

附件 5

**《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》  
(征求意见稿)**

**编 制 说 明**

《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》标准编制组

二〇一四年十月

项目名称：水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法

项目统一编号： 904

项目承担单位：江苏省环境监测中心

编制组主要成员：穆肃 刘雯 李娟 丁曦宁 王荟 张蓓蓓 章勇

标准所技术管理负责人： 戴天有、王海燕

标准处项目管理负责人：张利飞、雷晶、吴文晖

# 目 录

1	项目背景.....	4
1.1	任务来源.....	4
1.2	工作过程.....	4
2	标准制修订的必要性.....	5
2.1	硝基酚类的环境危害.....	5
2.2	相关环保标准和环保工作的需要.....	5
2.3	污染物分析方法的最新研究进展.....	8
3	国内外相关分析方法研究.....	8
3.1	主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究.....	8
3.2	国内相关分析方法研究.....	10
4	标准制修订的基本原则和技术路线.....	12
4.1	标准制修订的基本原则.....	12
4.2	标准制修订的技术路线.....	12
5	方法研究报告.....	13
5.1	方法研究的目的.....	13
5.2	方法原理.....	14
5.3	试剂和材料.....	14
5.4	仪器和设备.....	14
5.5	样品.....	14
5.6	分析步骤.....	15
5.7	结果计算.....	21
6	方法验证.....	22
6.1	方法验证方案.....	22
6.2	方法验证过程.....	22
6.3	方法验证数据的取舍.....	23
6.4	方法验证结论.....	23
7	与开题报告的差异说明.....	23
8	参考文献.....	24
	附件一 方法验证报告.....	26

# 《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》编制说明

## 1 项目背景

### 1.1 任务来源

2008年,根据《关于下达2008年度国家环境保护标准制修订项目计划的通知》(环办函[2008]44号),环境保护部向江苏省环境监测中心下达了制订《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》国家环保标准制修订计划,该标准承担单位为:江苏省环境监测中心,项目统一编号为:904。

### 1.2 工作过程

#### 1.2.1 成立标准编制组

2008年5月江苏省环境监测中心承接了“水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法”标准制修订任务后,首先成立了标准编制组,小组成员中包括从事多年采用气相色谱-质谱法测定硝基酚类的分析工作的同志以及目前从事该项目分析工作的同志。

#### 1.2.2 查询国内外相关标准和文献资料

本标准编制组成员查阅收集了国内外有关水质 硝基酚的测定的前处理方法、标准分析方法及文献资料。对ISO 17495-2001、EPA8270C、EPA525.2、EPA8041、EPA604、EPA528方法中涉及硝基酚类的测定部分进行深入的文献调研。国内目前还没有水质硝基酚类测定的标准分析方法,急需建立一套完善的监测方法体系。在文献资料调研的基础上确定了本标准制定拟采用的原则、方法和技术依据,并进行了方法前处理条件、仪器分析条件、等实验研究。结合文献调研结果及条件实验结果2008年8月编制完成了“水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法”标准制(修)订项目开题论证报告和标准草案。

#### 1.2.3 开题论证会

2009年4月在北京由环境保护部科技标准司组织召开了开题论证会。论证委员会听取了标准主编单位所作的标准开题论证报告和标准初稿内容介绍,提出以下修改意见和建议:按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ/T168)和《国家环境污染物监测方法标准制修订工作暂行要求》(环科函(2009)10号)的要求开展实验、验证和标准草案的编制工作;将标准名称改为水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法;进一步明确目标化合物;增加液-液萃取、固相萃取膜盘法和净化方法;必要时使用衍生化方法。

### 1.2.4 开展实验研究，组织方法验证

2009年5月至11月，编制组根据开题论证会专家意见，对方法的各环节：样品前处理、样品净化、分析方法进行了条件实验，重新编写了方法的标准文本。

2009年12月至2010年12月，组织了6家有资质的实验室开始进行方法验证工作，并对验证数据进行了汇总及数理分析工作，完成了《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》方法验证报告。并编写《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》的标准征求意见稿和编制说明。

## 2 标准制修订的必要性

### 2.1 硝基酚类的环境危害

#### (1) 硝基酚类基本理化性质

硝基酚类均为黄色晶体。微溶于冷水，可溶于乙醇和乙醚。有较强的毒性，其稀的水溶液在酸性时无色，碱性时为黄色，可用作单色指示剂，并用于制备染料、药物和作为有机合成的中间体。

#### (2) 硝基酚类环境危害

硝基酚类直接作用于能量代谢过程，可使细胞氧化过程增强，磷酸化过程抑制。急性中毒表现为皮肤潮红、口渴、大汗、烦躁不安、全身无力、胸闷、心率和呼吸加快、体温升高(可达40℃以上)、抽搐、肌肉强直，以致昏迷。最后可因血压下降、肺及脑水肿而死亡。成人口服致死量约1g。硝基酚类是危害环境的有机污染物，可在水生生物和人体中残留和浓缩，具有高毒性和致癌性，4-硝基酚被我国列入环境优先监测污染物监测名单中。本标准中研究的硝基酚类化合物名称见表1。

表1 硝基酚类化合物名单

化合物名称	CAS号	化合物名称	CAS号
2-硝基酚	88-75-5	2,4-二硝基酚	51-28-5
3-硝基酚	554-84-7	2,5-二硝基酚	329-71-5
4-硝基酚	100-02-7	2,6-二硝基酚	573-56-8
4-甲基-2-硝基酚	119-33-5	3-甲基-2-硝基酚	4920-77-8
3-甲基-4-硝基酚	2581-34-2	6-甲基-2,4-二硝基酚	534-52-1
5-甲基-2-硝基酚	700-38-9	2,6-二甲基-4-硝基酚	2423-71-4

### 2.2 相关环保标准和环保工作的需要

#### (1) 环境质量标准与污染物排放标准的污染物项目监测要求

目前国家标准体系《兵器工业水污染物排放标准 火工药剂》(GB 14470.2-2002)规定

有硝基酚类总量指标限值，该标准适用于全国火工药剂生产企业水污染物的排放管理，控制指标为硝基酚总量，分析方法为分光光度法。在环境标准中尚无硝基酚类质量标准及控制标准。多数以挥发酚（以苯酚计）指标来控制酚类的污染。硝基酚类总量、挥发酚总量，不能区别不同类型的硝基酚。而硝基酚类化合物种类繁多，对水体环境的危害程度又各异，测定总量不能全面反映水质受污染状况。因此仍需对毒性较强的硝基酚类化合物单独制订具体的分析方法标准。目前涉及酚类的国家标准见表 2。

表2 相关国家及行业控制标准

标准名称	标准目标化合物	控制限值		
农田灌溉水质标准 (GB5084-92)	挥发酚	≤1.0mg/L		
兵器工业水污染物排放标准 火工药剂 (GB 14470.2-2002)	硝基酚类	二硝基重氮酚产品	6.0 mg/L	
		三硝基间苯二酚铅产品	4.0mg/L	
		D·S 共沉淀起爆药产品	4.0mg/L	
		K·D 复盐起爆药产品	4.0mg/L	
		三硝基间苯二酚产品	4.0mg/L	
污水综合排放标准 (GB8978-1996)	挥发酚	一级	0.5 mg/L (一级)	
		二级	0.5 mg/L (二级)	
		三级	2.0mg/L (三级)	
	五氯酚及五氯酚钠	一级	5.0mg/L (一级)	
		二级	8.0 mg/L (二级)	
		三级	10mg/L (三级)	
	苯酚	一级	0.3mg/L (一级)	
		二级	0.4mg/L (二级)	
		三级	1.0mg/L (三级)	
	间-甲酚	一级	0.1mg/L (一级)	
		二级	0.2mg/L (二级)	
		三级	0.5mg/L (三级)	
	2,4-二氯苯酚	一级	0.6mg/L (一级)	
		二级	0.8mg/L (二级)	
		三级	1.0mg/L (三级)	
	2,4,6-三氯苯酚	一级	0.6mg/L (一级)	
		二级	0.8mg/L (二级)	
		三级	1.0mg/L (三级)	
	地下水质量标准 (GB/T14848-93)	挥发酚(以苯酚计)	I类	≤0.001mg/L (I类)
			II类	≤0.001mg/L (II类)
			III类	≤0.002mg/L (III类)
IV类			≤0.01mg/L (IV类)	
V类			>0.01mg/L (V类)	
海水水质标准 (GB3097-1997)	挥发性酚	第一类-第二类	≤0.005mg/L (第一类、第二类)	

标准名称	标准目标化合物	控制限值	
		第三类	≤0.010mg/L (第三类)
		第四类	≤0.050mg/L (第四类)
污水排入城市下水道水质标准 (CJ3082-1999)	挥发酚	1.0mg/L	
再生水回用于景观水体的水质标准 (CJ/T 95-2000)	挥发酚	人体非直接接触	0.1 mg/L (人体非直接接触)
		人体直接接触	0.1 mg/L (人体直接接触)
污水海洋处理工程污染控制标准 (GB18486-2001)	挥发酚	≤1.0 mg/L	
合成氨工业水污染物排放标准 (GB13458-2001)	挥发酚	0.2 mg/L(2000年13月31日前建设)	
		0.1 mg/L(2001年1月1日后建设)	
生活饮用水水质卫生 (卫法监[2001]161号)	挥发酚(以苯酚计)	0.002mg/L	
	五氯酚	0.009 mg/L	
地表水环境质量标准 (GB3838-2002)	挥发酚	I类	≤0.002mg/L ( )
		II类	≤0.002mg/L ( )
		III类	≤0.005mg/L ( )
		IV类	≤0.01mg/L ( )
		V类	≤0.1mg/L ( )
	2,4-二氯苯酚	0.093 mg/L	
	2,4,6-三氯苯酚	0.2 mg/L	
	五氯酚	0.009 mg/L	
城镇污水处理厂污染物排放标准 (GB18918-2002)	挥发酚	0.5mg/L	
	五氯酚	0.5 mg/L	
	2,4-二氯苯酚	0.6 mg/L	
	2,4,6-三氯苯酚	0.6 mg/L	
	苯酚	0.3 mg/L	
	间-甲酚	0.1 mg/L	
城市供水水质标准 (GJ/T206-2005)	挥发酚(以苯酚计)	0.002mg/L	
	氯酚(总量)	0.010 mg/L(包括2-氯酚、2,4-二氯酚、2,4,6-三氯酚)	
	2,4,6-三氯酚	0.010 mg/L	
	五氯酚	0.009 mg/L	
医疗机构水污染物排放标准 (GB18466-2005)	挥发酚	0.5mg/L	
化学工业主要水污染排放标准 (DB32/939-2006)	挥发酚	化学肥料合成氨工业	0.1 mg/L (化学肥料合成氨工业)
		其他排污单位	0.5mg/L (其他排污单位)

## (2) 环境保护重点工作涉及的污染物项目监测要求

2005年-2007年国家“饮用水源地污染状况调查”专项对全国全省特定区域饮用水源地中的4-硝基酚污染状况进行监测和调查。2006年-2008年江苏省“饮用水环境污染状况专项”

调查中，要求对全省特定区域饮用水源地中的 4-硝基酚污染状况进行监测和调查。

## 2.3 污染物分析方法的最新研究进展

### (1) 现行污染物分析方法标准的局限性

目前我国还没有关于水质硝基酚的测定方面的标准分析方法。《水和废水监测分析方法》(第四版)中半挥发性有机物的测定气相色谱质谱法的目标化合物中有部分硝基酚类化合物。该方法并非针对硝基酚类测定的方法，方法检出限较高，只涵盖部分硝基酚类化合物。

### (2) 污染物分析仪器、设备、方法等的最新进展

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，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，气相色谱质谱法在有机污染物分析方面具有分辨率高、定性准确等优点。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。因此使用固相萃取技术测定水中硝基酚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

国外对水中硝基酚类化合物的测定方法，主要是美国EPA方法以及相关文献涉及较多。国际标准化组织(ISO)方法中ISO 17495-2001方法是针对水中硝基酚的测定方法。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酚类化合物测定方法涉及较少。

#### (1) 美国 EPA 方法

美国EPA方法对硝基酚类化合物的测定主要采用液液萃取、固相萃取提取后，用气相色谱



谱或气相色谱质谱法直接测定。

美国EPA8270C方法：EPA8270C方法为气相色谱/质谱法测定半挥发性有机物。该方法用液液萃取（EPA3510）或者连续液-液萃取（EPA3520）提取后，气相色谱/质谱法进行测定。其目标化合物中包括4种硝基酚类化合物，该方法中各硝基酚类目标化合物最低检出浓度为1.0~3.0 $\mu\text{g/L}$ 。该方法主要适用于地表水、废水、固废。EPA8270C涉及的硝基酚类化合物（见表3）。

表3 EPA8270C方法中涉及的硝基酚类化合物

化合物	CAS号
4,6-二硝基-2-甲基苯酚	534-52-1
2,4-硝基苯酚	51-28-5
2-硝基苯酚	88-75-5
4-硝基苯酚	100-02-7

美国EPA525.2方法：EPA525.2方法为固相萃取毛细管气相色谱/质谱法测定水中半挥发性有机物。该方法使用C<sub>18</sub>固相萃取柱对水样进行提取后，直接用气相色谱/质谱法进行测定。其目标化合物有54种，其中有3种硝基酚类化合物，该方法中各硝基酚类目标化合物最低检出浓度为0.1~0.5 $\mu\text{g/L}$ 。该方法主要适用于地表水。

EPA8041A 方法：该方法采用液-液萃取（EPA3510）或者连续液-液萃取（EPA3520）提取水中的酚类化合物，气相色谱法(FID)进行测定。EPA8041A涉及的硝基酚类化合物只有2种（见表4）。该方法中各硝基酚类目标化合物最低检出浓度为0.15~16.0 $\mu\text{g/L}$ 。

表4 EPA8041A方法中涉及的硝基酚类化合物

化合物	CAS号
2,4-硝基苯酚	51-28-5
4-硝基苯酚	100-02-7

EPA604方法：该方法采用液-液萃取（EPA3510）提取水中的酚类化合物，允许直接气相色谱法(GC/FID)进行测定，或者用重氮甲烷或五氟苄基溴衍生化后用气相色谱法(GC/ECD)或(GC/FID)进行测定。EPA604方法硝基酚类化合物主要有3种（见表5）。

表5 EPA604方法中涉及的硝基酚类化合物

化合物	CAS号
4,6-二硝基-2-甲基苯酚	534-52-1
2-硝基苯酚	88-75-5
4-硝基苯酚	100-02-7

EPA528 方法：EPA528 为固相萃取-毛细管柱气相色谱/质谱法测定酚类化合物。采用聚（苯乙烯-二乙烯苯）固相萃取柱提取水中的酚类化合物、气相色谱/质谱法测定。该方法硝基酚类化合物主要有4种（见表6）。

表6 EPA528方法中涉及的硝基酚类化合物

化合物	CAS号
2-硝基苯酚	88-75-5
2,4-二硝基苯酚	51-28-5

4-硝基苯酚	100-02-7
4,6-二硝基-2-甲基苯酚	534-52-1

EPA3535方法：EPA3535方法是固相萃取法，描述了采用固相萃取介质将目标有机待测物从水质样品中提取出来的步骤。它提供了从水体基质（包括：地表水、废水和毒性特征淋出测试淋出液，即TCLP淋出液）中提取各种有机化合物的条件。方法阐述了9类化合物的盘萃取技术应用及2类化合物的柱萃取技术应用（见表7）。

表7 EPA3535方法列出的固相萃取化合物种类

化合物种类	萃取介质类型
酞酸酯	盘萃取 (C <sub>18</sub> )
有机氯农药	盘萃取 (C <sub>18</sub> )
多氯联苯 (PCBs)	盘萃取 (C <sub>18</sub> )
有机磷农药	盘萃取 (SDB-RPS)
硝基芳烃类和硝胺类	盘萃取和柱萃取(SDB-RPS)
爆炸物*	盘萃取和柱萃取(SDB-RPS)
包含有机氯农药的 TCLP 淋出液	盘萃取 (SDB-XC)
包含有半挥发性有机物的 TCLP 淋出液	盘萃取 (SDB-XC)
包含有除草剂的 TCLP 淋出液	盘萃取 (SDB-XC)

## (2) ISO 方法（国际标准化组织）

国际标准化组织ISO 17495-2001方法：ISO 17495-2001方法为水中固相萃取重氮甲烷衍生化气相色谱质谱法测定硝基酚类化合物，该方法目标组分为硝基酚、二硝基酚、硝基甲酚、二硝基甲酚、二甲基硝基酚等14种硝基酚类化合物。前处理采用固相萃取后重氮甲烷衍生化处理，气相色谱质谱分析。该方法各目标化合物最低检出浓度为0.5~1.3μg/L。

表8 ISO 17495-2001方法中硝基酚类化合物

化合物名称	CAS号	化合物名称	CAS号
2-硝基酚	88-75-5	2,4-二硝基酚	51-28-5
3-硝基酚	554-84-7	2,5-二硝基酚	329-71-5
4-硝基酚	100-02-7	2,6-二硝基酚	573-56-8
4-甲基-2-硝基酚	119-33-5	3-甲基-2-硝基酚	4920-77-8
3-甲基-4-硝基酚	2581-34-2	6-甲基-2,4-二硝基酚	534-52-1
5-甲基-2-硝基酚	700-38-9	2,6-二甲基-4-硝基酚	2423-71-4
6-硝基-2,4-二氯酚	609-89-2	4-硝基-2,6-二氯酚	618-80-4

## 3.2 国内相关分析方法研究

目前国内尚无硝基酚类的标准监测方法。相关文献有对部分硝基酚类报道。主要使用分光光度法、电化学法、液相色谱法、气相色谱质谱法等分析方法。

《水质 酚类化合物的测定 液液萃取/气相色谱法》(HJ676-2013)标准中，目标化合物涉及4种硝基酚：2-硝基酚、4-硝基酚、2,4-二硝基酚和2-甲基-4,6-二硝基酚。该方法采

用液液萃取-气相色谱氢火焰检测器法测定地表水、地下水、工业废水及生活污水中苯酚、甲酚类、氯酚类、硝基酚类等13种一元酚类。测定4种硝基酚的检出限分别为：1.1 $\mu\text{g/L}$ 、1.2 $\mu\text{g/L}$ 、3.4 $\mu\text{g/L}$ 、3.1 $\mu\text{g/L}$ 。

国家标准制修订项目《水质 酚类化合物的测定 气相色谱-质谱法》(编号897)中,目标化合物涉及2种硝基酚: 4-硝基酚、2, 4-二硝基酚。该方法采用液液萃取或固相萃取法提取水样中的酚类化合物, 五氟卞基溴衍生化后用气相色谱-质谱法(GC-MS)进行检测。适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中苯酚、2-氯苯酚、4-氯苯酚、五氯酚、2,4-二氯苯酚、2,6-二氯苯酚、2,4,6-三氯苯酚、2,4,5-三氯苯酚、2,3,4,6-四氯苯酚、4-硝基酚、2-甲基酚、3-甲酚、4-甲酚、2,4-二甲基酚14种酚类化合物的测定。测定2种硝基酚的检出限均为: 0.2 $\mu\text{g/L}$ 。《水和废水监测分析方法》(第四版)中半挥发性有机物的测定气相色谱质谱法的目标化合物中有5种硝基酚类化合物: 2-硝基酚、4-硝基酚、2,4-二硝基酚、2,6-二硝基酚、2-甲基-4,6-二硝基酚。该方法使用酸性条件下, 液液萃取, 气相色谱质谱直接测定, 全扫描方式定量, 检出限为3.0~50  $\mu\text{g/L}$ 。

郝俊英等用电化学法同时测定水样中的间硝基酚和对硝基酚。在试验条件下, 间硝基酚和对硝基酚浓度在一定范围内和峰电流呈良好的线性关系。检测限分别为 $8.0 \times 10^{-8} \text{ mol/L}$  和  $6.0 \times 10^{-8} \text{ mol/L}$ 。

高健、姚廷伸等用高效液相色谱分析废水中痕量硝基酚类。目标化合物为间硝基酚、对硝基酚、邻硝基酚和2,4-二硝基酚。研究了废水中痕量硝基酚类的高效液相色谱分离、UV检测器测定方法: 在碱性条件下, 硝基酚类的最大吸收波长移向360~420nm范围内, 以 $\lambda=395\text{nm}$ 作的检测波长进行测定, 样品分析采取直接水溶液进样。检测下限为0.1 $\mu\text{g/L}$ 。

任雪冬、吕蓉等采用固相萃取气相色谱-质谱/选择离子法测定水中11种酚类化合物。目标化合物包含4种硝基酚类: 对硝基酚、邻硝基酚、2,4-二硝基酚和2-甲基-4,6-二硝基酚。选用ODS C18 SPE固相萃取小柱进行富集, 浓缩后, 用气相色谱-质谱/选择离子法测定。4种硝基酚类的检出限为0.14~1.12  $\mu\text{g/L}$ , 加标回收率在70%~116%之间。相对标准偏差(RSD)为1.7%~6.0%。

### 3.3 国内外标准与本方法标准的关系

目前国内尚无硝基酚类的标准监测方法, 国内控制标准以挥发酚指标为主, 暂无硝基酚类控制标准。本标准预计兼顾液液萃取和固相萃取(包括柱、盘)两类提取方法、参照 EPA3510 (液液萃取)、EPA3535 (固相萃取法) 提取条件, 采用 ISO 17495-2001、EPA8270 的气相

色谱-质谱法，从严参照 EPA8041a、EPA604、EPA8270、EPA528 中的质控措施，建立一套适应我国大部分环境监测及相关实验室仪器设备、技术能力的水中硝基酚类化合物的液-液萃取和固相萃取/气相色谱-质谱法监测方法标准。

## 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

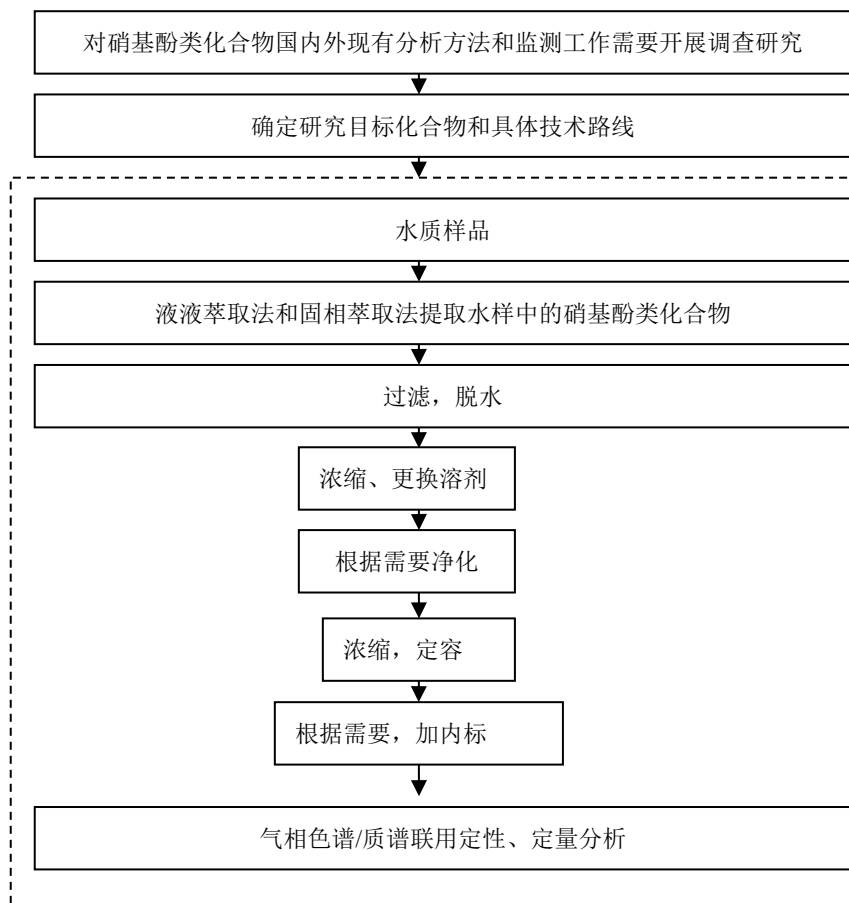
(1) 本标准方法的测定范围包括地表水、地下水及工业废水。方法的检出限和测定范围满足相关环保标准和环保工作的要求

