6	90.8	93.6	79.2	100.4	82.8	90.1	7.8
邻-硝基氯苯	93.6	92.4	93.6	90.8	100.4	83.2	92.3	5.6
对-二硝基苯	92.8	88.8	93.2	90.0	100	76.4	90.2	7.8
间-二硝基苯	92.8	87.2	93.6	90.0	100.8	74.8	89.9	8.7
邻-二硝基苯	93.2	86.0	93.6	89.2	100.8	73.2	89.3	9.3
2, 6-二硝基甲苯	92.4	86.8	94.0	88.8	100.4	80.4	90.5	6.8
2, 4-二硝基甲苯	92.4	86.8	93.6	88.8	100	80.0	90.3	6.8
3, 4-二硝基甲苯	93.2	86.0	94.4	89.6	100.4	80.8	90.7	6.9
2, 4-二硝基氯苯	93.6	87.2	95.6	90.0	100.4	81.6	91.4	6.6

2, 4, 6-三硝基甲苯	93.6	92.4	94.8	90.8	100	82.0	92.3	5.9
1-溴-2-硝基苯 (SS)	93.6	88.8	93.6	90.8	100.4	80.8	91.3	6.5
五氯硝苯 (SS)	93.6	86.0	93.2	90.8	100.8	81.2	90.9	6.8

A.3 方法验证结论

A.3.1 验证过程中异常值的解释、更正或剔除的情况及理由。

异常值的检验和处理按照 GB/T6379 标准进行。在统计分析时未发现异常值。

A.3.2 方法特性的描述

本验证方法采用测定水质硝基苯类的固相萃取和液液萃取气相色谱质谱法。现将 6 家实验室 15 种硝基苯类化合物和两种替代物的方法验证结果归属如下：

(1) 方法检出限

液液萃取法方法检出限为 0.023 $\mu\text{g/L}$ ~0.031 $\mu\text{g/L}$ ；固相萃取法方法检出限为 0.024 $\mu\text{g/L}$ ~0.034 $\mu\text{g/L}$ 。

(2) 方法精密度

6 家实验室对含有不同硝基苯类化合物浓度的标准样品进行了测定。其中低加标浓度为 0.100 $\mu\text{g/L}$ ，中等加标浓度为 2.50 $\mu\text{g/L}$ ，高加标浓度为 5.00 $\mu\text{g/L}$ 。

液液萃取法

实验室内相对标准偏差分别为： $S_{0.100}$:4.5%~9.2%， $S_{2.50}$:2.0%~3.4%， $S_{5.00}$:1.1%~2.4%。

实验室间相对标准偏差分别为： $S_{0.100}$:8.2%~13.2%， $S_{2.50}$:2.7%~6.6%， $S_{5.00}$:2.7%~6.6%。

重复性限为： $r_{0.100}$:0.011 $\mu\text{g/L}$ ~0.018 $\mu\text{g/L}$ ， $r_{2.50}$:0.18 $\mu\text{g/L}$ ~0.25 $\mu\text{g/L}$ ， $r_{5.00}$:0.27 $\mu\text{g/L}$ ~0.46 $\mu\text{g/L}$ 。

再现性限为： $R_{0.100}$:0.025 $\mu\text{g/L}$ ~0.032 $\mu\text{g/L}$ ， $R_{2.50}$:0.26 $\mu\text{g/L}$ ~0.46 $\mu\text{g/L}$ ，

$R_{5.00}$:0.45 $\mu\text{g/L}$ ~0.88 $\mu\text{g/L}$ 。

固相萃取法

实验室内相对标准偏差分别为： $S_{0.100}$:3.6%~8.8%， $S_{2.50}$:2.0%~3.4%， $S_{5.00}$:1.3%~2.1%；

实验室间相对标准偏差分别为： $S_{0.100}$:8.2%~12.1%， $S_{2.50}$:4.0%~8.1%， $S_{5.00}$:5.3%~7.6%。

重复性限为： $r_{0.100}$:0.010 $\mu\text{g/L}$ ~0.016 $\mu\text{g/L}$ ， $r_{2.50}$:0.19 $\mu\text{g/L}$ ~0.29 $\mu\text{g/L}$ ，

$r_{5.00}$:0.32 $\mu\text{g/L}$ ~0.59 $\mu\text{g/L}$ 。

再现性限为： $R_{0.100}$:0.023 $\mu\text{g/L}$ ~0.030 $\mu\text{g/L}$ ， $R_{2.50}$:0.35 $\mu\text{g/L}$ ~0.55 $\mu\text{g/L}$ ，

$R_{5.00}$:0.76 $\mu\text{g/L}$ ~1.02 $\mu\text{g/L}$ 。

(3) 准确度

液液萃取法

6 家实验室对实际样品（包括工业废水、地表水和污水）和实际样品加标（包括替代物）

进行分析测试，加标水样浓度为 2.50 $\mu\text{g/L}$ 。

加标回收率分别为：工业废水 78.4%~101%、地表水 78.8%~101%、污水 78.8%~101%。

加标回收率最终值分别为：工业废水(90.2 \pm 14.0)%~(93.5 \pm 13.6)%、地表水(90.6 \pm 13.8)%~(93.3 \pm 13.6)%、污水(90.7 \pm 14.2)%~(93.9 \pm 10.8)%。

固相萃取法

6 家实验室对实际样品（包括地下水、地表水和海水）和实际样品加标（包括替代物）进行分析测试，加标水样浓度为 2.5 $\mu\text{g/L}$ 。

加标回收率分别为：地下水 75.6%~101%、地表水 73.6%~101%、海水 73.2%~101%。

加标回收率最终值分别为：地下水(90.7 \pm 16.6)%~(94.3 \pm 10.0)%、地表水(89.7 \pm 18.2)%~(94.3 \pm 10.8)%、海水(89.3 \pm 18.6)%~(93.7 \pm 11.6)%。

A.3.3 该方法具有较好的重复性和再现性，方法各项预期特征指标达到预期要求。