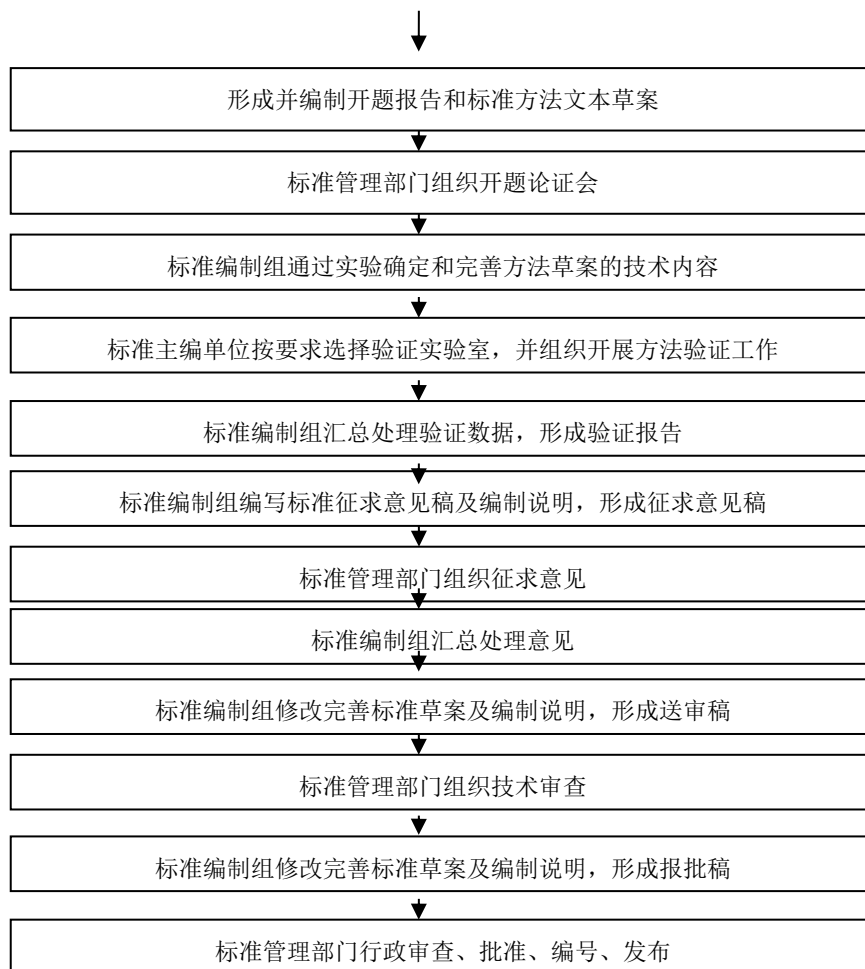
(2) 采用液液萃取、固相萃取气相色谱质谱法测定水中硝基酚类方法，经验证，可以满足水质中硝基酚类化合物测定特性指标的要求

(3) 本标准方法编制时，参考国外最新的方法技术，考虑国内现有的监测机构的能力和实际情况，建立了采用液液萃取、固相萃取气相色谱质谱法测定水中硝基酚类方法，方法简单易行，便于推广。

### 4.2 标准制修订的技术路线

#### (1) 技术路线图





## (2) 技术难点

水质中硝基酚类的目标化合物的选择、液液萃取、固相萃取条件选择优化、气相色谱/质谱分析的灵敏度和抗干扰性及质量保证措施都是技术难点。通过研究、借鉴国内外先进技术、方法，并进行大量条件实验，解决这些技术难点。

## 5 方法研究报告

### 5.1 方法研究的目的

通过条件试验总结出用液液萃取和固相萃取柱、盘吸附富集地表水、地下水、和工业废水中硝基酚类化合物，用气相色谱-质谱进行定性、定量分析。方法包括样品采集、样品提取、净化、仪器分析、数据处理和质量管理等方面的内容，并就质量控制和质量保证方面的内容进行详细的阐述，对分析工程中每个环节可能存在的污染和干扰进行严格控制。

本方法借鉴ISO 17495-2001方法、EPA8270C方法、EPA525.2方法确定方法适用范围为：地表水、地下水、和工业废水中12种硝基酚类化合物的测定，使用不同样品前处理方法时检出限略有不同：当样品量为1L时，液液萃取检出限为0.5 $\mu\text{g/L}$ ~1.2 $\mu\text{g/L}$ 、检出下限2.0 $\mu\text{g/L}$ ~

4.8 $\mu\text{g/L}$ ；柱固相萃取检出限0.2 $\mu\text{g/L}$ ~0.5 $\mu\text{g/L}$ 、检出下限0.8 $\mu\text{g/L}$ ~1.9 $\mu\text{g/L}$ ；盘固相萃取检出限0.5 $\mu\text{g/L}$ ~0.9 $\mu\text{g/L}$ 、检出下限2.1 $\mu\text{g/L}$ ~3.6 $\mu\text{g/L}$ 。

## 5.2 方法原理

液液萃取方法原理：在酸性条件下，用二氯甲烷萃取水中 2-硝基酚、3-硝基酚、4-硝基酚、2,4-二硝基酚、2,5-二硝基酚、2,6-二硝基酚、4-甲基-2-硝基酚、3-甲基-4-硝基酚、5-甲基-2-硝基酚、3-甲基-2-硝基酚、6-甲基-2,4-二硝基酚、2,6-二甲基-4-硝基酚等硝基酚类化合物，萃取液经浓缩后进行气相色谱-质谱分析。

固相萃取方法原理：使用固相萃取柱或萃取盘吸附富集水中 2-硝基酚、3-硝基酚、4-硝基酚、2,4-二硝基酚、2,5-二硝基酚、2,6-二硝基酚、4-甲基-2-硝基酚、3-甲基-4-硝基酚、5-甲基-2-硝基酚、3-甲基-2-硝基酚、6-甲基-2,4-二硝基酚、2,6-二甲基-4-硝基酚等硝基酚类化合物，用丙酮、二氯甲烷洗脱，浓缩定容后，用气相色谱-质谱（GC/MS）进行检测。根据保留时间和分子离子峰丰度比定性，内标法定量。

## 5.3 试剂和材料

（1）本方法规定了实验用水的制备方法及其质控措施。

（2）本方法规定分析时均使用符合国家标准的分析纯化学试剂，在使用前均进行试剂空白实验，满足方法要求才可使用。

（3）标准物质、内标贮备液等均为购置市售有证标准物质。硝基酚类混合标准样品，可使用纯物质配制成标准溶液使用，12种硝基酚类纯物质纯度不小于99%。也可直接购买有证标准溶液使用。

（4）本方法借鉴 EPA3535 方法，使用市售商品化固相萃取柱、盘，规定了固相萃取材质的选择及使用条件：HLB 柱、盘（填料为亲脂性二乙烯苯和亲水性 N-乙烯基吡咯烷酮两种单体按一定比例聚合而成的大孔共聚物，反相萃取，通用于非极性到极性化合物）、Strata-X 柱（反相萃取，通用于非极性到极性化合物）。

## 5.4 仪器和设备

仪器设备参照 ISO 17495-2001 方法、EPA8270C 方法、EPA3535 方法、EPA3510 方法的相关规定。本方法标准对气相色谱-质谱仪的要求，只要求带分流/不分流进样口和质谱检测器，无其它特殊要求，如配备液体自动进样器则更佳。

## 5.5 样品

### (1) 采集与保存

水样采集参照 EPA8270C 方法和 ISO 17495-2001 方法的相关规定，制定样品采集方法及质控措施。

美国 EPA8270C 方法规定：样品采集后，在 4℃ 冷藏可保存 7 天，7 日内完成前处理。ISO 17495-2001 方法规定：样品采集后，在 4℃ 冷藏可保存 3 天。EPA8270C 方法的目标化合物是半挥发性有机物，而 ISO 17495-2001 方法的目标化合物主要为硝基酚类。参照上述方法的规定，本方法样品的保存条件为：4℃ 冷藏保存 3 天。

### (2) 试样的制备

本方法规定了三种试样的制备方法：液液萃取制备方法参照 EPA3510 方法，柱固相萃取制备法、圆盘固相萃取制备方法参照 EPA3535 方法和 ISO 17495-2001 方法。

## 5.6 分析步骤

本方法使用液液萃取、固相萃取-气相色谱质谱法测定水中硝基酚类化合物。方法包括样品采集、样品提取、净化、仪器分析、数据处理和质量管理等方面的内容。

### (1) 固相萃取吸附剂的选择

根据硝基酚类化合物的特点，选择 ODS C<sub>18</sub>、Isolute ENV+、Oasis HLB、Strata-X 柱考察其对硝基酚类化合物的吸附能力。在空白水中加入 12 种硝基酚标准溶液，加入适量甲醇助溶，配制成模拟水样，调成酸性，取此水样 100 mL，以 3 mL/min 的流速过柱，在洗脱流速为 1 mL/min，洗脱剂体积为 5 mL 的条件下，平行测定 5 次，考察其对各种酚的吸附能力。结果发现，ODS C<sub>18</sub> 作为一种广谱性吸附剂，对硝基酚类的选择吸附能力并不强。Isolute ENV+、Oasis HLB、Strata-X 对 12 种硝基酚均有较好的吸附能力，其中 Strata-X 对 12 种硝基酚的回收率均超过 95%。由此确定本方法选用 Isolute ENV+、Oasis HLB、Strata-X 为固相萃取吸附剂的柱、盘。分析结果见表 9。

表9 不同固相萃取吸附剂对模拟水样的回收情况

化合物	ODS C <sub>18</sub>	Isolute ENV+	Oasis HLB	Strata-X
2-硝基酚	58.3	84.3	93.7	97.5
3-硝基酚	50.1	103	90.2	101
4-硝基酚	60.4	91.6	87.6	98.6
2,4-二硝基酚	30.1×	107	96.6	106
2,5-二硝基酚	28.3×	106	96.0	111
2,6-二硝基酚	22.2	109	97.6	112
4-甲基-2-硝基酚	22.0	114	97.5	107
3-甲基-4-硝基酚	25.9	82.9	77.4	111
5-甲基-2-硝基酚	23.1	107	94.1	103
3-甲基-2-硝基酚	27.2	91.8	81.1	104
6-甲基-2,4-二硝基酚	72.1	81.6	84.3	104
2,6-二甲基-4-硝基酚	62.5	84.3	93.7	97.5

## (2) 水样 pH 值对液液萃取回收率、固相萃取吸附能力的影响

硝基酚的酸性随硝基取代数目的增加而提高，在接近中性的水中主要是离解态。要使酚类主要以非离子形式存在，液液萃取时须将水样酸化。本方法参照EPA3510、EPA8270C方法，确定液液萃取时，在pH小于2的条件下进行。

由于硝基酚的酸性不同，在固相萃取柱、盘上的吸附行为也存在一定的差异，通过研究各种硝基酚在pH 1~5的条件下在固相萃取柱、盘（Strata-X）的吸附行为可知，在pH=2的条件下，各种硝基酚的回收率最高，本方法在样品pH小于2的条件下进行固相萃取。不同pH值条件下固相萃取吸附剂对模拟水样的回收情况见表10。

表10 不同pH值条件下固相萃取吸附剂（Strata-X）对模拟水样的回收情况

化合物	pH=1	pH=2	pH=3	pH=4	pH=5
2-硝基酚	84.5	91.1	63.2	42.7	32.1
3-硝基酚	78.3	86.2	74.3	48.8	40.1
4-硝基酚	75.2	83.9	40.1	42.6	36.0
2,4-二硝基酚	75.2	81.2	42.2	45.6	30.8
2,5-二硝基酚	79.3	86.2	56.3	58.9	42.1
2,6-二硝基酚	72.5	80.5	59.9	55.2	39.2
4-甲基-2-硝基酚	80.3	90.3	69.4	52.1	54.2
3-甲基-4-硝基酚	84.2	92.1	72.3	61.1	48.3
5-甲基-2-硝基酚	80.6	91.4	77.7	56.3	41.0
3-甲基-2-硝基酚	75.2	88.8	75.4	53.2	35.5
6-甲基-2,4-二硝基酚	73.9	81.4	70.5	44.9	28.3
2,6-二甲基-4-硝基酚	58.8	83.5	69.8	43.7	56.0

## (3) 固相萃取吸附流速的选择

考察固相萃取柱在不同流速下的吸附能力，结果表明吸附流速越大回收率越低，但速率低于3.0mL/min时对回收率的提高影响不大，降低吸附流速，则会增加处理时间。由此，选择吸附流速为3~5mL/min。对圆盘固相萃取流速的选择：EPA3535中使用最大流速，但在试验中发现，当颗粒物较多时使用最大流速，固相萃取盘的萃取膜会有微小气泡，导致硝基酚类回收率偏低，选择使用20~30mL/min速率，可得到较好结果。固相萃取（Strata-X）不同上样速度提取回收率见表11。

表 11 固相萃取（Strata-X）不同上样速度提取回收率

序号	组分名称	提取回收率 (%)					
		柱上样速度			盘上样速度		
		3 ml/min	5 ml/min	10 ml/min	20 ml/min	30 ml/min	50 ml/min
1	2-硝基酚	100	118	93.1	113	107	92.2
2	3-硝基酚	101	117	84.4	106	100	93.5
3	4-硝基酚	99.1	104	82.8	101	96.4	95.9
4	2,4-二硝基酚	90.8	109	81.5	96.0	97.4	88.5
5	2,5-二硝基酚	101	113	88.6	110	106	87.1
6	2,6-二硝基酚	98.6	120	82.1	109	105	81.1
7	4-甲基-2-硝基酚	84.4	107	76.6	95.0	98.0	84.7
8	3-甲基-4-硝基酚	84.2	88.6	69.8	93.1	92.3	84.7



9	5-甲基-2-硝基酚	95.0	109	81.6	101	98.5	89.3
10	3-甲基-2-硝基酚	90.3	102	88.2	95.3	94.7	85.9
11	6-甲基-2,4-二硝基酚	85.5	86.1	73.9	106	98.0	86.2
12	2,6-二甲基-4-硝基酚	87.3	104	86.8	100	87.4	75.2

#### (4) 固相萃取洗脱剂、洗脱流速与洗脱液体积的选择

由于各种硝基酚的极性不同, 有机溶剂对被吸附在固相萃取固定相上的各种硝基酚的洗脱能力亦不同, ISO 17495-2001方法中使用乙酸乙酯作为洗脱剂, EPA3535中使用二氯甲烷作为洗脱剂。实验考察了乙醚、石油醚、乙酸乙酯、正己烷、二氯甲烷、丙酮和甲醇对各种酚的洗脱能力。通过实验发现, 多数硝基酚类化合物在乙酸乙酯和二氯甲烷中的响应值(峰面积)比在其它5种溶剂中的响应值(峰面积)大, 由于用乙酸乙酯作洗脱剂, 其峰形前伸, 因此选用二氯甲烷作为洗脱剂。

对于洗脱流速、洗脱液体积, 本方法参照ISO 17495-2001方法和EPA3535方法, 确定固相萃取柱、盘均采用靠重力自然淋洗。洗脱液体积分别为6mL和20mL。

#### (5) 色谱条件的选择

根据EPA8270C方法, 及国内半挥发性有机物常用的色谱柱。本方法推荐使用DB-5MS柱, 柱长为30m、内径为0.25mm、膜厚0.25 $\mu$ m。其他毛细管色谱柱条件可参照EPA8270C、EPA525.2方法。

#### (6) 内标选择

ISO 17495-2001方法使用外标法。EPA8270C中推荐使用1,4-二氯苯-d<sub>4</sub>、萘-d<sub>8</sub>、蒽-d<sub>10</sub>、菲-d<sub>10</sub>、屈-d<sub>12</sub>、茚-d<sub>12</sub>为内标, 根据EPA8270C方法中内标对应的待测物, 以及硝基酚类化合物保留时间、质谱响应情况, 本方法确定内标为萘-d<sub>8</sub>。

#### (7) 硝基酚类分析过程中气相色谱质谱灵敏度、稳定性考察

由于硝基酚类化合物极性较大, 在气相色谱/质谱上的响应不是很灵敏, 且分析灵敏度对仪器分析体系受污染状况较为敏感。气相色谱/质谱仪受一定程度污染, 会导致硝基酚类化合物分析灵敏度的下降。

选取国内主流的2种型号气相色谱/质谱仪(Agilent 5973、Thermo DSQ II), 连续分析工业废水提取液, 每分析3次样品后分析1个空白和1个校准曲线中间点浓度的标准样品(分析时间约4小时), 连续分析48小时, 计算4-硝基酚、2,4-二硝基酚的响应因子(RF)和相对响应值的相对偏差。实验结果发现4-硝基酚、2,4-二硝基酚的响应因子(RF)在48小时过程中均未低于0.05, 48小时后比初始校准分别下降11.9%、15.3%(Agilent 5973), 13.4%、18.7%

(Thermo DSQ II)。相对响应值的相对偏差均小于20%，最大偏差为17.4%。测定结果均在依据EPA8270C方法中相关规定范围内。本方法参照EPA8270C方法规定了仪器性能检查、连续校准等考察仪器灵敏度、稳定性的质控措施。

#### (8) 校准曲线的绘制

本实验曲线的配制方式主要参考美国EPA8270C方法。美国EPA8270C方法中校准曲线浓度为5.0、10.0、20.0、40.0、60.0、80.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。可根据分析仪器的性能不同而改变校准曲线范围，但最高点浓度值不能使检测器饱和或系统有残留，即随后分析空白样不得检出目标化合物。本标准规定曲线浓度点为3.0、5.0、10.0、20.0、50.0、80.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。校准曲线相对响应因子见表12。

表12 校准曲线相对响应因子

化合物	RF3.0	RF5.0	RF10	RF20	RF50	RF80	RF 均值	RSD%
2-硝基酚	0.605	0.576	0.703	0.646	0.640	0.655	0.638	6.8%
3-硝基酚	0.733	0.695	0.828	0.755	0.754	0.761	0.754	5.8%
4-硝基酚	0.711	0.670	0.800	0.725	0.719	0.718	0.724	5.8%
2,4-二硝基酚	0.124	0.125	0.162	0.152	0.155	0.162	0.147	12.0%
2,5-二硝基酚	0.122	0.113	0.133	0.144	0.135	0.141	0.131	9.0%
2,6-二硝基酚	0.143	0.154	0.207	0.195	0.199	0.202	0.183	15.0%
4-甲基-2-硝基酚	1.049	1.048	1.382	1.238	1.345	1.365	1.238	12.5%
3-甲基-4-硝基酚	1.248	1.209	1.439	1.324	1.314	1.321	1.309	6.0%
5-甲基-2-硝基酚	1.019	1.002	1.195	1.097	1.079	1.082	1.079	6.3%
3-甲基-2-硝基酚	1.076	1.028	1.230	1.124	1.122	1.121	1.117	6.0%
6-甲基-2,4-二硝基酚	0.122	0.103	0.137	0.137	0.154	0.163	0.136	15.9%
2,6-二甲基-4-硝基酚	0.166	0.187	0.239	0.246	0.211	0.213	0.210	14.4%

#### (9) 实验室内精密度和准确度

将不同体积的标准溶液加入至1L空白水中，配制成高、中、低三个浓度硝基酚类标准样品，按全程序样品测定过程，分别平行测定6次，进行空白加标精密度的实验。其中加标浓度为5.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 样品，液液萃取精密度的为0.8%~6.3%，柱固相萃取精密度的为1.3%~5.6%，圆盘固相萃取精密度的为1.2%~7.1%；加标浓度为15.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 样品，液液萃取精密度的为0.7%~2.2%，柱固相萃取精密度的为1.0%~3.8%，圆盘固相萃取精密度的为0.7%~1.9%；加标浓度为50.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 样品，液液萃取精密度的为0.6%~1.3%，柱固相萃取精密度的为0.5%~1.4%，圆盘固相萃取精密度的为0.5%~1.3%。选取地表水（长江水）、地下水、城市污水处理厂废水（样品中酚类化合物浓度均低于检出限），进行了15.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 加标回收率的测定分别为：液液萃取为69.8%~75.9%、69.8%~81.4%、68.7%~81.2%；柱固相萃取为75.2%~81.1%、

71.1%~76.9%、70.1%~85.6%；圆盘固相萃取为71.4%~79.7%、76.1%~81.4%、76.8%~84.4%。

表13 液液萃取空白加标精密度和回收率

化合物名称	5.0µg/L			15.0µg/L			50.0µg/L		
	平均值 (µg/L)	S	RDS (%)	平均值 (µg/L)	S	RDS (%)	平均值 (µg/L)	S	RDS (%)
2-硝基酚	4.4	0.17	3.8	14.4	0.17	1.1	49.0	0.4	0.9
3-硝基酚	4.7	0.16	3.5	14.5	0.19	1.3	49.3	0.3	0.7
4-硝基酚	4.6	0.29	6.3	14.3	0.12	0.8	49.5	0.3	0.6
2,4-二硝基酚	4.6	0.24	5.2	14.6	0.22	1.5	48.9	0.4	0.8
2,5-二硝基酚	4.5	0.27	6.2	14.9	0.32	2.2	49.1	0.5	1.1
2,6-二硝基酚	4.6	0.14	3.0	15.1	0.20	1.3	49.1	0.4	0.9
4-甲基-2-硝基酚	4.9	0.30	6.0	14.6	0.36	2.4	49.4	0.5	1.1
3-甲基-4-硝基酚	4.7	0.28	5.9	14.4	0.10	0.7	49.0	0.5	1.1
5-甲基-2-硝基酚	4.6	0.12	2.6	14.5	0.25	1.7	48.8	0.9	1.8
3-甲基-2-硝基酚	4.6	0.04	0.8	14.3	0.20	1.4	48.6	0.6	1.2
6-甲基-2,4-二硝基酚	4.5	0.09	2.1	14.5	0.25	1.7	49.0	0.6	1.2
2,6-二甲基-4-硝基酚	4.5	0.09	2.0	14.6	0.21	1.5	48.7	0.7	1.3

表14 柱固相萃取空白加标精密度和回收率

化合物名称	5.0µg/L			15.0µg/L			50.0µg/L		
	平均值 (µg/L)	S	RDS (%)	平均值 (µg/L)	S	RDS (%)	平均值 (µg/L)	S	RDS (%)
2-硝基酚	4.5	0.08	1.8	14.4	0.18	1.3	49.4	0.3	0.6
3-硝基酚	4.6	0.16	3.4	14.7	0.22	1.5	48.7	0.3	0.5
4-硝基酚	4.3	0.19	4.5	14.5	0.26	1.8	49.5	0.2	0.5
2,4-二硝基酚	4.5	0.19	4.1	14.5	0.26	1.8	49.2	0.7	1.4
2,5-二硝基酚	4.6	0.11	2.3	14.6	0.55	3.8	48.9	0.6	1.2
2,6-二硝基酚	4.6	0.17	3.8	14.6	0.32	2.2	48.5	0.7	1.4
4-甲基-2-硝基酚	4.5	0.14	3.0	15.2	0.15	1.0	49.4	0.2	0.4
3-甲基-4-硝基酚	4.5	0.12	2.6	14.5	0.26	1.8	49.5	0.3	0.5
5-甲基-2-硝基酚	4.4	0.06	1.3	14.6	0.23	1.6	48.7	0.2	0.5
3-甲基-2-硝基酚	4.5	0.22	5.0	14.3	0.15	1.0	48.4	0.2	0.5
6-甲基-2,4-二硝基酚	4.4	0.24	5.6	14.5	0.25	1.7	49.4	0.4	0.7
2,6-二甲基-4-硝基酚	4.6	0.15	3.2	14.4	0.27	1.9	48.5	0.2	0.5

表15 圆盘固相萃取空白加标精密度和回收率

化合物名称	5.0µg/L			15.0µg/L			50.0µg/L		
	平均值 (µg/L)	S	RDS (%)	平均值 (µg/L)	S	RDS (%)	平均值 (µg/L)	S	RDS (%)
2-硝基酚	4.7	0.13	2.7	14.4	0.15	1.0	49.2	0.5	0.9
3-硝基酚	4.7	0.26	5.5	14.6	0.23	1.6	48.9	0.6	1.3
4-硝基酚	4.6	0.26	5.7	14.5	0.13	0.9	48.7	0.3	0.7
2,4-二硝基酚	4.7	0.33	7.1	14.5	0.10	0.7	49.1	0.5	1.1
2,5-二硝基酚	4.5	0.14	3.0	14.4	0.26	1.8	49.1	0.4	0.9
2,6-二硝基酚	4.5	0.06	1.3	14.6	0.28	1.9	48.7	0.5	1.0
4-甲基-2-硝基酚	4.7	0.18	3.8	14.3	0.23	1.6	48.6	0.5	1.0
3-甲基-4-硝基酚	4.6	0.21	4.5	14.6	0.18	1.2	49.9	0.3	0.7
5-甲基-2-硝基酚	4.5	0.19	4.3	14.4	0.24	1.6	48.7	0.3	0.5
3-甲基-2-硝基酚	4.6	0.26	5.7	15.0	0.18	1.2	48.8	0.6	1.2
6-甲基-2,4-二硝基酚	4.5	0.05	1.2	14.7	0.27	1.9	48.7	0.3	0.7
2,6-二甲基-4-硝基酚	4.3	0.13	3.0	14.4	0.16	1.1	49.8	0.3	0.6

(10) 实验室内准确度

本课题组选取了地表水（长江水）、地下水、城市污水处理厂废水进行了15.0 μg/L加标回收率的测定，测定结果见表16、表17、表18。

表16 液液萃取实际样品加标回收率

化合物名称	地表水			地下水			城市污水处理厂废水		
	加标量 (μg/L)	测定 浓度 (%)	回收率 (%)	加标量 (μg/L)	测定 浓度 (%)	回收率 (%)	加标量 (μg/L)	测定 浓度 (%)	回收率 (%)
2-硝基酚	15.0	11.9	79.0	15.0	12.1	80.6	15.0	22.2	77.9
3-硝基酚	15.0	10.8	71.9	15.0	11.5	76.8	15.0	11.4	76.1
4-硝基酚	15.0	10.5	70.1	15.0	11.8	78.9	15.0	23.3	79.4
2,4-二硝基酚	15.0	11.5	76.3	15.0	11.7	77.7	15.0	17.4	80.2
2,5-二硝基酚	15.0	10.7	71.6	15.0	11.8	78.3	15.0	11.9	79.6
2,6-二硝基酚	15.0	10.7	71.1	15.0	12.2	81.4	15.0	12.2	81.2
4-甲基-2-硝基酚	15.0	11.2	74.3	15.0	11.6	77.4	15.0	21.5	74.2
3-甲基-4-硝基酚	15.0	10.7	71.4	15.0	11.6	77.4	15.0	10.8	71.9
5-甲基-2-硝基酚	15.0	10.5	69.8	15.0	10.5	69.8	15.0	10.5	70.1
3-甲基-2-硝基酚	15.0	11.1	73.8	15.0	11.7	77.7	15.0	14.5	68.7
6-甲基-2,4-二硝基酚	15.0	11.4	75.9	15.0	12.1	80.7	15.0	11.6	77.1
2,6-二甲基-4-硝基酚	15.0	11.0	73.1	15.0	11.8	78.7	15.0	22.5	74.0

表17 柱固相萃取实际样品加标回收率

化合物名称	地表水			地下水			城市污水处理厂废水		
	加标量 (μg/L)	测定 浓度 (%)	回收率 (%)	加标量 (μg/L)	测定 浓度 (%)	回收率 (%)	加标量 (μg/L)	测定 浓度 (%)	回收率 (%)
2-硝基酚	15.0	11.5	76.6	15.0	10.7	71.4	15.0	22.5	80.0
3-硝基酚	15.0	11.4	76.1	15.0	10.6	70.6	15.0	10.5	70.1
4-硝基酚	15.0	12.2	81.1	15.0	10.8	71.7	15.0	22.1	70.9
2,4-二硝基酚	15.0	11.8	78.3	15.0	11.4	75.9	15.0	16.5	73.8
2,5-二硝基酚	15.0	11.3	75.2	15.0	11.5	76.9	15.0	11.5	76.6
2,6-二硝基酚	15.0	11.8	78.6	15.0	10.8	71.1	15.0	11.5	76.8
4-甲基-2-硝基酚	15.0	11.7	77.7	15.0	11.4	76.1	15.0	22.7	81.4
3-甲基-4-硝基酚	15.0	12.1	80.4	15.0	11.5	76.9	15.0	12.4	82.3
5-甲基-2-硝基酚	15.0	11.7	78.2	15.0	11.2	74.9	15.0	12.4	82.9
3-甲基-2-硝基酚	15.0	11.5	76.9	15.0	10.8	72.1	15.0	16.2	78.5
6-甲基-2,4-二硝基酚	15.0	11.6	77.3	15.0	11.1	74.2	15.0	12.3	81.7
2,6-二甲基-4-硝基酚	15.0	11.9	79.1	15.0	11.5	76.4	15.0	24.5	85.6

表18 圆盘固相萃取实际样品加标回收率

化合物名称	地表水			地下水			城市污水处理厂废水		
	加标量 (μg/L)	测定 浓度 (%)	回收率 (%)	加标量 (μg/L)	测定 浓度 (%)	回收率 (%)	加标量 (μg/L)	测定 浓度 (%)	回收率 (%)
2-硝基酚	15.0	11.8	78.4	15.0	12.2	81.4	15.0	23.3	84.4
3-硝基酚	15.0	11.4	76.1	15.0	11.5	76.8	15.0	12.2	81.6
4-硝基酚	15.0	11.6	77.0	15.0	11.5	76.8	15.0	23.2	77.6
2,4-二硝基酚	15.0	11.8	78.8	15.0	11.6	77.2	15.0	17.4	77.4
2,5-二硝基酚	15.0	12.0	79.7	15.0	11.8	78.4	15.0	12.3	81.8
2,6-二硝基酚	15.0	11.6	77.1	15.0	12.2	81.4	15.0	11.8	78.3
4-甲基-2-硝基酚	15.0	11.5	76.8	15.0	12.1	80.9	15.0	22.9	82.0
3-甲基-4-硝基酚	15.0	10.9	72.6	15.0	11.7	77.9	15.0	12.1	80.9
5-甲基-2-硝基酚	15.0	11.4	76.1	15.0	11.6	77.4	15.0	12.4	82.8
3-甲基-2-硝基酚	15.0	11.7	77.9	15.0	11.9	79.2	15.0	16.4	78.3
6-甲基-2,4-二硝基酚	15.0	10.7	71.4	15.0	11.4	76.1	15.0	11.5	76.8
2,6-二甲基-4-硝基酚	15.0	11.3	75.1	15.0	11.5	76.7	15.0	24.1	83.1

### (11) 检出限和测定下限

本实验按照HJ168规定，进行了方法检出限和测定下限的测定，具体检出限和测定下限见表19。

表19 检出限和测定下限

化合物名称	液液萃取		柱固相萃取		圆盘固相萃取	
	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )
2-硝基酚	1.2	4.8	0.5	1.9	0.5	2.1
3-硝基酚	1.1	4.5	0.3	1.1	0.7	2.7
4-硝基酚	1.3	5.0	0.2	0.8	0.7	3.0
2,4-二硝基酚	0.7	2.7	0.2	0.8	0.8	3.3
2,5-二硝基酚	1.0	3.9	0.2	0.8	0.8	3.3
2,6-二硝基酚	0.8	3.2	0.2	0.7	0.9	3.6
4-甲基-2-硝基酚	0.8	3.1	0.2	0.8	0.5	1.9
3-甲基-4-硝基酚	0.7	2.7	0.2	0.8	0.5	2.1
5-甲基-2-硝基酚	0.7	2.7	0.2	0.8	0.5	2.1
3-甲基-2-硝基酚	0.7	2.8	0.2	0.8	0.6	2.4
6-甲基-2,4-二硝基酚	0.5	2.0	0.2	0.8	0.9	3.6
2,6-二甲基-4-硝基酚	0.8	3.2	0.2	0.9	0.5	2.1

### 5.7 结果计算

本标准按照HJ168的规定，规定了结果的计算公式和结果表示内容。化合物的定性定量引用EPA8270C方法的部分内容。

目标化合物的定性主要是通过目标组分的保留时间和产生主要离子的质荷比 ( $M/Z$ ) 定性。判定样品中是否有目标化合物存在，不仅要符合保留时间和分子离子峰（或定量目标离子峰）与标准品匹配，同时还必须满足样品中该目标化合物的其它另外 2-3 个主要碎片离子峰的绝对丰度与分子离子峰（或定量目标离子峰）绝对丰度的百分比与标准品吻合度在质量控制规定的范围内（不超过 $\pm 15\%$ ）。

#### 目标化合物的定量分析

定量采用内标法定量，在能够保证准确定性检出目标化合物时，用选择离子 (SIM) 采集定量。目标化合物定量离子及辅助定量离子见表 20。

表20 目标化合物名称及定量离子

化合物名称	英文名	CAS 号	定量离子	辅助定量离子
2-硝基酚	2-Nitrophenol	88-75-5	139	109,65
3-硝基酚	3-Nitrophenol	554-84-7	139	93,65
4-硝基酚	4-Nitrophenol	100-02-1	139	109,65
2,4-二硝基酚	2,4-Dinitrophenol	51-28-5	184	154,63,107
2,5-二硝基酚	2,5-Dinitrophenol	329-71-5	184	63,53
2,6-二硝基酚	2,6-Dinitrophenol	573-56-8	184	126,63
4-甲基-2-硝基酚	4-Methyl-2-nitrophenol	119-33-5	153	154,77
3-甲基-4-硝基酚	3-Methyl-4-nitrophenol	2581-34-2	136	153,77
5-甲基-2-硝基酚	5-Methyl-2-nitrophenol	700-38-9	153	123,77
3-甲基-2-硝基酚	3-Methyl-2-nitrophenol	4920-77-8	136	153,77
6-甲基-2,4-二硝基酚	6-Methyl-2,4-Dinitrophenol	534-52-1	198	105,121,51
2,6-二甲基-4-硝基酚	2,6-Dimethyl-4-nitrophenol	2423-71-4	167	91,77,137

## 6方法验证

### 6.1 方法验证方案

(1) 参与方法验证的实验室、验证人员的基本情况：有六家单位参加了方法验证工作，具体名单如下表 19。

表19 方法验证的实验室、验证人员的基本情况

姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	参加分析工作年限	所在单位
吴鹏	男	30	工程师	环境工程	7	南通市环境监测中心站
缪建军	男	31	工程师	分析化学	4	南通市环境监测中心站
张宗祥	男	34	工程师	应用化学	12	泰州市环境监测中心站
陈军	男	44	副站长	水资源与环境	21	泰州市环境监测中心站
李江	男	28	工程师	环境工程	7	泰州市环境监测中心站
陆梅	女	35	高工	环境监测	13	淮安环境监测中心站
丁清波	男	34	工程师	环境工程	14	淮安环境监测中心站
章建宁	男	50	高工	环境地理	23	常州市环境监测中心站
戴玄吏	男	35	室主任	环境化学	7	常州市环境监测中心站
董铮	男	32	室主任	环境化学	9	镇江市环境监测中心站

按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010)的要求，组织六家有资质的实验室进行验证。根据影响方法的精密度和准确度的主要因素和数理统计学的要求，编制方法验证报告，验证数据主要包括检出限、相对响应因子、精密度以及加标回收率等。

#### (2) 方法验证方案如下

方法检出限：分别测定浓度为 3.0 $\mu\text{g/L}$  的实验室空白加标样品，剔除离群值后将各自的 7 次测定结果计算其标准偏差 S，此时检出限  $\text{MDL}=\text{S}\times 3.143$ 。

方法精密度：五家实验室分别对三种不同含量的统一样品 5.0  $\mu\text{g/L}$ 、15.0  $\mu\text{g/L}$ 、50.0  $\mu\text{g/L}$  进行了测定，对上述三种测定结果剔除离群值后将平行测定 6 次的结果计算平均值，标准偏差，相对标准偏差等。

方法准确度：选取地表水（长江南京段）、地下水（江苏新沂市新沂中学西门北）、城市污水（南京市江心洲污水处理厂）3 个不同类型水质样品，每一个样品平行测定 6 次取其平均值；再分别对加标含量为 15.0 $\mu\text{g/L}$  的加标样品进行了测定，平行测定剔除离群值后将 6 此测定结果，分别计算平均值、标准值、相对标准偏差、加标回收率等。

### 6.2 方法验证过程

(1) 确定方法验证单位。各验证单位按照方法验证方案准备实验用品，确定验证时间。

在方法验证前，参加验证的操作人员应熟悉和掌握方法原理、操作步骤及流程。方法验证过程中所用的试剂和材料、仪器和设备分析步骤应符合方法相关要求。

(2) 《方法验证报告》见附一。

### 6.3 方法验证数据的取舍

(1) 检出限：本标准验证方案浓度为 3.0 $\mu\text{g/L}$  的实验室空白加标样品计算方法检出限。按照 HJ 168-2010 的要求，对于针对多组分的分析方法，一般要求至少有 50% 的被分析物样品浓度在 3~5 倍计算出的方法检出限的范围内，同时，至少 90% 的被分析样品浓度在 1~10 倍计算出的方法检出限的范围内，其余不多于 10% 的被分析物样品不应超过 20 倍计算出的方法检出限。本方法在检出限的过程当中，均满足上述条件，将 6 家实验室测定的结果的最大值，确定为该化合物的检出限。

(2) 本课题组在进行数据统计时，所有数据全部采用，未进行取舍。

(3) 方法精密度和准确度统计结果能满足方法特性指标要求。

### 6.4 方法验证结论

6 家实验室验证结果表明，目标化合物的方法检出限、测定下限为液液萃取为：0.5 $\mu\text{g/L}$  ~ 2.0 $\mu\text{g/L}$ 、1.3 $\mu\text{g/L}$  ~ 5.0 $\mu\text{g/L}$ ；柱固相萃取为：0.2 $\mu\text{g/L}$  ~ 0.7 $\mu\text{g/L}$ 、0.5 $\mu\text{g/L}$  ~ 1.9 $\mu\text{g/L}$ ；圆盘固相萃取为：0.5 $\mu\text{g/L}$  ~ 0.9 $\mu\text{g/L}$ 、1.9 $\mu\text{g/L}$  ~ 3.6 $\mu\text{g/L}$ 。方法具有较好的重复性和再现性，液液萃取方法的重复性限为 0.71 $\mu\text{g/L}$  ~ 2.83 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限为 0.77 $\mu\text{g/L}$  ~ 3.08 $\mu\text{g/L}$ ；柱固相萃取方法的重复性限为 0.70 $\mu\text{g/L}$  ~ 2.67 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限为 0.78 $\mu\text{g/L}$  ~ 3.08 $\mu\text{g/L}$ ；圆盘固相萃取方法的重复性限为 0.89 $\mu\text{g/L}$  ~ 2.96 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限为 0.89 $\mu\text{g/L}$  ~ 3.19 $\mu\text{g/L}$ ；对不同浓度样品进行准确度测定，液液萃取相对误差最终值-11.4%~0.5%、柱固相萃取相对误差最终值-14.7%~1.1%、圆盘固相萃取相对误差最终值-14.1%~0.3%；其三种不同类型的实际样品加标回收率最终值为液液萃取为 69.8%~81.4%、柱固相萃取为 70.1%~85.6%、圆盘固相萃取为 71.4%~84.4%

## 7 与开题报告的差异说明

本方法开题时名为《水质 硝基酚的测定 固相萃取-气相色谱/谱法》，2009 年 4 月在北京由环境保护部科技标准司组织召开了开题论证会。论证委员会听取了标准主编单位所作的标准开题论证报告和标准初稿内容介绍，提出以下修改意见和建议：将标准名称改为《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》；进一步明确目标化合物；增加液-液萃取、固相萃取膜盘法和净化方法；必要时使用衍生化方法。

根据开题论证会意见，课题组经大量实验后对方法文本进行了修改：根据国内外相关标准，确定了12种硝基酚类为目标化合物。样品前处理增加了液-液萃取、固相萃取膜盘法和样品的净化方法。经大量条件实验后，本方法的检出限、精密度、准确度等方法性能均达到或优于ISO 17495-2001方法（固相萃取重氮甲烷衍生化气相色谱质谱法测定硝基酚类化合物）的要求，同时进行对提取后酯化衍生化、五氟苄基溴衍生化等衍生化方法进行了试验。试验结果发现：实际样品用乙酸酐酯化衍生化后杂质峰增多，导致定性困难，影响检出限；五氟苄基溴衍生化对二硝基酚类的衍生化效率较低，对一硝基酚和硝基甲酚的衍生化效果较好。考虑到衍生化操作步骤较复杂，衍生化后灵敏度提升效果有限，同时在《水质 酚类化合物的测定 气相色谱-质谱法》（项目编号 897）标准中，建立了一硝基酚的衍生化方法，故在本方法中未加入衍生化方法。

## 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] 中华人民共和国环境保护法
- [5] 中华人民共和国水污染防治法
- [6] ISO17495-2001. Water quality Determination of nitrophenols by solid-phase extraction and gas chromatography with mass spectrometric detection.
- [7] EPA525.2 .Semivolatile organic compounds in Drinking water by Liquid/Solid extract gas chromatography/mass spectrometry(GC/MS)
- [8] EPA8270C.Semivolatile organic compounds by gas chromatography/mass spectrometry(GC/MS)
- [9] EPA8041A. Phenols by gas chromatography
- [10] EPA604. Phenols
- [11] EPA528.Determination of phenols in drinking water by solid phase extraction and capillary column gas chromatography/mass spectrometry (gc/ms)
- [12] EPA3535. Solid-phase extraction (spe)
- [13] EPA3510. Separatory funnel liquid-liquid extraction
- [14] 《水和废水监测分析方法（第四版）》 2002
- [15] 环境样品前处理技术，江桂斌等，化学工业出版社 67-69



[16]固相萃取, 张海霞, 朱彭龄, 《分析化学》, 第 28 卷, 2000 年 9 月

[17]郝俊英等《电化学法同时测定水样中的间硝基酚和对硝基酚》(环境化学, 2004 年 3 月)

[18]高健等《废水中痕量硝基酚类的高效液相色谱分析》(重庆环境科学, 1991 年 2 月)

[19]任雪冬等《水中 11 中酚类化合物的固相萃取/气相色谱-质谱/选择离子法测定》(分析测试学报., 2008 年 5 月)

附件一

# 方法验证报告

方法名称：水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法

项目主编单位：江苏省环境监测中心

验证单位：南通市环境监测中心站、泰州市环境监测中心站、淮安环境监测中心站、常州市环境监测中心站、镇江市环境监测中心站、江苏省环境监测中心

项目负责人及职称：穆肃（高工）

通讯地址：江苏省南京市凤凰西街 241 号

电 话：025-86575235

报告编写人及职称：

报告日期 2010 年 12 月 20 日

## 1 原始测试数据

本方法的 6 家验证实验室依次为：1-南通市环境监测中心站、2-泰州市环境监测中心站、

3-淮安市环境监测中心站、4-常州市环境监测中心站、5-镇江市环境监测中心站、6-江苏省环境监测中心。对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》进行方法验证的结果进行汇总及统计分析，其结果如下：

### 1.1 实验室基本情况

**表1-1 参加验证的人员情况登记表**

姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	参加分析工作年份	验证单位
章建宁	男	50	高级工程师	环境地理	23	常州市环境监测中心站
戴玄吏	男	35	工程师	环境化学	7	常州市环境监测中心站
孙佳	男	26	助工	分析化学	1	常州市环境监测中心站
陆梅	女	35	高级工程师	环境监测	13	淮安市环境监测中心站
丁清波	男	34	工程师	环境工程	14	淮安市环境监测中心站
王芳	女	31	助理工程师	土壤学	1	淮安市环境监测中心站
张莉	女	30	助理工程师	应用化学	4	淮安市环境监测中心站
张宗祥	男	34	工程师	应用化学	14	泰州市环境监测中心站
陈军	男	44	高级工程师	水资源与环境	21	泰州市环境监测中心站
李江	男	28	工程师	环境工程	7	泰州市环境监测中心站
吴鹏	男	30	工程师	环境工程	7	南通市环境监测中心站
缪建军	男	31	工程师	分析化学	4	南通市环境监测中心站

**表1-2 参加验证单位仪器情况登记表**

仪器名称	规格型号	仪器编号	性能状况	验证单位
Agilent 气质联用仪	7890A-5975C	US80138248	良好	泰州市环境监测中心站
Gilson 固相萃取仪	GX-274	21124	正常	泰州市环境监测中心站
Agilent 气质联用仪	6890-5973N	YQ-4-032	正常	常州市环境监测中心站

仪器名称	规格型号	仪器编号	性能状况	验证单位
Agilent 气质联用仪	7890A-5973C	CN10729032 US73236893	正常	南通市环境监测中心站
固相萃取仪	DIONEX AutoTrace 280	10081299	正常	南通市环境监测中心站
Agilent 气质联用仪	6890/5975	CN10702051(GC) US65135326(MS)	正常	淮安市环境监测中心站
SUPELCO 手动固相 萃取仪			正常	淮安市环境监测中心站

表1-3 参加验证单位试剂及溶剂情况登记表

名称	厂家、规格	纯化处理方法	备注	验证单位
正己烷	天地 4L	无		泰州市环境监测中心站
二氯甲烷	天地 4L	无		泰州市环境监测中心站
丙酮	默克 4L	无		南通市环境监测中心站
甲醇	默克 4L	无		淮安市环境监测中心站
浓盐酸	南京化学试剂有限公司 500mL	无		常州市环境监测中心站
无水硫酸钠	西陇化工股份有限公司 500g	无		泰州市环境监测中心站

## 1.2 目标化合物的检出限原始数据

下表为6家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物检出限数据进行汇总，其结果见附表 1-1~1-3。

附表 1-1 方法检出限、测定下限汇总表 (μg/L) (液液萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 (μg/L)							平均值 (μg/L)	标准偏差 (μg/L)	t 值	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次	第七次					
2-硝基酚	1	0.9	1.1	0.7	0.9	0.8	0.6	0.7	0.8	0.17	3.143	0.5	2.1
	2	0.6	0.7	0.7	0.8	1.0	0.5	0.9	0.7	0.17	3.143	0.5	2.2
	3	1.1	1.1	0.6	1.1	0.9	1.2	0.5	0.9	0.28	3.143	0.9	3.5
	4	1.3	1.4	1.0	0.9	0.8	1.0	1.3	1.1	0.23	3.143	0.7	2.9
	5	0.7	0.6	0.8	1.0	0.6	0.9	0.6	0.7	0.16	3.143	0.5	2.0

	6	0.6	1.3	1.4	1.2	0.6	0.7	0.5	0.9	0.38	3.143	1.2	4.8
3-硝基酚	1	0.9	1.1	0.9	0.7	0.8	0.6	0.7	0.8	0.17	3.143	0.5	2.1
	2	0.7	0.7	1.0	0.6	0.9	0.5	0.6	0.7	0.18	3.143	0.6	2.2
	3	0.9	1.2	1.3	0.7	0.7	0.9	1.2	1.0	0.25	3.143	0.8	3.1
	4	1.5	0.6	1.0	1.1	0.6	0.6	1.2	0.9	0.36	3.143	1.1	4.5
	5	0.7	0.6	0.9	0.7	0.7	0.9	1.2	0.8	0.20	3.143	0.6	2.6
	6	0.6	0.8	1.2	0.9	0.9	0.7	0.6	0.8	0.21	3.143	0.7	2.7
4-硝基酚	1	1.6	1.5	1.6	1.4	1.2	1.6	1.3	1.5	0.16	3.143	0.5	2.0
	2	1.1	0.7	0.7	1.4	1.0	1.3	1.3	1.1	0.28	3.143	0.9	3.5
	3	1.3	1.0	1.3	1.1	0.9	1.2	1.1	1.1	0.15	3.143	0.5	1.8
	4	1.3	1.4	1.0	0.9	0.8	1.4	1.3	1.2	0.25	3.143	0.8	3.2
	5	1.6	1.8	0.8	1.0	0.9	0.9	1.5	1.2	0.40	3.143	1.3	5.0
	6	1.9	1.3	1.4	1.2	1.3	0.7	1.3	1.3	0.35	3.143	1.1	4.4
2,4-二硝基酚	1	1.2	1.1	1.3	1.2	1.3	1.2	1.4	1.2	0.10	3.143	0.3	1.2
	2	1.2	1.2	1.2	1.5	1.1	1.4	1.4	1.3	0.14	3.143	0.4	1.8
	3	1.1	1.2	1.2	1.1	1.3	1.4	1.5	1.3	0.15	3.143	0.5	1.9
	4	1.1	1.3	1.1	1.0	0.9	1.0	0.8	1.0	0.16	3.143	0.5	2.0
	5	1.1	1.0	0.8	1.1	1.1	1.0	0.9	1.0	0.12	3.143	0.4	1.5
	6	1.3	1.4	1.3	1.3	1.4	0.8	1.1	1.2	0.21	3.143	0.7	2.7
2,5-二硝基酚	1	1.3	1.5	1.2	0.9	1.1	0.7	0.9	1.1	0.27	3.143	0.9	3.4
	2	1.2	0.8	0.8	1.6	1.1	1.4	1.4	1.2	0.31	3.143	1.0	3.9
	3	1.4	1.1	1.4	1.2	1.0	1.2	1.2	1.2	0.16	3.143	0.5	2.0
	4	1.2	1.2	1.1	1.0	0.9	1.6	1.5	1.2	0.23	3.143	0.7	2.9
	5	1.6	1.5	0.9	1.1	1.0	1.0	1.4	1.2	0.27	3.143	0.9	3.4
	6	1.3	1.1	1.0	1.4	1.4	1.1	1.2	1.2	0.16	3.143	0.5	2.0
2,6-二硝基酚	1	1.2	1.2	1.0	1.4	1.1	1.1	1.2	1.2	0.13	3.143	0.4	1.6
	2	1.5	1.2	1.3	1.2	1.2	1.3	0.9	1.2	0.18	3.143	0.6	2.3
	3	1.1	1.5	1.4	0.9	1.0	1.1	0.8	1.1	0.25	3.143	0.8	3.2
	4	0.7	1.1	1.3	1.2	1.1	0.9	1.1	1.1	0.20	3.143	0.6	2.5
	5	1.2	1.1	1.3	1.5	1.1	1.0	1.2	1.2	0.16	3.143	0.5	2.1
	6	1.1	1.3	1.2	1.3	1.1	1.3	1.1	1.2	0.10	3.143	0.3	1.3
4-甲基-2-硝基酚	1	0.9	1.1	0.7	0.9	0.8	0.6	0.7	0.8	0.17	3.143	0.5	2.1
	2	0.7	0.7	1.0	0.6	0.9	0.5	0.6	0.7	0.18	3.143	0.6	2.2
	3	0.7	0.6	0.9	0.7	0.7	0.9	1.2	0.8	0.20	3.143	0.6	2.6
	4	0.5	0.6	1.0	1.1	0.5	0.6	0.8	0.7	0.24	3.143	0.8	3.1
	5	0.6	0.8	1.2	0.9	0.9	0.7	0.6	0.8	0.21	3.143	0.7	2.7
	6	0.6	0.8	0.6	0.8	0.9	0.7	0.6	0.7	0.12	3.143	0.4	1.5
3-甲基-4-硝基酚	1	1.0	0.9	1.0	1.1	0.8	0.7	1.1	0.9	0.15	3.143	0.5	1.9
	2	0.7	0.7	1.0	0.6	0.9	0.5	0.6	0.7	0.18	3.143	0.6	2.2
	3	0.6	0.8	1.2	0.9	0.9	0.7	0.6	0.8	0.21	3.143	0.7	2.7
	4	0.9	1.1	0.7	0.9	0.8	0.6	0.7	0.8	0.17	3.143	0.5	2.1
	5	0.7	0.8	0.9	0.9	1.1	0.7	0.8	0.8	0.14	3.143	0.4	1.8
	6	1.0	1.1	0.8	0.7	0.8	1.1	0.8	0.9	0.16	3.143	0.5	2.1

5-甲基-2-硝基酚	1	0.7	0.6	0.9	0.7	0.7	0.9	1.2	0.8	0.20	3.143	0.6	2.6
	2	0.6	0.8	0.6	0.8	0.9	0.7	0.6	0.7	0.12	3.143	0.4	1.5
	3	0.7	0.7	1.0	0.6	0.9	0.5	0.6	0.7	0.18	3.143	0.6	2.2
	4	0.6	0.8	1.2	0.9	0.9	0.7	0.6	0.8	0.21	3.143	0.7	2.7
	5	0.8	1.1	0.8	1.0	1.0	0.9	0.8	0.9	0.12	3.143	0.4	1.5
	6	0.9	1.1	0.7	0.9	0.8	0.6	0.7	0.8	0.17	3.143	0.5	2.1
3-甲基-2-硝基酚	1	0.9	0.5	0.6	0.7	0.8	0.6	0.6	0.7	0.14	3.143	0.4	1.7
	2	0.9	1.1	0.7	0.9	0.8	0.6	0.7	0.8	0.17	3.143	0.5	2.1
	3	0.7	0.7	1.0	0.6	0.9	0.5	0.6	0.7	0.18	3.143	0.6	2.2
	4	0.6	1.0	0.9	1.0	0.5	0.8	0.5	0.7	0.22	3.143	0.7	2.8
	5	0.6	0.8	1.2	0.9	0.9	0.7	0.6	0.8	0.21	3.143	0.7	2.7
	6	1.1	1.0	0.9	0.8	0.7	1.1	1.0	0.9	0.15	3.143	0.5	1.9
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	1.2	1.2	1.2	1.5	1.1	1.4	1.4	1.3	0.14	3.143	0.4	1.8
	2	1.3	1.1	1.2	1.3	1.1	1.2	1.1	1.2	0.09	3.143	0.3	1.1
	3	1.1	1.2	1.2	1.1	1.3	1.4	1.5	1.3	0.15	3.143	0.5	1.9
	4	1.4	1.1	1.4	1.2	1.0	1.2	1.2	1.2	0.16	3.143	0.5	2.0
	5	1.2	1.2	1.2	1.5	1.1	1.4	1.4	1.3	0.14	3.143	0.4	1.8
	6	1.1	1.3	1.2	1.3	1.1	1.3	1.1	1.2	0.10	3.143	0.3	1.3
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	0.5	0.4	0.5	0.5	0.4	0.3	0.4	0.4	0.08	3.143	0.2	1.0
	2	0.6	0.7	0.4	0.5	0.3	0.7	0.9	0.6	0.20	3.143	0.6	2.6
	3	0.7	0.4	0.5	0.4	0.5	0.8	0.4	0.5	0.16	3.143	0.5	2.0
	4	1.1	1.5	1.4	0.9	1.0	1.1	0.8	1.1	0.25	3.143	0.8	3.2
	5	0.9	1.1	0.7	0.9	0.8	0.6	0.7	0.8	0.17	3.143	0.5	2.1
	6	1.0	0.9	1.0	1.1	0.8	0.7	1.1	0.9	0.15	3.143	0.5	1.9

通过对6家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物检出限数据进行汇总，液液萃取方法的检出限为0.2 $\mu$ g/L~1.3 $\mu$ g/L，测定下限为1.0 $\mu$ g/L~5.0 $\mu$ g/L。

附表 1-2 方法检出限、测定下限汇总表 ( $\mu$ g/L) (柱固相萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 ( $\mu$ g/L)							平均值 ( $\mu$ g/L)	标准偏差 ( $\mu$ g/L)	t 值	检出限 ( $\mu$ g/L)	测定下限 ( $\mu$ g/L)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次	第七次					
2-硝基酚	1	0.4	0.3	0.4	0.3	0.2	0.4	0.3	0.3	0.08	3.143	0.2	0.9
	2	0.6	0.4	0.5	0.4	0.3	0.6	0.5	0.5	0.12	3.143	0.4	1.5
	3	0.7	0.7	0.8	0.8	0.7	0.7	0.8	0.7	0.06	3.143	0.2	0.7
	4	0.4	0.5	0.5	0.8	0.7	0.4	0.5	0.5	0.15	3.143	0.5	1.9
	5	0.6	0.5	0.7	0.4	0.3	0.6	0.4	0.5	0.13	3.143	0.4	1.7
	6	0.7	0.6	0.5	0.8	0.5	0.4	0.5	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
3-硝基酚	1	0.7	0.6	0.7	0.6	0.5	0.6	0.7	0.6	0.08	3.143	0.3	1.0
	2	0.6	0.5	0.7	0.5	0.4	0.6	0.5	0.5	0.09	3.143	0.3	1.1
	3	0.7	0.8	0.7	0.9	0.8	0.6	0.8	0.8	0.08	3.143	0.2	1.0

	4	0.8	0.7	0.8	0.8	0.7	0.7	0.7	0.8	0.06	3.143	0.2	0.8
	5	0.7	0.6	0.7	0.7	0.5	0.6	0.6	0.6	0.06	3.143	0.2	0.8
	6	0.8	0.7	0.8	0.8	0.7	0.7	0.7	0.8	0.06	3.143	0.2	0.8
4-硝基 酚	1	0.8	0.7	0.8	0.8	0.7	0.7	0.7	0.8	0.06	3.143	0.2	0.8
	2	0.9	0.8	0.9	0.9	0.8	0.8	0.8	0.9	0.06	3.143	0.2	0.8
	3	0.6	0.5	0.6	0.6	0.4	0.6	0.5	0.5	0.07	3.143	0.2	0.8
	4	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.06	3.143	0.2	0.7
	5	0.9	0.8	0.9	0.9	0.8	0.8	0.8	0.9	0.06	3.143	0.2	0.8
	6	0.9	0.8	0.9	0.9	0.8	0.8	0.8	0.9	0.06	3.143	0.2	0.8
2,4-二 硝基酚	1	1.1	1.0	1.1	1.1	1.0	1.0	1.0	1.1	0.06	3.143	0.2	0.7
	2	1.2	1.1	1.2	1.2	1.1	1.1	1.1	1.2	0.06	3.143	0.2	0.8
	3	1.2	1.1	1.2	1.2	1.1	1.1	1.1	1.2	0.06	3.143	0.2	0.8
	4	0.9	0.8	0.9	0.9	0.8	0.8	0.8	0.9	0.06	3.143	0.2	0.8
	5	0.9	0.8	0.9	0.9	0.8	0.8	0.8	0.9	0.06	3.143	0.2	0.8
	6	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.06	3.143	0.2	0.7
2,5-二 硝基酚	1	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.06	3.143	0.2	0.7
	2	1.1	1.0	1.1	1.1	1.0	1.0	1.0	1.1	0.06	3.143	0.2	0.7
	3	1.1	1.0	1.1	1.1	1.0	1.0	1.0	1.1	0.06	3.143	0.2	0.7
	4	1.1	1.0	1.1	1.1	1.0	1.0	1.0	1.1	0.06	3.143	0.2	0.7
	5	1.1	1.0	1.1	1.1	1.0	1.0	1.0	1.1	0.06	3.143	0.2	0.7
	6	1.2	1.1	1.2	1.2	1.1	1.1	1.1	1.2	0.06	3.143	0.2	0.8
2,6-二 硝基酚	1	1.1	1.0	1.1	1.1	1.0	1.0	1.0	1.1	0.06	3.143	0.2	0.7
	2	1.1	1.0	1.1	1.1	1.0	1.0	1.0	1.1	0.06	3.143	0.2	0.7
	3	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.06	3.143	0.2	0.7
	4	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.06	3.143	0.2	0.7
	5	1.1	1.0	1.1	1.1	1.0	1.0	1.0	1.1	0.06	3.143	0.2	0.7
	6	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.06	3.143	0.2	0.7
4-甲基 -2-硝基 酚	1	0.7	0.6	0.7	0.7	0.5	0.6	0.6	0.6	0.06	3.143	0.2	0.8
	2	0.6	0.5	0.6	0.6	0.4	0.6	0.5	0.5	0.07	3.143	0.2	0.8
	3	0.7	0.6	0.7	0.7	0.5	0.6	0.6	0.6	0.06	3.143	0.2	0.8
	4	0.6	0.5	0.6	0.6	0.4	0.6	0.5	0.5	0.07	3.143	0.2	0.8
	5	0.7	0.6	0.7	0.7	0.5	0.6	0.6	0.6	0.06	3.143	0.2	0.8
	6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.4	0.6	0.5	0.5	0.07	3.143	0.2	0.8
3-甲基 -4-硝基 酚	1	0.8	0.7	0.8	0.8	0.7	0.7	0.7	0.8	0.06	3.143	0.2	0.8
	2	0.6	0.5	0.6	0.6	0.4	0.6	0.5	0.5	0.07	3.143	0.2	0.8
	3	0.7	0.6	0.7	0.7	0.5	0.6	0.6	0.6	0.06	3.143	0.2	0.8
	4	0.7	0.6	0.7	0.7	0.5	0.6	0.6	0.6	0.06	3.143	0.2	0.8
	5	0.7	0.6	0.7	0.7	0.5	0.6	0.6	0.6	0.06	3.143	0.2	0.8
	6	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.06	3.143	0.2	0.7
5-甲基 -2-硝基 酚	1	0.7	0.6	0.7	0.7	0.5	0.6	0.6	0.6	0.06	3.143	0.2	0.8
	2	0.6	0.5	0.6	0.6	0.4	0.6	0.5	0.5	0.07	3.143	0.2	0.8
	3	0.6	0.5	0.6	0.6	0.4	0.6	0.5	0.5	0.07	3.143	0.2	0.8
	4	0.7	0.6	0.7	0.7	0.5	0.6	0.6	0.6	0.06	3.143	0.2	0.8

	5	0.8	0.7	0.8	0.8	0.7	0.7	0.7	0.8	0.06	3.143	0.2	0.8
	6	0.9	0.8	0.9	0.9	0.8	0.8	0.8	0.9	0.06	3.143	0.2	0.8
3-甲基-2-硝基酚	1	0.6	0.5	0.6	0.6	0.4	0.6	0.5	0.5	0.07	3.143	0.2	0.8
	2	0.7	0.6	0.7	0.7	0.5	0.6	0.6	0.6	0.06	3.143	0.2	0.8
	3	0.6	0.5	0.6	0.6	0.4	0.6	0.5	0.5	0.07	3.143	0.2	0.8
	4	0.6	0.5	0.6	0.6	0.4	0.6	0.5	0.5	0.07	3.143	0.2	0.8
	5	0.7	0.6	0.7	0.7	0.5	0.6	0.6	0.6	0.06	3.143	0.2	0.8
	6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.4	0.6	0.5	0.5	0.07	3.143	0.2	0.8
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	1.2	1.1	1.2	1.2	1.1	1.1	1.1	1.2	0.06	3.143	0.2	0.8
	2	1.1	1.0	1.1	1.1	1.0	1.0	1.0	1.1	0.06	3.143	0.2	0.7
	3	1.2	1.1	1.2	1.2	1.1	1.1	1.1	1.2	0.06	3.143	0.2	0.8
	4	1.1	1.0	1.1	1.1	1.0	1.0	1.0	1.1	0.06	3.143	0.2	0.7
	5	1.2	1.1	1.2	1.2	1.1	1.1	1.1	1.2	0.06	3.143	0.2	0.8
	6	1.3	1.2	1.3	1.3	1.2	1.2	1.2	1.3	0.06	3.143	0.2	0.8
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	0.6	0.5	0.6	0.6	0.4	0.6	0.5	0.5	0.07	3.143	0.2	0.8
	2	0.5	0.4	0.5	0.4	0.3	0.5	0.4	0.4	0.07	3.143	0.2	0.9
	3	0.6	0.5	0.6	0.6	0.4	0.6	0.5	0.5	0.07	3.143	0.2	0.8
	4	0.8	0.7	0.8	0.8	0.7	0.7	0.7	0.8	0.06	3.143	0.2	0.8
	5	0.7	0.6	0.7	0.7	0.5	0.6	0.6	0.6	0.06	3.143	0.2	0.8
	6	0.8	0.7	0.8	0.8	0.7	0.7	0.7	0.8	0.06	3.143	0.2	0.8

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物检出限数据进行汇总，柱固相萃取方法的检出限为 0.2 $\mu\text{g/L}$ ~1.3 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 1.0 $\mu\text{g/L}$ ~5.0 $\mu\text{g/L}$ 。

附表 1-3 方法检出限、测定下限汇总表 ( $\mu\text{g/L}$ ) (圆盘萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )							平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 ( $\mu\text{g/L}$ )	t 值	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次	第七次					
2-硝基酚	1	0.6	0.4	0.6	0.4	0.3	0.3	0.4	0.4	0.11	3.143	0.3	1.4
	2	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
	3	1.0	0.8	1.1	0.8	0.9	0.6	0.7	0.9	0.17	3.143	0.5	2.1
	4	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
	5	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
	6	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
3-硝基酚	1	0.9	0.7	1.0	0.7	0.8	0.5	0.6	0.8	0.15	3.143	0.5	1.9
	2	0.9	0.7	1.0	0.7	0.8	0.5	0.6	0.8	0.15	3.143	0.5	1.9
	3	1.2	1.0	1.4	1.0	1.2	0.8	0.9	1.1	0.21	3.143	0.7	2.7
	4	1.0	0.8	1.1	0.8	0.9	0.6	0.7	0.9	0.17	3.143	0.5	2.1
	5	1.0	0.8	1.1	0.8	0.9	0.6	0.7	0.9	0.17	3.143	0.5	2.1
	6	1.0	0.8	1.1	0.8	0.9	0.6	0.7	0.9	0.17	3.143	0.5	2.1
4-硝基	1	1.0	0.8	1.1	0.8	0.9	0.6	0.7	0.9	0.17	3.143	0.5	2.1



酚	2	1.1	0.9	1.3	0.9	1.0	0.7	0.8	1.0	0.19	3.143	0.6	2.4
	3	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
	4	1.3	1.1	1.5	1.1	1.3	0.8	1.0	1.2	0.24	3.143	0.7	3.0
	5	1.1	0.9	1.3	0.9	1.0	0.7	0.8	1.0	0.19	3.143	0.6	2.4
	6	1.1	0.9	1.3	0.9	1.0	0.7	0.8	1.0	0.19	3.143	0.6	2.4
2,4-二硝基酚	1	1.3	1.1	1.5	1.1	1.3	0.8	1.0	1.2	0.24	3.143	0.7	3.0
	2	1.4	1.2	1.7	1.2	1.5	0.9	1.0	1.3	0.26	3.143	0.8	3.3
	3	1.4	1.2	1.7	1.2	1.5	0.9	1.0	1.3	0.26	3.143	0.8	3.3
	4	1.2	1.0	1.4	1.0	1.2	0.8	0.9	1.1	0.21	3.143	0.7	2.7
	5	1.1	0.9	1.3	0.9	1.0	0.7	0.8	1.0	0.19	3.143	0.6	2.4
	6	1.4	1.2	1.7	1.2	1.5	0.9	1.0	1.3	0.26	3.143	0.8	3.3
2,5-二硝基酚	1	1.3	1.1	1.5	1.1	1.3	0.8	1.0	1.2	0.24	3.143	0.7	3.0
	2	1.4	1.2	1.7	1.2	1.5	0.9	1.0	1.3	0.26	3.143	0.8	3.3
	3	1.3	1.1	1.5	1.1	1.3	0.8	1.0	1.2	0.24	3.143	0.7	3.0
	4	1.4	1.2	1.7	1.2	1.5	0.9	1.0	1.3	0.26	3.143	0.8	3.3
	5	1.3	1.1	1.5	1.1	1.3	0.8	1.0	1.2	0.24	3.143	0.7	3.0
	6	1.3	1.1	1.5	1.1	1.3	0.8	1.0	1.2	0.24	3.143	0.7	3.0
2,6-二硝基酚	1	1.4	1.2	1.7	1.2	1.5	0.9	1.0	1.3	0.26	3.143	0.8	3.3
	2	1.5	1.3	1.8	1.3	1.6	1.0	1.1	1.4	0.29	3.143	0.9	3.6
	3	1.3	1.1	1.5	1.1	1.3	0.8	1.0	1.2	0.24	3.143	0.7	3.0
	4	1.2	1.0	1.4	1.0	1.2	0.8	0.9	1.1	0.21	3.143	0.7	2.7
	5	1.1	0.9	1.3	0.9	1.0	0.7	0.8	1.0	0.19	3.143	0.6	2.4
	6	1.0	0.8	1.1	0.8	0.9	0.6	0.7	0.9	0.17	3.143	0.5	2.1
4-甲基-2-硝基酚	1	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
	2	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
	3	0.9	0.7	1.0	0.7	0.8	0.5	0.6	0.8	0.15	3.143	0.5	1.9
	4	0.7	0.5	0.7	0.5	0.5	0.4	0.5	0.5	0.12	3.143	0.4	1.5
	5	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
	6	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
3-甲基-4-硝基酚	1	1.0	0.8	1.1	0.8	0.9	0.6	0.7	0.9	0.17	3.143	0.5	2.1
	2	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
	3	0.9	0.7	1.0	0.7	0.8	0.5	0.6	0.8	0.15	3.143	0.5	1.9
	4	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
	5	0.9	0.7	1.0	0.7	0.8	0.5	0.6	0.8	0.15	3.143	0.5	1.9
	6	1.0	0.8	1.1	0.8	0.9	0.6	0.7	0.9	0.17	3.143	0.5	2.1
5-甲基-2-硝基酚	1	0.9	0.7	1.0	0.7	0.8	0.5	0.6	0.8	0.15	3.143	0.5	1.9
	2	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
	3	0.7	0.5	0.7	0.5	0.5	0.4	0.5	0.5	0.12	3.143	0.4	1.5
	4	0.9	0.7	1.0	0.7	0.8	0.5	0.6	0.8	0.15	3.143	0.5	1.9
	5	1.0	0.8	1.1	0.8	0.9	0.6	0.7	0.9	0.17	3.143	0.5	2.1
	6	0.9	0.7	1.0	0.7	0.8	0.5	0.6	0.8	0.15	3.143	0.5	1.9
3-甲基-2-硝基	1	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
	2	1.1	0.9	1.3	0.9	1.0	0.7	0.8	1.0	0.19	3.143	0.6	2.4

酚	3	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
	4	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
	5	0.9	0.7	1.0	0.7	0.8	0.5	0.6	0.8	0.15	3.143	0.5	1.9
	6	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	1.5	1.3	1.8	1.3	1.6	1.0	1.1	1.4	0.29	3.143	0.9	3.6
	2	1.4	1.2	1.7	1.2	1.5	0.9	1.0	1.3	0.26	3.143	0.8	3.3
	3	1.4	1.2	1.7	1.2	1.5	0.9	1.0	1.3	0.26	3.143	0.8	3.3
	4	1.4	1.2	1.7	1.2	1.5	0.9	1.0	1.3	0.26	3.143	0.8	3.3
	5	1.4	1.2	1.7	1.2	1.5	0.9	1.0	1.3	0.26	3.143	0.8	3.3
	6	1.4	1.2	1.7	1.2	1.5	0.9	1.0	1.3	0.26	3.143	0.8	3.3
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
	2	0.6	0.4	0.6	0.4	0.3	0.3	0.4	0.4	0.11	3.143	0.3	1.4
	3	0.8	0.6	0.8	0.6	0.6	0.5	0.6	0.6	0.13	3.143	0.4	1.7
	4	1.0	0.8	1.1	0.8	0.9	0.6	0.7	0.9	0.17	3.143	0.5	2.1
	5	0.9	0.7	1.0	0.7	0.8	0.5	0.6	0.8	0.15	3.143	0.5	1.9
	6	1.0	0.8	1.1	0.8	0.9	0.6	0.7	0.9	0.17	3.143	0.5	2.1

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物检出限数据进行汇总，圆盘萃取方法的检出限为 0.3 $\mu\text{g/L}$ ~0.9 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 1.4 $\mu\text{g/L}$ ~3.6 $\mu\text{g/L}$ 。

### 1.3 方法精密度测试原始数据

下表为 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物精密度数据进行汇总，其结果见附表 1-4~1-12。

**表 1-4 低浓度 (5.0  $\mu\text{g/L}$ ) 空白加标样品的精密度测试数据 (液液萃取)**

化合物名称	实验室号	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	4.4	4.6	4.7	4.3	4.3	4.7	4.5	0.19	4.22
	2	4.3	4.1	4.7	4.5	4.2	4.1	4.3	0.24	5.56
	3	4.4	4.8	4.5	4.7	4.2	4.5	4.5	0.21	4.73
	4	4.6	4.1	4.3	4.2	4.1	3.8	4.2	0.27	6.46
	5	5.2	4.5	4.3	4.7	4.5	4.8	4.7	0.30	6.52
	6	5.0	4.3	4.4	4.3	4.3	4.1	4.4	0.29	6.62
3-硝基酚	1	5.1	5.0	4.6	4.3	4.4	4.2	4.6	0.37	8.11
	2	4.9	4.3	4.6	4.2	4.6	4.9	4.6	0.29	6.39
	3	5.4	4.8	4.5	5.4	4.7	4.5	4.9	0.41	8.34
	4	5.5	5.2	5.2	4.5	4.3	5.1	5.0	0.46	9.35
	5	5.1	4.8	4.3	4.3	4.7	4.5	4.6	0.30	6.56
	6	5.1	4.8	4.6	4.3	4.4	4.7	4.6	0.28	5.98
4-硝基酚	1	5.4	5.1	4.3	4.3	4.3	4.7	4.7	0.48	10.2
	2	5.2	4.9	4.6	4.3	4.5	4.6	4.7	0.31	6.68
	3	4.6	4.4	4.0	4.3	4.1	4.2	4.3	0.22	5.21
	4	5.4	5.1	4.8	4.9	4.4	4.5	4.9	0.37	7.72
	5	4.6	4.4	4.6	4.3	3.7	3.9	4.3	0.38	8.86
	6	5.4	4.5	4.4	4.9	5.4	5.1	4.9	0.42	8.58
2,4-二硝	1	5.4	4.6	5.1	5.0	4.9	4.7	4.9	0.29	5.91
	2	4.7	4.5	4.5	4.3	4.4	4.2	4.4	0.19	4.24

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
基酚	3	5.1	4.7	4.5	4.6	4.3	4.4	4.6	0.27	5.85
	4	4.3	4.3	4.3	3.9	4.5	4.2	4.2	0.22	5.08
	5	4.8	4.7	4.6	4.4	4.9	4.5	4.6	0.20	4.33
	6	5.4	4.3	5.1	4.9	4.3	4.1	4.7	0.53	11.3
2,5-二硝基酚	1	5.1	4.9	5.0	4.6	4.3	4.5	4.7	0.31	6.58
	2	5.0	4.2	4.9	4.5	4.3	4.6	4.6	0.31	6.83
	3	4.2	4.4	4.2	3.8	4.3	3.9	4.1	0.25	6.02
	4	4.6	4.6	4.5	4.2	4.9	4.6	4.6	0.24	5.16
	5	4.3	4.5	4.1	3.8	4.3	3.5	4.1	0.36	8.91
	6	5.0	4.5	4.7	4.5	4.4	4.6	4.6	0.19	4.19
2,6-二硝基酚	1	4.4	4.8	4.7	4.6	4.7	4.9	4.7	0.17	3.68
	2	4.6	4.2	4.6	4.3	4.0	4.3	4.3	0.23	5.40
	3	4.7	4.3	4.9	4.7	4.9	4.3	4.6	0.27	5.73
	4	5.1	4.6	4.3	4.3	4.3	4.5	4.5	0.30	6.66
	5	4.8	4.4	4.6	4.3	4.7	4.4	4.5	0.20	4.48
	6	5.1	4.6	4.8	4.3	4.3	5.1	4.7	0.35	7.53
4-甲基-2-硝基酚	1	5.6	4.3	4.7	4.4	5.3	4.7	4.8	0.52	10.8
	2	5.5	5.2	4.6	5.0	5.2	4.5	5.0	0.39	7.84
	3	5.7	5.4	5.7	5.1	4.9	4.7	5.3	0.43	8.10
	4	5.8	5.4	4.2	5.3	5.5	4.9	5.2	0.57	11.0
	5	5.4	5.1	4.6	4.3	4.7	4.5	4.8	0.41	8.50
	6	5.1	4.8	4.3	4.1	4.2	4.3	4.5	0.38	8.60
3-甲基-4-硝基酚	1	5.0	4.7	4.4	4.3	4.7	4.2	4.5	0.29	6.35
	2	5.4	5.3	5.1	5.3	4.9	5.4	5.2	0.19	3.56
	3	4.7	4.3	4.5	4.3	5.1	4.2	4.5	0.34	7.53
	4	5.0	5.0	4.3	4.3	4.5	4.5	4.6	0.31	6.76
	5	5.0	4.5	4.6	4.9	4.2	4.1	4.5	0.36	7.83
	6	4.8	4.6	4.9	4.8	4.3	4.1	4.6	0.33	7.13
5-甲基-2-硝基酚	1	4.8	4.6	4.7	4.4	4.6	4.7	4.6	0.15	3.14
	2	5.0	4.4	4.6	4.3	4.3	4.3	4.5	0.26	5.82
	3	4.6	4.6	4.5	4.4	4.9	4.6	4.6	0.17	3.64
	4	4.7	5.2	4.3	4.3	4.2	4.4	4.5	0.39	8.64
	5	5.4	4.9	4.3	3.9	4.9	5.4	4.8	0.59	12.4
	6	5.1	4.9	4.1	5.0	4.4	4.8	4.7	0.39	8.21
3-甲基-2-硝基酚	1	5.1	5.0	4.7	4.4	3.4	4.8	4.6	0.62	13.6
	2	5.2	4.8	4.5	4.4	4.1	4.5	4.6	0.37	8.02
	3	5.0	4.9	4.2	5.1	4.4	4.1	4.6	0.43	9.30
	4	5.1	5.1	4.1	4.9	5.0	3.7	4.7	0.60	12.9
	5	5.3	5.2	4.6	3.9	4.2	4.3	4.6	0.57	12.3
	6	5.4	4.8	4.4	4.3	4.2	4.7	4.6	0.44	9.58
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	5.0	4.9	4.6	4.3	4.6	4.0	4.6	0.37	8.11
	2	5.1	4.8	4.1	3.9	4.1	4.3	4.4	0.46	10.4
	3	5.0	4.2	4.9	4.9	4.9	3.9	4.6	0.46	9.99
	4	5.4	4.1	4.9	4.3	4.1	4.2	4.5	0.53	11.8
	5	4.8	4.9	4.8	4.6	4.3	4.2	4.6	0.30	6.47
	6	5.0	4.3	4.2	4.4	4.9	4.2	4.5	0.35	7.81
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	5.2	4.1	4.3	4.1	5.2	4.1	4.5	0.53	11.8
	2	5.4	4.4	4.3	4.7	4.2	4.9	4.6	0.45	9.62
	3	4.6	4.3	4.1	4.9	4.6	4.6	4.5	0.28	6.19
	4	4.7	3.9	4.3	4.2	4.4	4.7	4.4	0.32	7.24
	5	4.9	4.6	4.6	4.3	4.4	4.1	4.5	0.28	6.22
	6	4.8	4.6	4.3	4.1	4.9	4.1	4.5	0.35	7.84

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物检测精度进行汇总, 5.0µg/L 液液萃取方法的标准偏差为 0.15µg/L~0.62µg/L, 相对标准偏差为 3.1%~13.6%。

表 1-5 低浓度 (5.0 μg/L) 空白加标样品的精密度测试数据 (柱固相萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 (μg/L)						平均值 (μg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	5.0	4.9	4.2	5.1	4.4	4.1	4.6	0.43	9.30
	2	5.1	4.5	4.1	4.9	5.0	3.7	4.5	0.56	12.3
	3	4.6	4.8	4.6	3.9	4.2	4.3	4.4	0.33	7.55
	4	5.0	4.3	4.4	4.3	4.2	4.7	4.5	0.30	6.67
	5	4.4	4.8	4.6	4.3	4.6	4.0	4.4	0.29	6.49
	6	5.0	5.2	4.1	3.9	4.1	4.3	4.4	0.53	12.1
3-硝基酚	1	5.4	4.2	5.4	4.9	5.4	3.9	4.9	0.66	13.5
	2	5.0	4.1	4.9	4.3	4.1	4.1	4.4	0.41	9.34
	3	5.0	4.9	4.6	3.9	4.2	4.3	4.5	0.42	9.31
	4	5.1	5.1	4.4	4.3	4.2	4.7	4.6	0.40	8.67
	5	5.3	5.0	4.6	4.3	4.6	4.0	4.6	0.47	10.2
	6	5.2	4.9	4.1	4.8	4.1	4.3	4.6	0.46	9.98
4-硝基酚	1	5.0	4.8	4.0	4.7	4.0	4.2	4.4	0.44	9.98
	2	4.9	4.6	3.9	4.5	4.9	4.1	4.5	0.43	9.55
	3	4.7	4.5	3.8	4.4	4.8	3.9	4.3	0.41	9.55
	4	4.6	4.4	3.6	4.3	4.6	3.8	4.2	0.40	9.55
	5	3.7	4.3	4.6	3.5	4.5	3.1	4.0	0.61	15.3
	6	4.4	4.2	4.5	3.4	4.4	4.3	4.2	0.41	9.82
2,4-二硝基酚	1	4.8	4.1	4.2	4.5	4.4	4.1	4.4	0.27	6.30
	2	4.3	4.2	4.6	5.2	5.2	5.5	4.8	0.53	11.1
	3	4.8	4.0	4.2	4.7	4.7	5.2	4.6	0.43	9.30
	4	4.4	4.6	4.7	4.3	4.3	4.7	4.5	0.19	4.22
	5	4.3	4.1	4.7	4.5	4.2	4.1	4.3	0.24	5.56
	6	4.4	4.8	4.5	4.7	4.2	4.5	4.5	0.21	4.73
2,5-二硝基酚	1	5.1	4.8	4.3	4.3	4.7	4.5	4.6	0.30	6.56
	2	4.7	4.5	4.6	4.3	4.1	4.7	4.5	0.25	5.48
	3	5.0	4.7	4.3	4.3	4.3	4.7	4.5	0.28	6.20
	4	5.3	5.0	4.6	4.3	4.6	4.6	4.7	0.35	7.48
	5	5.4	5.1	4.6	4.3	4.8	4.2	4.7	0.47	9.84
	6	5.1	4.8	4.8	4.9	4.3	4.5	4.7	0.28	5.89
2,6-二硝基酚	1	5.3	5.0	5.3	4.3	4.3	3.9	4.7	0.59	12.5
	2	5.2	4.9	5.1	4.2	4.2	3.8	4.6	0.59	12.9
	3	5.1	5.2	4.6	3.4	4.5	3.1	4.3	0.65	14.2
	4	5.0	5.6	4.5	3.3	4.4	4.3	4.5	0.52	11.2
	5	4.9	5.9	4.6	4.3	4.7	4.6	4.8	0.54	11.3
	6	4.8	5.2	4.6	4.3	4.8	4.2	4.6	0.37	7.87
4-甲基-2-硝基酚	1	4.2	4.5	4.8	4.9	4.3	4.5	4.5	0.27	6.03
	2	4.3	4.6	4.2	4.1	4.6	4.5	4.4	0.21	4.88
	3	4.6	4.4	4.7	4.2	4.7	4.4	4.5	0.20	4.44
	4	5.2	5.1	4.8	4.4	4.5	4.6	4.8	0.33	6.85
	5	5.0	4.2	4.9	4.9	4.9	3.9	4.6	0.46	9.99
	6	5.2	4.1	4.9	4.3	4.1	4.2	4.5	0.46	10.3
3-甲基-4-硝基酚	1	5.0	4.9	4.9	4.6	4.3	4.3	4.7	0.31	6.63
	2	5.0	4.3	4.2	4.4	4.9	4.2	4.5	0.35	7.81
	3	4.6	4.1	4.3	4.1	4.6	4.1	4.3	0.25	5.81
	4	4.7	4.4	4.3	4.7	4.2	4.9	4.5	0.28	6.11
	5	4.4	4.3	4.1	4.9	4.4	4.6	4.4	0.27	6.18
	6	5.1	3.9	4.3	4.2	4.4	5.0	4.5	0.47	10.5
5-甲基-2-硝基酚	1	4.9	4.6	4.6	4.3	4.0	4.1	4.4	0.34	7.77
	2	4.8	4.6	4.3	4.1	4.9	4.1	4.5	0.35	7.84

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	3	4.7	4.5	4.2	4.0	4.4	4.7	4.4	0.28	6.34
	4	4.4	4.7	4.4	4.5	4.6	4.7	4.6	0.14	3.03
	5	4.3	4.4	4.7	4.5	4.6	4.2	4.5	0.19	4.20
	6	4.1	4.3	4.6	4.3	4.4	4.7	4.4	0.22	4.98
3-甲基-2-硝基酚	1	4.5	4.6	4.3	4.2	4.4	4.5	4.4	0.15	3.29
	2	4.1	4.3	4.4	4.7	3.9	4.0	4.2	0.29	6.95
	3	4.3	4.9	4.5	4.6	5.3	5.5	4.9	0.47	9.74
	4	4.4	4.7	4.4	4.5	4.6	4.4	4.5	0.13	2.81
	5	4.3	4.3	4.2	4.4	4.3	4.2	4.3	0.07	1.75
	6	4.5	4.4	4.7	4.3	4.7	4.6	4.5	0.16	3.60
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	4.2	4.8	4.6	4.4	4.7	4.9	4.6	0.26	5.67
	2	4.3	4.2	4.4	4.3	4.3	4.4	4.3	0.08	1.80
	3	4.4	4.4	4.5	4.2	4.4	4.1	4.3	0.15	3.44
	4	3.8	4.1	3.8	4.2	4.3	3.9	4.0	0.22	5.43
	5	5.4	4.3	4.6	4.4	5.4	4.2	4.7	0.54	11.4
	6	5.0	4.1	4.3	4.1	4.9	4.1	4.4	0.42	9.41
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	5.1	4.4	4.3	4.7	4.2	4.9	4.6	0.35	7.55
	2	4.7	4.3	4.1	4.9	4.7	4.6	4.6	0.30	6.57
	3	5.3	4.9	4.3	4.6	4.4	5.3	4.8	0.42	8.86
	4	4.5	4.4	4.6	4.4	4.3	4.2	4.4	0.14	3.21
	5	5.0	4.4	4.7	4.3	4.8	4.9	4.7	0.28	5.95
	6	4.9	4.1	4.5	5.2	4.4	5.5	4.8	0.53	11.1

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物检精密度进行汇总, 5.0µg/L 柱固相萃取方法的标准偏差为 0.07µg/L~0.66µg/L, 相对标准偏差为 1.8%~15.3%。

表 1-6 低浓度 (5.0 µg/L) 空白加标样品的精密度测试数据 (圆盘固相萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	5.0	4.5	4.6	4.3	4.3	4.3	4.5	0.26	5.75
	2	5.1	4.6	4.9	5.0	4.9	4.3	4.8	0.29	6.03
	3	5.2	4.7	4.3	4.3	4.3	4.5	4.6	0.35	7.68
	4	5.1	4.6	4.8	4.3	4.7	4.4	4.7	0.28	5.96
	5	5.3	4.8	5.0	4.3	4.3	5.1	4.8	0.42	8.69
	6	5.1	4.3	4.7	4.4	4.8	4.7	4.7	0.28	5.96
3-硝基酚	1	4.7	4.5	4.6	5.0	4.5	4.5	4.6	0.20	4.26
	2	5.4	5.1	5.4	5.1	4.9	4.7	5.1	0.27	5.25
	3	5.0	5.4	4.2	5.3	5.5	4.9	5.0	0.48	9.48
	4	4.6	5.1	4.6	4.3	4.0	4.5	4.5	0.37	8.11
	5	4.5	5.2	4.6	4.3	4.8	4.2	4.6	0.36	7.87
	6	4.2	4.5	4.8	4.9	4.3	4.5	4.5	0.27	6.03
4-硝基酚	1	4.3	4.6	4.2	4.1	4.6	4.5	4.4	0.21	4.88
	2	4.6	4.4	4.7	4.2	4.7	4.4	4.5	0.20	4.44
	3	5.2	5.1	4.8	4.4	4.5	4.6	4.8	0.33	6.85
	4	4.5	4.2	4.5	4.9	4.5	3.9	4.4	0.34	7.63
	5	4.8	4.1	4.9	4.3	4.1	4.2	4.4	0.37	8.40

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	6	5.7	4.9	5.7	4.6	4.3	5.0	5.0	0.58	11.4
2,4-二硝基酚	1	5.3	4.3	5.7	5.9	5.3	5.8	5.4	0.59	10.9
	2	5.4	4.1	4.3	4.1	5.4	4.1	4.6	0.64	14.0
	3	5.3	4.4	4.3	4.7	4.2	4.9	4.6	0.42	9.02
	4	4.5	4.7	4.2	5.1	4.4	4.1	4.5	0.36	8.07
	5	4.8	5.0	4.1	4.9	4.8	3.7	4.6	0.53	11.7
	6	5.2	5.4	4.6	3.9	4.2	4.3	4.6	0.60	13.0
2,5-二硝基酚	1	5.6	4.5	4.4	4.3	4.2	4.7	4.6	0.52	11.3
	2	4.6	4.9	4.6	4.3	4.6	4.0	4.5	0.32	7.12
	3	5.1	4.7	4.1	3.9	4.1	4.3	4.4	0.44	10.0
	4	4.8	4.2	4.8	4.9	4.8	3.9	4.6	0.42	9.22
	5	4.7	4.1	4.9	4.3	4.1	4.2	4.4	0.35	7.89
	6	5.1	4.9	5.0	4.6	4.3	4.4	4.7	0.33	6.99
2,6-二硝基酚	1	5.1	4.3	4.2	4.4	5.0	4.2	4.5	0.41	8.98
	2	5.3	4.1	4.9	4.3	4.1	4.1	4.5	0.51	11.4
	3	4.5	5.2	4.6	3.9	4.2	4.3	4.5	0.45	10.2
	4	5.4	4.7	4.4	4.3	4.2	4.7	4.6	0.44	9.47
	5	4.8	4.9	4.6	4.3	4.6	4.0	4.5	0.35	7.67
	6	5.1	4.9	4.1	4.8	4.1	4.3	4.5	0.43	9.40
4-甲基-2-硝基酚	1	4.9	4.8	4.0	4.7	5.3	5.2	4.8	0.47	9.84
	2	4.8	4.6	4.9	4.5	4.9	5.5	4.9	0.34	7.06
	3	4.6	4.5	4.8	4.4	4.8	5.3	4.7	0.33	7.06
	4	4.2	4.5	4.8	4.9	4.3	4.5	4.5	0.27	6.03
	5	5.3	4.6	5.3	5.4	4.6	4.5	5.0	0.42	8.55
	6	4.6	4.4	4.7	4.2	4.7	4.4	4.5	0.20	4.44
3-甲基-4-硝基酚	1	5.2	5.1	4.8	4.4	4.5	4.6	4.8	0.33	6.85
	2	4.6	4.2	4.6	4.9	4.6	3.9	4.5	0.36	8.00
	3	5.0	4.1	4.9	4.3	4.1	4.2	4.4	0.40	9.00
	4	5.4	4.9	5.4	4.6	4.3	4.7	4.9	0.44	8.93
	5	4.6	4.3	4.2	4.4	4.6	4.2	4.4	0.19	4.29
	6	5.1	4.1	4.3	4.1	5.0	4.1	4.5	0.47	10.6
5-甲基-2-硝基酚	1	5.1	4.4	4.3	4.7	4.2	4.9	4.6	0.35	7.55
	2	5.4	4.3	4.1	4.9	5.4	4.6	4.8	0.54	11.3
	3	4.6	3.9	4.3	4.2	4.4	4.6	4.3	0.27	6.22
	4	5.0	4.7	4.6	4.3	4.3	4.6	4.6	0.25	5.46
	5	4.5	4.3	4.0	4.3	4.1	4.2	4.2	0.18	4.20
	6	4.6	4.4	4.8	4.9	3.7	4.5	4.5	0.43	9.53
3-甲基-2-硝基酚	1	5.4	5.1	5.4	4.3	4.4	3.9	4.7	0.63	13.3
	2	5.1	4.5	4.4	4.9	5.0	5.1	4.8	0.31	6.33
	3	5.4	4.6	5.1	5.0	4.9	4.7	4.9	0.29	5.91
	4	4.7	4.5	4.5	4.3	4.4	4.2	4.4	0.19	4.24
	5	5.1	4.7	4.5	4.6	4.3	4.4	4.6	0.27	5.85
	6	4.3	4.3	4.3	3.9	4.5	4.2	4.2	0.22	5.08
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	4.7	4.2	4.7	4.9	4.7	3.9	4.5	0.39	8.54
	2	5.0	4.1	4.9	4.3	4.1	4.1	4.4	0.41	9.34
	3	5.1	4.5	4.6	3.9	4.2	4.3	4.4	0.39	8.92
	4	4.6	4.7	4.4	4.3	4.2	4.7	4.5	0.22	4.97
	5	4.8	4.8	4.6	4.3	4.6	4.0	4.5	0.33	7.24
	6	5.0	4.9	4.1	4.8	4.1	4.3	4.5	0.40	8.89
2,6-二甲	1	4.8	4.8	4.0	4.7	4.0	4.2	4.4	0.39	8.89
	2	4.7	4.6	3.9	4.5	4.9	4.1	4.4	0.40	8.91

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
基-4-硝基酚	3	4.5	4.5	3.8	4.4	4.8	3.9	4.3	0.38	8.91
	4	4.4	4.4	3.6	4.3	4.6	3.8	4.2	0.37	8.91
	5	3.6	4.3	4.6	4.5	4.5	3.1	4.1	0.61	14.9
	6	4.4	4.2	4.5	4.4	4.4	4.3	4.3	0.10	2.30

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物检精密度进行汇总, 5.0µg/L 圆盘固相萃取方法的标准偏差为 0.10µg/L~0.64µg/L, 相对标准偏差为 2.3%~14.9%。

表 1-7 中等浓度 (15.0 µg/L) 空白加标样品的精密度测试数据 (液液萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	13.7	15.0	14.4	14.3	14.8	13.0	14.2	0.74	5.21
	2	14.8	14.7	14.6	14.9	14.8	13.8	14.6	0.40	2.77
	3	15.0	13.5	14.9	13.6	14.9	13.9	14.3	0.71	4.94
	4	14.3	14.8	14.0	14.9	14.1	13.8	14.3	0.44	3.11
	5	15.0	14.1	14.7	14.3	14.7	14.7	14.6	0.33	2.23
	6	14.6	14.0	14.2	14.4	13.9	14.8	14.3	0.35	2.44
3-硝基酚	1	14.3	14.9	14.1	14.7	15.0	12.3	14.2	1.00	7.04
	2	14.6	14.1	14.3	14.8	14.9	14.9	14.6	0.33	2.29
	3	14.6	14.0	14.1	14.7	14.8	14.8	14.5	0.36	2.47
	4	15.0	15.0	13.9	13.7	15.0	15.0	14.6	0.62	4.27
	5	15.0	15.0	14.6	14.5	14.8	14.9	14.8	0.21	1.42
	6	14.8	15.0	14.6	14.9	14.1	13.7	14.5	0.51	3.52
4-硝基酚	1	14.8	15.0	14.6	14.9	14.1	13.7	14.5	0.51	3.54
	2	14.6	14.3	14.9	13.8	13.5	14.8	14.3	0.56	3.91
	3	13.8	15.0	13.7	14.9	14.4	14.0	14.3	0.56	3.94
	4	13.7	14.9	15.0	14.7	14.5	14.1	14.5	0.49	3.38
	5	14.7	14.7	14.6	13.4	15.0	12.8	14.2	0.90	6.32
	6	14.6	15.0	14.9	13.9	14.1	13.3	14.3	0.64	4.51
2,4-二硝基酚	1	13.8	15.0	13.7	14.9	14.4	14.0	14.3	0.56	3.94
	2	14.7	15.0	13.8	14.6	14.6	14.3	14.5	0.42	2.91
	3	15.0	14.9	15.0	14.9	14.7	15.0	14.9	0.10	0.67
	4	15.0	14.9	14.2	14.3	13.9	14.6	14.5	0.42	2.87
	5	14.8	15.0	15.0	14.6	14.6	14.8	14.8	0.19	1.26
	6	14.5	14.2	15.0	14.5	14.6	14.8	14.6	0.26	1.80
2,5-二硝基酚	1	14.7	14.6	14.7	14.5	13.9	14.7	14.5	0.32	2.24
	2	15.0	14.5	14.5	14.6	14.2	14.8	14.6	0.28	1.95
	3	15.0	14.9	13.9	15.0	15.0	15.0	14.8	0.45	3.04
	4	13.9	15.4	14.5	15.5	15.9	16.0	15.2	0.81	5.34
	5	15.3	15.7	15.1	14.2	15.7	15.8	15.3	0.62	4.06
	6	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	14.4	14.9	0.24	1.64
2,6-二硝基酚	1	14.1	16.0	15.8	14.4	15.5	14.9	15.1	0.76	5.04
	2	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	14.4	14.9	0.24	1.64
	3	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	13.8	14.8	0.49	3.31
	4	15.7	15.6	14.2	15.1	15.6	15.5	15.3	0.57	3.75
	5	14.9	14.1	14.7	15.5	16.0	15.5	15.1	0.67	4.44

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	6	16.0	15.6	14.9	14.5	15.3	15.4	15.3	0.51	3.34
4-甲基-2-硝基酚	1	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	13.3	14.3	0.49	3.43
	2	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	12.0	14.5	1.22	8.45
	3	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	10.8	14.3	1.71	12.0
	4	15.9	13.7	15.6	14.6	15.7	15.7	15.2	0.87	5.74
	5	15.2	13.6	14.8	15.1	15.2	15.5	14.9	0.67	4.53
	6	14.7	15.5	14.5	14.3	14.0	14.6	14.6	0.49	3.38
3-甲基-4-硝基酚	1	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	13.3	14.3	0.49	3.43
	2	14.4	14.2	15.0	14.8	14.8	13.9	14.5	0.43	2.96
	3	14.7	11.7	14.4	15.0	15.0	15.0	14.3	1.29	9.00
	4	14.1	13.5	14.8	14.8	15.0	14.8	14.5	0.58	3.99
	5	13.8	14.1	14.4	14.6	14.4	14.5	14.3	0.31	2.16
	6	14.3	14.3	14.8	13.3	14.7	14.9	14.4	0.61	4.24
5-甲基-2-硝基酚	1	15.0	13.9	14.1	15.0	14.6	15.0	14.6	0.51	3.51
	2	14.9	14.7	14.8	14.5	14.9	14.8	14.8	0.14	0.95
	3	14.6	14.9	14.6	14.5	14.5	14.5	14.6	0.15	1.00
	4	14.7	13.5	14.8	14.9	13.7	14.1	14.3	0.60	4.22
	5	14.8	13.9	12.6	14.8	14.8	13.6	14.1	0.89	6.29
	6	14.9	14.8	14.9	13.7	14.1	14.7	14.5	0.50	3.45
3-甲基-2-硝基酚	1	14.9	14.8	14.9	13.7	14.1	14.7	14.5	0.50	3.45
	2	14.3	14.3	15.0	13.6	14.8	13.9	14.3	0.51	3.57
	3	13.7	14.0	14.8	13.9	13.4	14.8	14.1	0.58	4.11
	4	15.0	13.6	14.4	13.6	13.4	14.7	14.1	0.66	4.70
	5	14.0	14.9	15.0	14.5	14.4	14.8	14.6	0.35	2.42
	6	14.8	14.8	13.1	14.5	13.7	14.8	14.3	0.71	4.97
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	14.4	14.6	14.6	14.6	14.9	14.5	14.6	0.15	1.04
	2	14.1	14.9	14.9	15.0	14.4	14.9	14.7	0.36	2.46
	3	15.0	15.0	14.5	14.8	15.0	15.0	14.9	0.19	1.28
	4	12.6	15.0	13.0	14.9	14.8	15.0	14.2	1.12	7.86
	5	14.5	14.4	14.3	14.6	14.7	13.3	14.3	0.49	3.46
	6	14.0	14.6	14.7	14.9	14.3	14.5	14.5	0.32	2.18
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	14.7	15.4	14.9	14.8	15.1	14.5	14.9	0.32	2.16
	2	14.9	14.7	14.8	15.1	13.8	15.0	14.7	0.47	3.21
	3	14.6	14.5	15.4	15.3	13.9	13.9	14.6	0.67	4.61
	4	14.5	13.9	14.3	14.7	13.8	14.7	14.3	0.40	2.79
	5	14.8	14.8	13.9	14.6	13.5	14.9	14.4	0.58	4.02
	6	14.5	14.3	14.3	15.0	14.9	14.7	14.6	0.30	2.07

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物检测精度进行汇总，15.0µg/L 液液萃取方法的标准偏差为 0.10µg/L~1.71µg/L，相对标准偏差为 0.7%~12.0%。

表 1-8 中等浓度 (15.0 µg/L) 空白加标样品的精密度测试数据 (柱固相萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	14.5	13.9	14.3	14.7	13.8	14.7	14.3	0.40	2.79
	2	14.9	14.1	14.8	14.9	14.8	14.1	14.6	0.37	2.56



化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	3	15.0	14.8	14.3	14.5	12.2	14.4	14.2	0.99	6.99
	4	14.3	14.5	15.0	14.7	14.1	14.9	14.6	0.35	2.38
	5	13.7	13.2	15.0	15.0	15.0	13.5	14.2	0.88	6.17
	6	15.0	15.0	14.1	14.4	13.2	14.6	14.4	0.67	4.64
3-硝基酚	1	15.3	14.3	15.3	14.4	15.1	14.9	14.9	0.44	2.98
	2	15.3	14.1	15.3	14.6	14.2	14.0	14.6	0.61	4.18
	3	15.3	15.1	14.6	14.6	14.4	14.4	14.7	0.38	2.55
	4	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	13.3	14.3	0.49	3.43
	5	14.3	15.4	15.2	14.2	14.9	15.3	14.9	0.53	3.55
	6	15.3	14.0	14.2	15.4	14.2	15.1	14.7	0.65	4.44
4-硝基酚	1	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	12.7	14.2	0.73	5.17
	2	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	13.3	14.3	0.49	3.43
	3	14.7	14.3	14.7	15.2	14.5	14.1	14.6	0.39	2.65
	4	14.5	14.4	14.9	15.5	15.1	13.9	14.7	0.56	3.81
	5	15.1	14.3	15.2	15.2	15.1	14.6	14.9	0.36	2.44
	6	14.8	14.3	14.5	13.5	14.7	14.5	14.4	0.46	3.17
2,4-二硝基酚	1	14.6	13.7	13.5	14.6	14.6	14.1	14.2	0.49	3.42
	2	14.1	14.8	13.5	14.4	14.2	14.7	14.3	0.48	3.34
	3	14.6	15.0	14.0	14.8	14.8	14.4	14.6	0.38	2.59
	4	15.0	14.9	14.2	14.7	15.0	14.5	14.7	0.33	2.25
	5	15.0	15.0	14.7	15.0	14.9	14.8	14.9	0.14	0.92
	6	13.9	14.8	15.0	15.0	14.3	14.0	14.5	0.50	3.47
2,5-二硝基酚	1	14.2	14.0	14.3	14.6	14.9	12.6	14.1	0.81	5.78
	2	15.3	15.1	15.8	15.6	15.8	16.0	15.6	0.36	2.32
	3	13.7	14.9	14.9	13.0	14.7	14.6	14.3	0.78	5.47
	4	15.0	14.7	14.7	14.8	14.7	14.9	14.8	0.14	0.93
	5	13.9	14.5	13.1	14.7	14.1	14.9	14.2	0.66	4.64
	6	15.0	13.7	14.7	15.0	14.6	14.7	14.6	0.49	3.35
2,6-二硝基酚	1	15.0	13.2	13.6	14.9	13.9	15.0	14.3	0.78	5.45
	2	14.7	14.9	15.0	15.0	14.9	14.9	14.9	0.10	0.65
	3	15.5	15.3	14.9	15.2	14.7	14.9	15.1	0.29	1.92
	4	13.5	15.0	14.8	14.5	14.7	14.4	14.5	0.53	3.62
	5	12.3	14.9	14.5	14.5	15.0	14.6	14.3	1.02	7.10
	6	14.3	15.0	14.7	14.7	15.0	13.9	14.6	0.43	2.98
4-甲基-2-硝基酚	1	14.8	15.5	15.2	15.1	15.5	14.4	15.1	0.43	2.85
	2	15.3	15.4	15.4	15.5	14.9	15.3	15.3	0.22	1.42
	3	15.5	15.3	15.3	15.5	14.3	15.3	15.2	0.45	2.99
	4	13.9	15.3	14.6	15.0	15.2	15.4	14.9	0.58	3.87
	5	15.0	15.3	15.5	15.5	15.4	15.1	15.3	0.20	1.34
	6	15.4	15.5	15.2	15.2	14.6	15.5	15.2	0.34	2.22
3-甲基-4-硝基酚	1	14.5	14.8	14.5	14.5	14.8	14.6	14.6	0.17	1.13
	2	14.6	14.9	14.5	14.4	12.7	14.0	14.2	0.78	5.51
	3	14.4	14.7	13.6	14.9	13.7	14.5	14.3	0.54	3.77
	4	14.1	13.6	14.0	14.3	15.0	14.8	14.3	0.53	3.68
	5	15.0	15.0	15.0	14.9	14.8	14.7	14.9	0.12	0.81
	6	14.8	14.3	14.6	14.2	14.4	14.9	14.5	0.27	1.87
5-甲基-2-硝基酚	1	15.0	14.2	13.1	13.6	14.4	15.0	14.2	0.75	5.28
	2	14.1	14.4	15.0	15.0	13.6	14.8	14.5	0.57	3.97
	3	15.1	14.5	15.0	14.7	14.7	15.5	14.9	0.35	2.37
	4	14.7	15.3	15.4	15.0	12.4	14.8	14.6	1.10	7.57
	5	15.1	15.2	15.2	15.3	13.1	14.2	14.7	0.86	5.87

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	6	15.2	14.7	14.7	14.7	12.9	15.5	14.6	0.90	6.16
3-甲基-2-硝基酚	1	15.0	14.7	14.7	14.7	12.9	15.0	14.5	0.79	5.48
	2	13.8	14.0	13.9	13.8	14.5	14.6	14.1	0.35	2.45
	3	14.6	14.5	13.5	14.8	14.7	14.9	14.5	0.50	3.45
	4	14.9	14.6	14.5	12.5	14.4	15.0	14.3	0.91	6.36
	5	14.7	14.2	14.0	14.5	13.6	14.8	14.3	0.47	3.29
	6	14.1	14.5	14.3	14.4	14.3	14.2	14.3	0.14	0.95
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	14.3	13.9	14.0	14.5	14.7	14.0	14.2	0.31	2.18
	2	14.4	14.0	14.1	14.6	14.8	14.1	14.3	0.31	2.20
	3	15.0	14.7	14.8	15.0	15.0	14.8	14.9	0.12	0.78
	4	14.7	14.4	14.5	14.7	14.7	14.5	14.6	0.11	0.77
	5	14.6	14.3	14.4	14.6	14.6	14.4	14.5	0.11	0.76
	6	14.5	14.2	14.3	14.5	14.5	14.3	14.4	0.11	0.75
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	14.3	14.0	14.1	14.3	14.3	14.1	14.2	0.11	0.74
	2	14.7	14.4	14.5	14.7	14.7	14.5	14.6	0.11	0.76
	3	15.5	13.9	14.3	15.3	15.0	15.3	14.9	0.63	4.24
	4	14.5	13.3	14.5	14.5	14.5	14.5	14.3	0.49	3.43
	5	14.5	12.7	14.5	14.5	14.5	14.5	14.2	0.73	5.17
	6	14.5	13.9	14.5	14.5	14.5	14.5	14.4	0.24	1.70

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物检精密度进行汇总，15.0µg/L 柱固相萃取方法的标准偏差为 0.10µg/L~1.10µg/L，相对标准偏差为 0.7%~7.6%。

表 1-9 中等浓度 (15.0 µg/L) 空白加标样品的精密度测试数据 (圆盘固相萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	14.7	13.2	14.7	14.4	14.8	13.9	14.3	0.64	4.45
	2	15.0	15.0	14.9	15.0	14.9	12.3	14.5	1.09	7.51
	3	15.0	14.3	13.8	14.8	13.6	13.9	14.2	0.58	4.05
	4	15.0	14.5	15.0	15.0	14.6	13.5	14.6	0.58	3.95
	5	15.0	13.2	14.8	14.3	13.7	14.7	14.3	0.72	5.04
	6	14.9	15.0	14.3	14.3	14.3	13.4	14.4	0.56	3.88
3-硝基酚	1	15.5	15.5	15.1	13.4	14.9	14.9	14.9	0.76	5.10
	2	14.7	14.6	14.4	14.5	14.4	14.4	14.5	0.13	0.91
	3	15.0	14.7	14.7	14.9	14.8	13.4	14.6	0.58	3.99
	4	15.5	14.8	13.3	15.1	15.2	15.5	14.9	0.84	5.61
	5	14.5	14.5	13.3	14.5	14.5	14.5	14.3	0.49	3.43
	6	15.5	14.0	14.3	14.0	15.5	14.4	14.6	0.70	4.81
4-硝基酚	1	15.0	13.9	14.7	14.8	14.8	13.9	14.5	0.48	3.31
	2	15.0	15.0	13.2	15.0	14.5	15.0	14.6	0.71	4.83
	3	14.1	14.6	13.2	14.8	14.5	14.7	14.3	0.60	4.17
	4	13.9	13.2	15.0	14.8	15.0	14.5	14.4	0.72	5.01
	5	15.0	14.3	14.5	14.5	14.9	14.6	14.6	0.27	1.84
	6	14.9	14.2	14.0	14.6	14.9	14.4	14.5	0.35	2.45
2,4-二硝	1	14.9	14.2	14.0	14.6	14.9	14.4	14.5	0.35	2.45
	2	15.0	14.3	14.0	14.3	15.0	14.8	14.6	0.42	2.86

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
基酚	3	15.0	14.2	14.7	14.0	14.2	13.9	14.3	0.42	2.93
	4	14.7	15.0	13.9	14.7	14.0	14.3	14.4	0.43	3.02
	5	15.0	14.8	14.5	14.9	14.7	13.5	14.6	0.55	3.78
	6	15.0	12.5	14.7	15.0	15.0	14.8	14.5	0.98	6.78
2,5-二硝基酚	1	14.6	14.9	14.5	14.4	12.7	14.0	14.2	0.78	5.51
	2	14.4	14.7	13.6	14.9	13.7	14.5	14.3	0.54	3.77
	3	14.1	13.6	14.0	14.3	15.0	14.8	14.3	0.53	3.68
	4	15.0	15.0	15.0	14.9	14.8	14.7	14.9	0.12	0.81
	5	14.8	14.3	14.6	14.2	14.4	14.9	14.5	0.27	1.87
	6	15.0	14.2	13.1	13.6	14.4	15.0	14.2	0.75	5.28
2,6-二硝基酚	1	14.1	14.4	15.0	15.0	13.6	14.8	14.5	0.57	3.97
	2	15.1	14.5	15.0	14.7	14.7	15.5	14.9	0.35	2.37
	3	14.3	14.5	15.0	14.7	14.1	14.9	14.6	0.35	2.38
	4	13.7	13.2	15.0	15.0	15.0	13.5	14.2	0.88	6.17
	5	15.0	15.0	14.1	14.4	13.2	14.6	14.4	0.67	4.64
	6	15.3	14.3	15.3	14.4	15.1	14.9	14.9	0.44	2.98
4-甲基-2-硝基酚	1	14.3	14.3	15.0	13.6	14.8	13.9	14.3	0.51	3.57
	2	13.7	14.0	14.8	13.9	13.4	14.8	14.1	0.58	4.11
	3	15.0	13.6	14.4	13.6	13.4	14.7	14.1	0.66	4.70
	4	14.0	14.9	15.0	14.5	14.4	14.8	14.6	0.35	2.42
	5	14.3	14.5	15.0	14.7	14.1	14.9	14.6	0.35	2.38
	6	13.7	13.2	15.0	15.0	15.0	13.5	14.2	0.88	6.17
3-甲基-4-硝基酚	1	15.0	15.0	14.1	14.4	13.2	14.6	14.4	0.67	4.64
	2	15.3	14.3	15.3	14.4	15.1	14.9	14.9	0.44	2.98
	3	14.7	15.3	15.4	15.0	12.4	14.8	14.6	1.10	7.57
	4	15.1	15.2	15.2	15.3	13.1	14.2	14.7	0.86	5.87
	5	15.2	14.7	14.7	14.7	12.9	15.5	14.6	0.90	6.16
	6	15.0	14.7	14.7	14.7	12.9	15.0	14.5	0.79	5.48
5-甲基-2-硝基酚	1	13.8	14.0	13.9	13.8	14.5	14.6	14.1	0.35	2.45
	2	14.6	14.5	13.5	14.8	14.7	14.9	14.5	0.50	3.45
	3	14.9	14.6	14.5	12.5	14.4	15.0	14.3	0.91	6.36
	4	14.7	14.2	14.0	14.5	13.6	14.8	14.3	0.47	3.29
	5	14.1	14.5	14.3	14.4	14.3	14.2	14.3	0.14	0.95
	6	15.0	14.9	13.9	15.0	15.0	15.0	14.8	0.45	3.04
3-甲基-2-硝基酚	1	13.9	15.4	14.5	15.5	15.9	16.0	15.2	0.81	5.34
	2	15.3	15.7	15.1	14.2	15.7	15.8	15.3	0.62	4.06
	3	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	14.4	14.9	0.24	1.64
	4	14.1	16.0	15.8	14.4	15.5	14.9	15.1	0.76	5.04
	5	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	14.4	14.9	0.24	1.64
	6	15.0	15.0	15.0	14.9	14.8	14.7	14.9	0.12	0.81
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	15.5	15.3	15.0	15.2	13.5	15.4	15.0	0.74	4.91
	2	13.8	15.0	15.0	13.4	13.7	15.0	14.3	0.76	5.33
	3	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	13.9	14.4	0.24	1.70
	4	15.5	13.4	15.2	15.3	15.1	14.2	14.8	0.80	5.44
	5	15.5	15.0	15.3	14.8	13.9	14.8	14.9	0.55	3.66
	6	14.5	13.8	13.9	15.0	15.5	15.5	14.7	0.75	5.11
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	15.5	14.4	12.1	14.9	15.4	15.2	14.6	1.29	8.88
	2	14.5	14.5	12.7	14.5	14.5	14.5	14.2	0.73	5.17
	3	15.5	15.5	13.8	14.6	14.5	13.9	14.6	0.75	5.16
	4	14.5	14.5	13.3	14.5	14.5	14.5	14.3	0.49	3.43
	5	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	0.00	0.00

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	6	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	13.9	14.4	0.24	1.70

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物检精密度进行汇总, 15.0µg/L 柱固相萃取方法的标准偏差为 0.00µg/L~1.29µg/L, 相对标准偏差为 0.0%~8.9%。

表 1-10 高浓度 (50.0 µg/L) 空白加标样品的精密度测试数据 (液液萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	48.5	47.5	48.3	48.9	48.4	47.9	48.3	0.49	1.01
	2	50.0	48.9	48.3	48.5	49.5	49.2	49.1	0.64	1.30
	3	48.6	48.9	49.5	49.2	47.9	49.7	49.0	0.66	1.34
	4	49.5	49.3	49.7	48.5	48.7	48.7	49.1	0.50	1.02
	5	50.6	50.2	49.8	48.1	49.1	49.1	49.5	0.90	1.82
	6	48.8	49.1	49.3	48.1	50.0	50.8	49.3	0.92	1.86
3-硝基酚	1	48.2	48.4	48.5	47.9	49.3	49.5	48.6	0.63	1.30
	2	51.0	48.4	47.1	49.1	50.6	49.7	49.3	1.44	2.92
	3	49.3	49.1	50.6	47.0	50.8	50.7	49.6	1.47	2.97
	4	49.0	49.2	49.9	49.8	48.6	49.8	49.4	0.55	1.12
	5	49.1	49.0	49.2	49.7	49.7	49.2	49.3	0.31	0.63
	6	50.0	49.9	49.3	49.8	48.2	49.7	49.5	0.65	1.32
4-硝基酚	1	50.0	50.0	49.9	49.3	49.5	49.3	49.7	0.33	0.66
	2	50.0	48.7	49.4	49.7	48.7	49.9	49.4	0.56	1.13
	3	50.0	49.9	49.2	49.6	49.6	50.0	49.7	0.30	0.60
	4	47.7	49.9	48.7	48.2	49.0	50.0	48.9	0.92	1.88
	5	49.9	49.8	49.6	48.4	49.9	49.9	49.6	0.61	1.22
	6	49.9	49.5	49.5	48.5	49.8	49.9	49.5	0.54	1.08
2,4-二硝基酚	1	49.3	47.7	48.8	48.0	48.3	49.8	48.6	0.79	1.62
	2	49.4	48.6	49.0	48.8	47.5	47.2	48.4	0.87	1.79
	3	48.5	47.6	49.4	48.9	49.6	49.4	48.9	0.75	1.53
	4	47.3	49.1	49.2	50.0	48.2	47.9	48.6	0.99	2.04
	5	49.3	48.9	50.0	49.3	49.8	49.8	49.5	0.42	0.85
	6	48.1	49.5	49.1	48.7	49.9	49.9	49.2	0.69	1.40
2,5-二硝基酚	1	50.0	49.2	49.7	49.4	49.3	49.2	49.5	0.32	0.65
	2	50.0	48.9	49.8	50.0	49.6	49.4	49.6	0.43	0.87
	3	49.5	47.3	47.4	49.6	49.8	47.4	48.5	1.21	2.50
	4	49.7	48.3	48.7	47.6	48.2	49.6	48.7	0.82	1.68
	5	49.8	49.1	49.6	49.7	50.0	50.0	49.7	0.32	0.64
	6	47.9	49.5	49.6	47.9	48.0	49.0	48.7	0.83	1.70
2,6-二硝基酚	1	47.8	47.1	48.7	48.9	49.5	47.9	48.3	0.85	1.76
	2	49.9	47.8	48.4	48.5	49.3	49.4	48.9	0.78	1.59
	3	49.5	47.7	49.9	49.8	49.6	49.3	49.3	0.82	1.66
	4	48.4	49.3	49.9	49.7	49.9	49.4	49.4	0.56	1.13
	5	48.5	47.7	49.0	49.0	49.9	49.4	48.9	0.74	1.52
	6	49.5	49.8	50.0	49.5	49.6	48.6	49.5	0.46	0.94
4-甲基-2-硝基酚	1	49.9	49.5	49.8	49.8	49.3	49.7	49.7	0.21	0.43
	2	49.9	47.0	48.8	47.8	47.6	49.5	48.4	1.16	2.39
	3	47.8	49.4	49.4	50.0	49.9	49.3	49.3	0.78	1.59
	4	49.7	49.9	49.0	49.5	50.0	49.2	49.6	0.38	0.77
	5	49.4	48.9	49.4	49.6	49.7	49.5	49.4	0.28	0.56
	6	50.0	49.8	49.5	49.9	49.9	49.6	49.8	0.21	0.42
3-甲基-4-硝基酚	1	48.0	48.9	49.7	50.0	48.7	47.0	48.7	1.11	2.27
	2	49.4	49.0	47.7	49.6	48.1	47.7	48.6	0.86	1.76
	3	47.8	48.8	47.8	49.9	48.4	47.2	48.3	0.94	1.94

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
	4	49.2	49.0	49.1	49.7	49.1	49.7	49.3	0.32	0.65
	5	50.0	49.4	49.7	49.8	49.5	49.8	49.7	0.23	0.47
	6	49.9	49.8	50.0	48.7	49.2	48.0	49.2	0.78	1.59
5-甲基-2-硝基酚	1	50.0	49.0	49.0	49.5	49.8	49.7	49.5	0.41	0.83
	2	49.4	49.7	49.3	50.0	47.5	49.9	49.3	0.93	1.88
	3	50.0	50.0	49.1	49.5	49.9	49.6	49.7	0.36	0.72
	4	48.1	49.5	47.5	50.0	49.7	48.3	48.9	1.00	2.05
	5	47.2	47.3	47.1	48.2	47.3	47.9	47.5	0.44	0.93
	6	49.1	47.4	48.6	47.3	47.4	47.6	47.9	0.75	1.57
3-甲基-2-硝基酚	1	48.7	47.6	49.2	48.5	47.7	48.6	48.4	0.61	1.27
	2	49.6	48.2	49.4	49.3	47.6	47.2	48.6	1.01	2.08
	3	49.2	48.1	48.0	49.2	49.4	47.1	48.5	0.94	1.93
	4	49.3	49.8	47.9	49.9	48.1	47.5	48.8	1.06	2.18
	5	47.9	47.2	48.3	49.3	49.4	47.2	48.2	0.98	2.04
	6	49.3	49.8	49.2	49.8	47.2	48.4	48.9	1.00	2.05
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	50.0	48.3	49.0	49.3	49.4	49.9	49.3	0.61	1.24
	2	50.0	49.5	48.4	49.9	49.7	49.8	49.5	0.58	1.16
	3	47.2	49.2	49.9	48.7	49.2	48.2	48.7	0.93	1.91
	4	48.7	48.6	50.0	47.2	47.3	48.7	48.4	1.05	2.17
	5	48.2	47.5	49.3	47.8	49.7	48.2	48.5	0.85	1.75
	6	50.0	49.6	49.8	49.8	49.5	49.8	49.7	0.19	0.38
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	47.5	48.5	48.4	47.2	48.7	47.2	47.9	0.69	1.44
	2	49.6	47.4	49.0	49.3	49.2	47.9	48.7	0.87	1.78
	3	48.2	49.0	48.0	48.3	48.9	47.5	48.3	0.56	1.16
	4	49.7	48.9	48.0	47.4	47.2	49.3	48.4	1.03	2.13
	5	49.5	49.2	49.5	49.6	50.0	49.9	49.6	0.29	0.58
	6	50.0	48.7	49.5	49.6	49.0	49.3	49.4	0.45	0.91

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物检精密  
度进行汇总，50.0µg/L 液液萃取方法的标准偏差为 0.20µg/L~1.47µg/L，相对标准偏差为  
0.4%~3.0%。

表 1-11 高浓度 (50.0 µg/L) 空白加标样品的精密度测试数据 (柱固相萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	49.8	49.3	49.8	49.3	48.9	50.1	49.5	0.44	0.89
	2	50.3	49.8	49.8	49.7	49.4	49.5	49.8	0.31	0.63
	3	49.0	50.1	48.4	49.8	49.7	49.3	49.4	0.62	1.26
	4	49.5	49.2	49.3	50.3	49.3	49.7	49.5	0.40	0.81
	5	49.8	49.2	48.6	48.3	49.7	49.2	49.2	0.59	1.20
	6	47.4	49.6	48.7	49.7	48.7	49.3	48.9	0.87	1.78
3-硝基酚	1	49.3	49.3	48.6	47.3	49.7	48.6	48.8	0.86	1.77
	2	48.2	50.0	48.5	49.0	49.1	48.2	48.8	0.68	1.40
	3	48.9	47.9	50.0	47.4	47.2	50.0	48.6	1.25	2.58
	4	47.1	49.1	49.3	48.6	47.7	47.8	48.3	0.88	1.81
	5	47.7	48.8	47.5	49.8	47.8	49.7	48.6	1.01	2.08
	6	49.5	47.8	49.8	49.1	48.6	49.2	49.0	0.71	1.45
4-硝基酚	1	49.6	50.2	48.9	50.3	47.8	50.1	49.5	0.96	1.95
	2	48.5	49.7	47.6	49.6	49.8	50.0	49.2	0.93	1.90
	3	49.9	50.2	49.1	48.9	50.1	49.1	49.6	0.58	1.17
	4	49.7	49.3	50.2	49.4	49.4	48.5	49.4	0.56	1.13
	5	50.2	49.3	49.8	49.9	49.0	49.3	49.6	0.44	0.88
	6	50.3	49.6	49.9	49.8	49.5	50.2	49.9	0.31	0.62
2,4-二硝	1	50.1	49.7	50.1	49.1	47.4	50.2	49.4	1.08	2.19

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
基酚	2	50.3	49.9	49.6	49.7	48.7	50.3	49.8	0.57	1.14
	3	50.3	49.3	50.1	50.2	50.1	49.9	50.0	0.36	0.71
	4	49.2	49.6	49.7	48.1	49.5	47.2	48.9	0.99	2.04
	5	48.3	49.0	48.6	47.7	47.7	49.6	48.5	0.74	1.53
	6	48.2	49.0	50.2	47.3	47.2	48.5	48.4	1.12	2.31
2,5-二硝基酚	1	49.5	47.5	47.4	50.0	48.1	49.6	48.7	1.14	2.34
	2	48.9	49.4	48.4	47.2	47.2	49.8	48.5	1.08	2.23
	3	50.0	49.7	50.3	48.1	47.1	47.2	48.7	1.42	2.92
	4	50.3	49.7	50.3	49.9	49.8	50.2	50.0	0.25	0.51
	5	47.3	49.9	48.5	48.4	48.3	49.6	48.7	0.96	1.96
2,6-二硝基酚	1	49.9	48.1	47.1	50.1	48.4	50.0	48.9	1.22	2.49
	2	47.8	48.3	47.2	48.2	48.5	47.2	47.9	0.55	1.16
	3	47.5	47.5	47.6	48.1	47.0	47.3	47.5	0.35	0.74
	4	48.1	47.7	47.4	49.1	49.5	48.9	48.5	0.82	1.69
	5	47.7	49.1	50.0	48.3	50.2	48.2	48.9	1.04	2.12
4-甲基-2-硝基酚	1	50.3	49.5	49.4	49.9	49.3	49.1	49.6	0.43	0.87
	2	48.4	49.9	49.0	49.9	49.3	49.6	49.4	0.60	1.21
	3	49.0	49.7	50.0	50.1	49.2	49.8	49.6	0.43	0.86
	4	47.5	49.6	48.8	49.4	49.6	49.4	49.1	0.84	1.71
	5	49.9	50.2	49.6	47.5	50.3	49.5	49.5	1.03	2.08
3-甲基-4-硝基酚	1	48.6	47.6	49.9	49.4	50.0	49.6	49.2	0.94	1.90
	2	50.3	48.8	49.7	49.8	49.3	50.1	49.7	0.53	1.07
	3	49.0	49.5	49.8	49.1	49.8	49.5	49.5	0.33	0.66
	4	50.3	49.9	50.2	49.8	49.9	49.3	49.9	0.35	0.71
	5	49.3	50.0	48.7	50.1	48.9	49.4	49.4	0.56	1.14
5-甲基-2-硝基酚	1	50.2	48.8	48.2	49.0	50.0	47.7	49.0	0.98	1.99
	2	47.0	48.1	48.3	49.2	50.1	49.6	48.7	1.12	2.30
	3	47.2	50.2	49.2	48.2	49.4	47.2	48.6	1.22	2.52
	4	48.6	49.4	48.4	49.7	48.9	48.2	48.9	0.59	1.20
	5	49.0	48.7	47.7	48.6	50.0	47.3	48.5	0.96	1.97
3-甲基-2-硝基酚	1	49.6	49.6	48.5	47.6	48.4	47.1	48.5	1.05	2.16
	2	48.3	48.4	47.9	48.5	48.5	47.2	48.1	0.52	1.09
	3	49.5	49.6	49.0	47.6	49.0	47.9	48.8	0.83	1.70
	4	48.0	47.8	49.0	47.5	49.5	49.9	48.6	0.98	2.01
	5	48.7	47.6	48.3	47.3	47.9	50.0	48.3	0.98	2.02
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	49.3	49.8	49.6	48.1	49.7	50.1	49.4	0.71	1.44
	2	49.4	50.1	49.8	49.2	49.3	50.0	49.6	0.38	0.77
	3	48.4	49.8	49.3	48.3	49.6	49.2	49.1	0.61	1.23
	4	50.3	50.2	49.4	50.0	49.3	49.6	49.8	0.42	0.84
	5	48.9	49.3	50.2	49.6	49.6	49.7	49.5	0.44	0.88
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	49.9	47.6	48.1	47.5	48.0	49.2	48.4	0.94	1.94
	2	47.4	48.4	49.3	49.2	47.9	49.4	48.6	0.82	1.68
	3	48.2	49.3	47.4	48.3	49.7	47.4	48.4	0.96	1.98
	4	49.3	50.0	48.0	48.4	47.8	49.9	48.9	0.97	1.99
	5	49.1	47.8	47.4	48.5	48.3	48.2	48.2	0.61	1.26
6	47.8	47.4	48.6	49.8	47.9	49.0	48.4	0.91	1.87	

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物检测精度进行汇总，50.0µg/L 柱固相萃取方法的标准偏差为 0.30µg/L~1.42µg/L，相对标准偏差为 0.5%~2.9%。

表 1-12 高浓度 (50.0  $\mu\text{g/L}$ ) 空白加标样品的精密度测试数据 (圆盘固相萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	48.1	47.7	47.4	49.1	49.5	48.9	48.5	0.82	1.69
	2	47.7	49.1	50.0	48.3	50.2	48.2	48.9	1.04	2.12
	3	48.1	47.6	49.4	50.0	50.3	49.3	49.1	1.07	2.18
	4	50.3	49.5	49.4	49.9	49.3	49.1	49.6	0.43	0.87
	5	48.4	49.9	49.0	49.9	49.3	49.6	49.4	0.60	1.21
	6	49.0	49.7	50.0	50.1	49.2	49.8	49.6	0.43	0.86
3-硝基酚	1	47.5	49.6	48.8	49.4	49.6	49.4	49.1	0.84	1.71
	2	49.9	50.2	49.6	47.5	50.3	49.5	49.5	1.03	2.08
	3	49.9	50.2	49.6	47.5	50.3	49.5	49.5	1.03	2.08
	4	48.6	47.6	49.9	49.4	50.0	49.6	49.2	0.94	1.90
	5	49.1	47.4	48.6	47.3	47.4	47.6	47.9	0.75	1.57
	6	48.7	47.6	49.2	48.5	47.7	48.6	48.4	0.61	1.27
4-硝基酚	1	49.6	48.2	49.4	49.3	47.6	47.2	48.6	1.01	2.08
	2	49.2	48.1	48.0	49.2	49.4	47.1	48.5	0.94	1.93
	3	49.3	49.8	47.9	49.9	48.1	47.5	48.8	1.06	2.18
	4	47.9	47.2	48.3	49.3	49.4	47.2	48.2	0.98	2.04
	5	49.3	49.8	49.2	49.8	47.2	48.4	48.9	1.00	2.05
	6	48.1	49.5	49.1	48.7	49.9	49.9	49.2	0.69	1.40
2,4-二硝基酚	1	50.0	49.2	49.7	49.4	49.3	49.2	49.5	0.32	0.65
	2	50.0	48.9	49.8	50.0	49.6	49.4	49.6	0.43	0.87
	3	49.5	47.3	47.4	49.6	49.8	47.4	48.5	1.21	2.50
	4	49.7	48.3	48.7	47.6	48.2	49.6	48.7	0.82	1.68
	5	49.8	49.1	49.6	49.7	50.0	50.0	49.7	0.32	0.64
	6	47.9	49.5	49.6	47.9	48.0	49.0	48.7	0.83	1.70
2,5-二硝基酚	1	47.8	47.1	48.7	48.9	49.5	47.9	48.3	0.85	1.76
	2	49.9	47.8	48.4	48.5	49.3	49.4	48.9	0.78	1.59
	3	49.5	47.7	49.9	49.8	49.6	49.3	49.3	0.82	1.66
	4	48.4	49.3	49.9	49.7	49.9	49.4	49.4	0.56	1.13
	5	48.5	47.7	49.0	49.0	49.9	49.4	48.9	0.74	1.52
	6	49.5	49.8	50.0	49.5	49.6	48.6	49.5	0.46	0.94
2,6-二硝基酚	1	49.9	49.5	49.8	49.8	49.3	49.7	49.7	0.21	0.43
	2	47.2	50.2	49.2	48.2	49.4	47.2	48.6	1.22	2.52
	3	48.6	49.4	48.4	49.7	48.9	48.2	48.9	0.59	1.20
	4	49.0	48.7	47.7	48.6	50.0	47.3	48.5	0.96	1.97
	5	47.0	48.8	48.9	48.9	48.3	48.1	48.3	0.71	1.47
	6	49.6	49.6	48.5	47.6	48.4	47.1	48.5	1.05	2.16
4-甲基-2-硝基酚	1	48.3	48.4	47.9	48.5	48.5	47.2	48.1	0.52	1.09
	2	49.5	49.6	49.0	47.6	49.0	47.9	48.8	0.83	1.70
	3	48.0	47.8	49.0	47.5	49.5	49.9	48.6	0.98	2.01
	4	48.7	47.6	48.3	47.3	47.9	50.0	48.3	0.98	2.02
	5	49.9	49.4	47.1	47.4	47.6	48.0	48.2	1.12	2.33
	6	49.3	49.8	49.6	48.1	49.7	50.1	49.4	0.71	1.44
3-甲基-4-硝基酚	1	49.4	50.1	49.8	49.2	49.3	50.0	49.6	0.38	0.77
	2	48.4	49.8	49.3	48.3	49.6	49.2	49.1	0.61	1.23
	3	50.3	50.2	49.4	50.0	49.3	49.6	49.8	0.42	0.84
	4	49.5	49.2	49.3	50.3	49.3	49.7	49.5	0.40	0.81
	5	49.8	49.2	48.6	48.3	49.7	49.2	49.2	0.59	1.20
	6	47.4	49.6	48.7	49.7	48.7	49.3	48.9	0.87	1.78
5-甲基-2-硝基酚	1	49.3	49.3	48.6	47.3	49.7	48.6	48.8	0.86	1.77
	2	48.2	50.0	48.5	49.0	49.1	48.2	48.8	0.68	1.40
	3	48.9	47.9	50.0	47.4	47.2	50.0	48.6	1.25	2.58
	4	47.1	49.1	49.3	48.6	47.7	47.8	48.3	0.88	1.81
	5	47.7	48.8	47.5	49.8	47.8	49.7	48.6	1.01	2.08
	6	49.5	47.8	49.8	49.1	48.6	49.2	49.0	0.71	1.45
3-甲基-2-硝基酚	1	48.2	49.0	50.2	47.3	47.2	48.5	48.4	1.12	2.31
	2	49.5	47.5	47.4	50.0	48.1	49.6	48.7	1.14	2.34

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准偏差 Si	相对标准偏差 (%)
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
硝基酚	3	48.9	49.4	48.4	47.2	47.2	49.8	48.5	1.08	2.23
	4	50.0	49.7	50.3	48.1	47.1	47.2	48.7	1.42	2.92
	5	50.3	49.7	50.3	49.9	49.8	50.2	50.0	0.25	0.51
	6	47.3	49.9	48.5	48.4	48.3	49.6	48.7	0.96	1.96
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	49.5	48.9	47.7	48.7	48.3	49.0	48.7	0.62	1.27
	2	48.2	49.6	49.5	47.7	47.7	48.2	48.5	0.88	1.81
	3	49.7	47.6	50.4	48.9	48.0	49.2	49.0	1.06	2.16
	4	48.2	48.1	48.1	49.3	48.3	48.8	48.5	0.49	1.02
	5	48.2	48.1	48.1	49.3	48.3	48.8	48.5	0.49	1.02
	6	48.8	49.8	48.6	49.2	48.9	50.3	49.3	0.66	1.35
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	50.0	50.4	50.4	49.0	48.4	49.7	49.7	0.79	1.59
	2	49.3	48.1	49.9	49.7	49.9	48.7	49.3	0.73	1.49
	3	50.2	48.7	50.4	49.0	50.5	50.5	49.9	0.80	1.60
	4	50.5	49.9	50.2	50.3	50.3	50.0	50.2	0.23	0.46
	5	50.5	49.6	50.5	49.1	50.3	49.5	49.9	0.60	1.20
	6	50.3	50.1	49.6	49.4	50.4	48.3	49.7	0.80	1.60

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物检测精度进行汇总, 50.0µg/L 圆盘固相萃取方法的标准偏差为 0.20µg/L~1.42µg/L, 相对标准偏差为 0.4%~2.9%。

#### 1.4 方法准确度测试原始数据

下表为 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物准确度数据进行汇总, 其结果见附表 1-13~1-29。

表 1-13 低浓度空白加标样品的准确度测试数据(液液萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓度 (µg/L)	相对误差 $R\bar{E}_{\%}$
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	4.4	4.6	4.7	4.3	4.3	4.7	4.5	5.00	-10.0
	2	4.3	4.1	4.7	4.5	4.2	4.1	4.3	5.00	-13.7
	3	4.4	4.8	4.5	4.7	4.2	4.5	4.5	5.00	-9.7
	4	4.6	4.1	4.3	4.2	4.1	3.8	4.2	5.00	-16.3
	5	5.2	4.5	4.3	4.7	4.5	4.8	4.7	5.00	-6.8
	6	5.0	4.3	4.4	4.3	4.3	4.1	4.4	5.00	-12.2
3-硝基酚	1	5.1	5.0	4.6	4.3	4.4	4.2	4.6	5.00	-8.0
	2	4.9	4.3	4.6	4.2	4.6	4.9	4.6	5.00	-8.3
	3	5.4	4.8	4.5	5.4	4.7	4.5	4.9	5.00	-2.5
	4	5.5	5.2	5.2	4.5	4.3	5.1	5.0	5.00	-0.6
	5	5.1	4.8	4.3	4.3	4.7	4.5	4.6	5.00	-7.7
	6	5.1	4.8	4.6	4.3	4.4	4.7	4.6	5.00	-7.1
4-硝基酚	1	5.4	5.1	4.3	4.3	4.3	4.7	4.7	5.00	-6.3
	2	5.2	4.9	4.6	4.3	4.5	4.6	4.7	5.00	-6.4
	3	4.6	4.4	4.0	4.3	4.1	4.2	4.3	5.00	-14.6
	4	5.4	5.1	4.8	4.9	4.4	4.5	4.9	5.00	-2.9
	5	4.6	4.4	4.6	4.3	3.7	3.9	4.3	5.00	-14.9
	6	5.4	4.5	4.4	4.9	5.4	5.1	4.9	5.00	-1.1
2,4-二	1	5.4	4.6	5.1	5.0	4.9	4.7	4.9	5.00	-1.0



硝基酚	2	4.7	4.5	4.5	4.3	4.4	4.2	4.4	5.00	-11.3
	3	5.1	4.7	4.5	4.6	4.3	4.4	4.6	5.00	-8.1
	4	4.3	4.3	4.3	3.9	4.5	4.2	4.2	5.00	-15.2
	5	4.8	4.7	4.6	4.4	4.9	4.5	4.6	5.00	-7.2
	6	5.4	4.3	5.1	4.9	4.3	4.1	4.7	5.00	-6.1
2,5-二硝基酚	1	5.1	4.9	5.0	4.6	4.3	4.5	4.7	5.00	-5.3
	2	5.0	4.2	4.9	4.5	4.3	4.6	4.6	5.00	-8.4
	3	4.2	4.4	4.2	3.8	4.3	3.9	4.1	5.00	-17.5
	4	4.6	4.6	4.5	4.2	4.9	4.6	4.6	5.00	-8.7
	5	4.3	4.5	4.1	3.8	4.3	3.5	4.1	5.00	-18.3
	6	5.0	4.5	4.7	4.5	4.4	4.6	4.6	5.00	-7.6
2,6-二硝基酚	1	4.4	4.8	4.7	4.6	4.7	4.9	4.7	5.00	-6.3
	2	4.6	4.2	4.6	4.3	4.0	4.3	4.3	5.00	-13.1
	3	4.7	4.3	4.9	4.7	4.9	4.3	4.6	5.00	-7.1
	4	5.1	4.6	4.3	4.3	4.3	4.5	4.5	5.00	-9.7
	5	4.8	4.4	4.6	4.3	4.7	4.4	4.5	5.00	-9.0
	6	5.1	4.6	4.8	4.3	4.3	5.1	4.7	5.00	-5.9
4-甲基-2-硝基酚	1	5.6	4.3	4.7	4.4	5.3	4.7	4.8	5.00	-3.2
	2	5.5	5.2	4.6	5.0	5.2	4.5	5.0	5.00	0.3
	3	5.7	5.4	5.7	5.1	4.9	4.7	5.3	5.00	5.2
	4	5.8	5.4	4.2	5.3	5.5	4.9	5.2	5.00	3.8
	5	5.4	5.1	4.6	4.3	4.7	4.5	4.8	5.00	-4.7
	6	5.1	4.8	4.3	4.1	4.2	4.3	4.5	5.00	-10.7
3-甲基-4-硝基酚	1	5.0	4.7	4.4	4.3	4.7	4.2	4.5	5.00	-9.1
	2	5.4	5.3	5.1	5.3	4.9	5.4	5.2	5.00	4.6
	3	4.7	4.3	4.5	4.3	5.1	4.2	4.5	5.00	-9.6
	4	5.0	5.0	4.3	4.3	4.5	4.5	4.6	5.00	-8.2
	5	5.0	4.5	4.6	4.9	4.2	4.1	4.5	5.00	-9.1
	6	4.8	4.6	4.9	4.8	4.3	4.1	4.6	5.00	-8.1
5-甲基-2-硝基酚	1	4.8	4.6	4.7	4.4	4.6	4.7	4.6	5.00	-7.1
	2	5.0	4.4	4.6	4.3	4.3	4.3	4.5	5.00	-10.5
	3	4.6	4.6	4.5	4.4	4.9	4.6	4.6	5.00	-8.0
	4	4.7	5.2	4.3	4.3	4.2	4.4	4.5	5.00	-9.5
	5	5.4	4.9	4.3	3.9	4.9	5.4	4.8	5.00	-4.1
	6	5.1	4.9	4.1	5.0	4.4	4.8	4.7	5.00	-5.6
3-甲基-2-硝基酚	1	5.1	5.0	4.7	4.4	3.4	4.8	4.6	5.00	-8.9
	2	5.2	4.8	4.5	4.4	4.1	4.5	4.6	5.00	-8.4
	3	5.0	4.9	4.2	5.1	4.4	4.1	4.6	5.00	-7.8
	4	5.1	5.1	4.1	4.9	5.0	3.7	4.7	5.00	-6.9
	5	5.3	5.2	4.6	3.9	4.2	4.3	4.6	5.00	-8.3
	6	5.4	4.8	4.4	4.3	4.2	4.7	4.6	5.00	-7.4
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	5.0	4.9	4.6	4.3	4.6	4.0	4.6	5.00	-8.9
	2	5.1	4.8	4.1	3.9	4.1	4.3	4.4	5.00	-12.4
	3	5.0	4.2	4.9	4.9	4.9	3.9	4.6	5.00	-7.3
	4	5.4	4.1	4.9	4.3	4.1	4.2	4.5	5.00	-10.1
	5	4.8	4.9	4.8	4.6	4.3	4.2	4.6	5.00	-7.8
	6	5.0	4.3	4.2	4.4	4.9	4.2	4.5	5.00	-10.1
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	5.2	4.1	4.3	4.1	5.2	4.1	4.5	5.00	-10.3
	2	5.4	4.4	4.3	4.7	4.2	4.9	4.6	5.00	-7.0
	3	4.6	4.3	4.1	4.9	4.6	4.6	4.5	5.00	-9.6
	4	4.7	3.9	4.3	4.2	4.4	4.7	4.4	5.00	-12.5
	5	4.9	4.6	4.6	4.3	4.4	4.1	4.5	5.00	-10.3
	6	4.8	4.6	4.3	4.1	4.9	4.1	4.5	5.00	-10.7

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物空白加标数据进行汇总，加标 5.0 $\mu\text{g/L}$ ，液液萃取方法的相对误差为-18.3%~5.2%。

表 1-14 低浓度空白加标样品的准确度测试数据(柱固相萃取)

化合物名称	实验室	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	标准物质浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	相对误差 $RE_i$
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			

	号									(%)
2-硝基酚	1	5.0	4.9	4.2	5.1	4.4	4.1	4.6	5.00	-7.8
	2	5.1	4.5	4.1	4.9	5.0	3.7	4.5	5.00	-9.0
	3	4.6	4.8	4.6	3.9	4.2	4.3	4.4	5.00	-11.9
	4	5.0	4.3	4.4	4.3	4.2	4.7	4.5	5.00	-10.7
	5	4.4	4.8	4.6	4.3	4.6	4.0	4.4	5.00	-11.0
	6	5.0	5.2	4.1	3.9	4.1	4.3	4.4	5.00	-11.4
3-硝基酚	1	5.4	4.2	5.4	4.9	5.4	3.9	4.9	5.00	-2.9
	2	5.0	4.1	4.9	4.3	4.1	4.1	4.4	5.00	-11.9
	3	5.0	4.9	4.6	3.9	4.2	4.3	4.5	5.00	-10.5
	4	5.1	5.1	4.4	4.3	4.2	4.7	4.6	5.00	-7.5
	5	5.3	5.0	4.6	4.3	4.6	4.0	4.6	5.00	-7.4
	6	5.2	4.9	4.1	4.8	4.1	4.3	4.6	5.00	-8.8
4-硝基酚	1	5.0	4.8	4.0	4.7	4.0	4.2	4.4	5.00	-11.4
	2	4.9	4.6	3.9	4.5	4.9	4.1	4.5	5.00	-10.6
	3	4.7	4.5	3.8	4.4	4.8	3.9	4.3	5.00	-13.2
	4	4.6	4.4	3.6	4.3	4.6	3.8	4.2	5.00	-15.7
	5	3.7	4.3	4.6	3.5	4.5	3.1	4.0	5.00	-21.0
	6	4.4	4.2	4.5	3.4	4.4	4.3	4.2	5.00	-16.4
2,4-二硝基酚	1	4.8	4.1	4.2	4.5	4.4	4.1	4.4	5.00	-13.0
	2	4.3	4.2	4.6	5.2	5.2	5.5	4.8	5.00	-3.4
	3	4.8	4.0	4.2	4.7	4.7	5.2	4.6	5.00	-7.9
	4	4.4	4.6	4.7	4.3	4.3	4.7	4.5	5.00	-10.0
	5	4.3	4.1	4.7	4.5	4.2	4.1	4.3	5.00	-13.7
	6	4.4	4.8	4.5	4.7	4.2	4.5	4.5	5.00	-9.7
2,5-二硝基酚	1	5.1	4.8	4.3	4.3	4.7	4.5	4.6	5.00	-7.7
	2	4.7	4.5	4.6	4.3	4.1	4.7	4.5	5.00	-10.2
	3	5.0	4.7	4.3	4.3	4.3	4.7	4.5	5.00	-9.1
	4	5.3	5.0	4.6	4.3	4.6	4.6	4.7	5.00	-5.3
	5	5.4	5.1	4.6	4.3	4.8	4.2	4.7	5.00	-5.3
	6	5.1	4.8	4.8	4.9	4.3	4.5	4.7	5.00	-5.4
2,6-二硝基酚	1	5.3	5.0	5.3	4.3	4.3	3.9	4.7	5.00	-6.4
	2	5.2	4.9	5.1	4.2	4.2	3.8	4.6	5.00	-8.8
	3	5.1	5.2	4.6	3.4	4.5	3.1	4.3	5.00	-8.6
	4	5.0	5.6	4.5	3.3	4.4	4.3	4.5	5.00	-7.1
	5	4.9	5.9	4.6	4.3	4.7	4.6	4.8	5.00	-3.5
	6	4.8	5.2	4.6	4.3	4.8	4.2	4.6	5.00	-7.1
4-甲基-2-硝基酚	1	4.2	4.5	4.8	4.9	4.3	4.5	4.5	5.00	-9.3
	2	4.3	4.6	4.2	4.1	4.6	4.5	4.4	5.00	-12.3
	3	4.6	4.4	4.7	4.2	4.7	4.4	4.5	5.00	-10.0
	4	5.2	5.1	4.8	4.4	4.5	4.6	4.8	5.00	-4.7
	5	5.0	4.2	4.9	4.9	4.9	3.9	4.6	5.00	-7.3
	6	5.2	4.1	4.9	4.3	4.1	4.2	4.5	5.00	-10.9
3-甲基-4-硝基酚	1	5.0	4.9	4.9	4.6	4.3	4.3	4.7	5.00	-6.7
	2	5.0	4.3	4.2	4.4	4.9	4.2	4.5	5.00	-10.1
	3	4.6	4.1	4.3	4.1	4.6	4.1	4.3	5.00	-13.9
	4	4.7	4.4	4.3	4.7	4.2	4.9	4.5	5.00	-9.2
	5	4.4	4.3	4.1	4.9	4.4	4.6	4.4	5.00	-11.1
	6	5.1	3.9	4.3	4.2	4.4	5.0	4.5	5.00	-10.3
5-甲基-2-硝基酚	1	4.9	4.6	4.6	4.3	4.0	4.1	4.4	5.00	-11.7
	2	4.8	4.6	4.3	4.1	4.9	4.1	4.5	5.00	-10.7
	3	4.7	4.5	4.2	4.0	4.4	4.7	4.4	5.00	-12.1
	4	4.4	4.7	4.4	4.5	4.6	4.7	4.6	5.00	-9.0
	5	4.3	4.4	4.7	4.5	4.6	4.2	4.5	5.00	-11.0
	6	4.1	4.3	4.6	4.3	4.4	4.7	4.4	5.00	-12.0
3-甲基-2-硝基酚	1	4.5	4.6	4.3	4.2	4.4	4.5	4.4	5.00	-11.7
	2	4.1	4.3	4.4	4.7	3.9	4.0	4.2	5.00	-15.3
	3	4.3	4.9	4.5	4.6	5.3	5.5	4.9	5.00	-3.0
	4	4.4	4.7	4.4	4.5	4.6	4.4	4.5	5.00	-10.0
	5	4.3	4.3	4.2	4.4	4.3	4.2	4.3	5.00	-14.4
	6	4.5	4.4	4.7	4.3	4.7	4.6	4.5	5.00	-9.3
6-甲基	1	4.2	4.8	4.6	4.4	4.7	4.9	4.6	5.00	-8.0
	2	4.3	4.2	4.4	4.3	4.3	4.4	4.3	5.00	-13.8

-2,4-二硝基酚	3	4.4	4.4	4.5	4.2	4.4	4.1	4.3	5.00	-13.4
	4	3.8	4.1	3.8	4.2	4.3	3.9	4.0	5.00	-19.7
	5	5.4	4.3	4.6	4.4	5.4	4.2	4.7	5.00	-5.8
	6	5.0	4.1	4.3	4.1	4.9	4.1	4.4	5.00	-11.7
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	5.1	4.4	4.3	4.7	4.2	4.9	4.6	5.00	-8.1
	2	4.7	4.3	4.1	4.9	4.7	4.6	4.6	5.00	-8.9
	3	5.3	4.9	4.3	4.6	4.4	5.3	4.8	5.00	-4.2
	4	4.5	4.4	4.6	4.4	4.3	4.2	4.4	5.00	-12.0
	5	5.0	4.4	4.7	4.3	4.8	4.9	4.7	5.00	-6.3
	6	4.9	4.1	4.5	5.2	4.4	5.5	4.8	5.00	-4.7

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物空白加标数据进行汇总，加标 5.0 $\mu\text{g/L}$ ，柱萃取方法的相对误差为-21.0%~-2.9%。

表 1-15 低浓度空白加标样品的准确度测试数据(圆盘固相萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	标准物质浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	相对误差 $RE_i(\%)$
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	5.0	4.5	4.6	4.3	4.3	4.3	4.5	5.00	-10.0
	2	5.1	4.6	4.9	5.0	4.9	4.3	4.8	5.00	-3.9
	3	5.2	4.7	4.3	4.3	4.3	4.5	4.6	5.00	-9.0
	4	5.1	4.6	4.8	4.3	4.7	4.4	4.7	5.00	-6.9
	5	5.3	4.8	5.0	4.3	4.3	5.1	4.8	5.00	-3.8
	6	5.1	4.3	4.7	4.4	4.8	4.7	4.7	5.00	-6.7
3-硝基酚	1	4.7	4.5	4.6	5.0	4.5	4.5	4.6	5.00	-7.2
	2	5.4	5.1	5.4	5.1	4.9	4.7	5.1	5.00	2.0
	3	5.0	5.4	4.2	5.3	5.5	4.9	5.0	5.00	0.8
	4	4.6	5.1	4.6	4.3	4.0	4.5	4.5	5.00	-9.6
	5	4.5	5.2	4.6	4.3	4.8	4.2	4.6	5.00	-7.9
	6	4.2	4.5	4.8	4.9	4.3	4.5	4.5	5.00	-9.3
4-硝基酚	1	4.3	4.6	4.2	4.1	4.6	4.5	4.4	5.00	-12.3
	2	4.6	4.4	4.7	4.2	4.7	4.4	4.5	5.00	-10.0
	3	5.2	5.1	4.8	4.4	4.5	4.6	4.8	5.00	-4.7
	4	4.5	4.2	4.5	4.9	4.5	3.9	4.4	5.00	-11.7
	5	4.8	4.1	4.9	4.3	4.1	4.2	4.4	5.00	-12.0
	6	5.7	4.9	5.7	4.6	4.3	5.0	5.0	5.00	0.7
2,4-二硝基酚	1	5.3	4.3	5.7	5.9	5.3	5.8	5.4	5.00	7.6
	2	5.4	4.1	4.3	4.1	5.4	4.1	4.6	5.00	-8.8
	3	5.3	4.4	4.3	4.7	4.2	4.9	4.6	5.00	-7.3
	4	4.5	4.7	4.2	5.1	4.4	4.1	4.5	5.00	-10.0
	5	4.8	5.0	4.1	4.9	4.8	3.7	4.6	5.00	-8.7
	6	5.2	5.4	4.6	3.9	4.2	4.3	4.6	5.00	-7.9
2,5-二硝基酚	1	5.6	4.5	4.4	4.3	4.2	4.7	4.6	5.00	-7.8
	2	4.6	4.9	4.6	4.3	4.6	4.0	4.5	5.00	-10.0
	3	5.1	4.7	4.1	3.9	4.1	4.3	4.4	5.00	-12.8
	4	4.8	4.2	4.8	4.9	4.8	3.9	4.6	5.00	-8.4
	5	4.7	4.1	4.9	4.3	4.1	4.2	4.4	5.00	-12.3
	6	5.1	4.9	5.0	4.6	4.3	4.4	4.7	5.00	-5.7
2,6-二硝基酚	1	5.1	4.3	4.2	4.4	5.0	4.2	4.5	5.00	-9.3
	2	5.3	4.1	4.9	4.3	4.1	4.1	4.5	5.00	-10.8
	3	4.5	5.2	4.6	3.9	4.2	4.3	4.5	5.00	-10.9
	4	5.4	4.7	4.4	4.3	4.2	4.7	4.6	5.00	-7.8
	5	4.8	4.9	4.6	4.3	4.6	4.0	4.5	5.00	-9.2
	6	5.1	4.9	4.1	4.8	4.1	4.3	4.5	5.00	-9.1
4-甲基-2-硝基酚	1	4.9	4.8	4.0	4.7	5.3	5.2	4.8	5.00	-4.0
	2	4.8	4.6	4.9	4.5	4.9	5.5	4.9	5.00	-2.6
	3	4.6	4.5	4.8	4.4	4.8	5.3	4.7	5.00	-5.5
	4	4.2	4.5	4.8	4.9	4.3	4.5	4.5	5.00	-9.3
	5	5.3	4.6	5.3	5.4	4.6	4.5	5.0	5.00	-1.0
	6	4.6	4.4	4.7	4.2	4.7	4.4	4.5	5.00	-10.0

3-甲基-4-硝基酚	1	5.2	5.1	4.8	4.4	4.5	4.6	4.8	5.00	-4.7
	2	4.6	4.2	4.6	4.9	4.6	3.9	4.5	5.00	-10.6
	3	5.0	4.1	4.9	4.3	4.1	4.2	4.4	5.00	-11.6
	4	5.4	4.9	5.4	4.6	4.3	4.7	4.9	5.00	-2.5
	5	4.6	4.3	4.2	4.4	4.6	4.2	4.4	5.00	-12.3
	6	5.1	4.1	4.3	4.1	5.0	4.1	4.5	5.00	-11.0
5-甲基-2-硝基酚	1	5.1	4.4	4.3	4.7	4.2	4.9	4.6	5.00	-8.1
	2	5.4	4.3	4.1	4.9	5.4	4.6	4.8	5.00	-4.5
	3	4.6	3.9	4.3	4.2	4.4	4.6	4.3	5.00	-13.3
	4	5.0	4.7	4.6	4.3	4.3	4.6	4.6	5.00	-8.5
	5	4.5	4.3	4.0	4.3	4.1	4.2	4.2	5.00	-15.3
	6	4.6	4.4	4.8	4.9	3.7	4.5	4.5	5.00	-10.3
3-甲基-2-硝基酚	1	5.4	5.1	5.4	4.3	4.4	3.9	4.7	5.00	-5.0
	2	5.1	4.5	4.4	4.9	5.0	5.1	4.8	5.00	-3.3
	3	5.4	4.6	5.1	5.0	4.9	4.7	4.9	5.00	-1.0
	4	4.7	4.5	4.5	4.3	4.4	4.2	4.4	5.00	-11.3
	5	5.1	4.7	4.5	4.6	4.3	4.4	4.6	5.00	-8.1
	6	4.3	4.3	4.3	3.9	4.5	4.2	4.2	5.00	-15.2
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	4.7	4.2	4.7	4.9	4.7	3.9	4.5	5.00	-9.5
	2	5.0	4.1	4.9	4.3	4.1	4.1	4.4	5.00	-11.9
	3	5.1	4.5	4.6	3.9	4.2	4.3	4.4	5.00	-11.5
	4	4.6	4.7	4.4	4.3	4.2	4.7	4.5	5.00	-10.4
	5	4.8	4.8	4.6	4.3	4.6	4.0	4.5	5.00	-9.6
	6	5.0	4.9	4.1	4.8	4.1	4.3	4.5	5.00	-9.5
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	4.8	4.8	4.0	4.7	4.0	4.2	4.4	5.00	-12.1
	2	4.7	4.6	3.9	4.5	4.9	4.1	4.4	5.00	-11.2
	3	4.5	4.5	3.8	4.4	4.8	3.9	4.3	5.00	-13.8
	4	4.4	4.4	3.6	4.3	4.6	3.8	4.2	5.00	-16.3
	5	3.6	4.3	4.6	4.5	4.5	3.1	4.1	5.00	-18.1
	6	4.4	4.2	4.5	4.4	4.4	4.3	4.3	5.00	-13.1

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物空白加标数据进行汇总，加标 5.0 $\mu\text{g/L}$ ，圆盘萃取方法的相对误差为-18.1%~7.6%。

表 1-16 中等浓度空白加标样品的准确度测试数据(液液萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	标准物质浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	相对误差 ( $R\%$ )
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	13.7	15.0	14.4	14.3	14.8	13.0	14.2	15.0	-5.3
	2	14.8	14.7	14.6	14.9	14.8	13.8	14.6	15.0	-2.7
	3	15.0	13.5	14.9	13.6	14.9	13.9	14.3	15.0	-4.7
	4	14.3	14.8	14.0	14.9	14.1	13.8	14.3	15.0	-4.6
	5	15.0	14.1	14.7	14.3	14.7	14.7	14.6	15.0	-2.8
	6	14.6	14.0	14.2	14.4	13.9	14.8	14.3	15.0	-4.6
3-硝基酚	1	14.3	14.9	14.1	14.7	15.0	12.3	14.2	15.0	-5.2
	2	14.6	14.1	14.3	14.8	14.9	14.9	14.6	15.0	-2.7
	3	14.6	14.0	14.1	14.7	14.8	14.8	14.5	15.0	-3.3
	4	15.0	15.0	13.9	13.7	15.0	15.0	14.6	15.0	-2.7
	5	15.0	15.0	14.6	14.5	14.8	14.9	14.8	15.0	-1.3
	6	14.8	15.0	14.6	14.9	14.1	13.7	14.5	15.0	-3.2
4-硝基酚	1	14.8	15.0	14.6	14.9	14.1	13.7	14.5	15.0	-3.4
	2	14.6	14.3	14.9	13.8	13.5	14.8	14.3	15.0	-4.7
	3	13.8	15.0	13.7	14.9	14.4	14.0	14.3	15.0	-4.7
	4	13.7	14.9	15.0	14.7	14.5	14.1	14.5	15.0	-3.4
	5	14.7	14.7	14.6	13.4	15.0	12.8	14.2	15.0	-5.4
	6	14.6	15.0	14.9	13.9	14.1	13.3	14.3	15.0	-4.7
2,4-二	1	13.8	15.0	13.7	14.9	14.4	14.0	14.3	15.0	-4.7

硝基酚	2	14.7	15.0	13.8	14.6	14.6	14.3	14.5	15.0	-3.3
	3	15.0	14.9	15.0	14.9	14.7	15.0	14.9	15.0	-0.7
	4	15.0	14.9	14.2	14.3	13.9	14.6	14.5	15.0	-3.3
	5	14.8	15.0	15.0	14.6	14.6	14.8	14.8	15.0	-1.3
	6	14.5	14.2	15.0	14.5	14.6	14.8	14.6	15.0	-2.7
2,5-二硝基酚	1	14.7	14.6	14.7	14.5	13.9	14.7	14.5	15.0	-3.3
	2	15.0	14.5	14.5	14.6	14.2	14.8	14.6	15.0	-2.7
	3	15.0	14.9	13.9	15.0	15.0	15.0	14.8	15.0	-1.4
	4	13.9	15.4	14.5	15.5	15.9	16.0	15.2	15.0	1.3
	5	15.3	15.7	15.1	14.2	15.7	15.8	15.3	15.0	2.0
	6	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	14.4	14.9	15.0	-0.7
2,6-二硝基酚	1	14.1	16.0	15.8	14.4	15.5	14.9	15.1	15.0	0.7
	2	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	14.4	14.9	15.0	-0.7
	3	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	13.8	14.8	15.0	-1.3
	4	15.7	15.6	14.2	15.1	15.6	15.5	15.3	15.0	1.9
	5	14.9	14.1	14.7	15.5	16.0	15.5	15.1	15.0	0.7
	6	16.0	15.6	14.9	14.5	15.3	15.4	15.3	15.0	2.0
4-甲基-2-硝基酚	1	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	13.3	14.3	15.0	-4.7
	2	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	12.0	14.5	15.0	-3.3
	3	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	10.8	14.3	15.0	-4.7
	4	15.9	13.7	15.6	14.6	15.7	15.7	15.2	15.0	1.3
	5	15.2	13.6	14.8	15.1	15.2	15.5	14.9	15.0	-0.7
	6	14.7	15.5	14.5	14.3	14.0	14.6	14.6	15.0	-2.7
3-甲基-4-硝基酚	1	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	13.3	14.3	15.0	-4.7
	2	14.4	14.2	15.0	14.8	14.8	13.9	14.5	15.0	-3.3
	3	14.7	11.7	14.4	15.0	15.0	15.0	14.3	15.0	-4.7
	4	14.1	13.5	14.8	14.8	15.0	14.8	14.5	15.0	-3.3
	5	13.8	14.1	14.4	14.6	14.4	14.5	14.3	15.0	-4.7
	6	14.3	14.3	14.8	13.3	14.7	14.9	14.4	15.0	-4.0
5-甲基-2-硝基酚	1	15.0	13.9	14.1	15.0	14.6	15.0	14.6	15.0	-2.7
	2	14.9	14.7	14.8	14.5	14.9	14.8	14.8	15.0	-1.3
	3	14.6	14.9	14.6	14.5	14.5	14.5	14.6	15.0	-2.6
	4	14.7	13.5	14.8	14.9	13.7	14.1	14.3	15.0	-4.7
	5	14.8	13.9	12.6	14.8	14.8	13.6	14.1	15.0	-6.0
	6	14.9	14.8	14.9	13.7	14.1	14.7	14.5	15.0	-3.3
3-甲基-2-硝基酚	1	14.9	14.8	14.9	13.7	14.1	14.7	14.5	15.0	-3.3
	2	14.3	14.3	15.0	13.6	14.8	13.9	14.3	15.0	-4.7
	3	13.7	14.0	14.8	13.9	13.4	14.8	14.1	15.0	-6.0
	4	15.0	13.6	14.4	13.6	13.4	14.7	14.1	15.0	-6.0
	5	14.0	14.9	15.0	14.5	14.4	14.8	14.6	15.0	-2.7
	6	14.8	14.8	13.1	14.5	13.7	14.8	14.3	15.0	-4.7
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	14.4	14.6	14.6	14.6	14.9	14.5	14.6	15.0	-2.7
	2	14.1	14.9	14.9	15.0	14.4	14.9	14.7	15.0	-2.1
	3	15.0	15.0	14.5	14.8	15.0	15.0	14.9	15.0	-0.7
	4	12.6	15.0	13.0	14.9	14.8	15.0	14.2	15.0	-5.3
	5	14.5	14.4	14.3	14.6	14.7	13.3	14.3	15.0	-4.7
	6	14.0	14.6	14.7	14.9	14.3	14.5	14.5	15.0	-3.3
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	14.7	15.4	14.9	14.8	15.1	14.5	14.9	15.0	-0.7
	2	14.9	14.7	14.8	15.1	13.8	15.0	14.7	15.0	-2.0
	3	14.6	14.5	15.4	15.3	13.9	13.9	14.6	15.0	-2.7
	4	14.5	13.9	14.3	14.7	13.8	14.7	14.3	15.0	-4.7
	5	14.8	14.8	13.9	14.6	13.5	14.9	14.4	15.0	-4.0
	6	14.5	14.3	14.3	15.0	14.9	14.7	14.6	15.0	-2.7

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物空白加

标数据进行汇总，加标 15.0 $\mu\text{g/L}$ ，液液萃取方法的相对误差为-6.0%~2.0%。

表 1-17 中等浓度空白加标样品的准确度测试数据(柱固相萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	标准物质浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	相对误差 $RE\%$
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	14.5	13.9	14.3	14.7	13.8	14.7	14.3	15.0	-4.7
	2	14.9	14.1	14.8	14.9	14.8	14.1	14.6	15.0	-2.7
	3	15.0	14.8	14.3	14.5	12.2	14.4	14.2	15.0	-5.4
	4	14.3	14.5	15.0	14.7	14.1	14.9	14.6	15.0	-2.7
	5	13.7	13.2	15.0	15.0	15.0	13.5	14.2	15.0	-5.2
	6	15.0	15.0	14.1	14.4	13.2	14.6	14.4	15.0	-4.1
3-硝基酚	1	15.3	14.3	15.3	14.4	15.1	14.9	14.9	15.0	-0.7
	2	15.3	14.1	15.3	14.6	14.2	14.0	14.6	15.0	-2.7
	3	15.3	15.1	14.6	14.6	14.4	14.4	14.7	15.0	-2.0
	4	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	13.3	14.3	15.0	-4.7
	5	14.3	15.4	15.2	14.2	14.9	15.3	14.9	15.0	-0.7
	6	15.3	14.0	14.2	15.4	14.2	15.1	14.7	15.0	-2.0
4-硝基酚	1	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	12.7	14.2	15.0	-5.3
	2	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	13.3	14.3	15.0	-4.7
	3	14.7	14.3	14.7	15.2	14.5	14.1	14.6	15.0	-2.7
	4	14.5	14.4	14.9	15.5	15.1	13.9	14.7	15.0	-2.0
	5	15.1	14.3	15.2	15.2	15.1	14.6	14.9	15.0	-0.7
	6	14.8	14.3	14.5	13.5	14.7	14.5	14.4	15.0	-4.0
2,4-二硝基酚	1	14.6	13.7	13.5	14.6	14.6	14.1	14.2	15.0	-5.3
	2	14.1	14.8	13.5	14.4	14.2	14.7	14.3	15.0	-4.7
	3	14.6	15.0	14.0	14.8	14.8	14.4	14.6	15.0	-2.7
	4	15.0	14.9	14.2	14.7	15.0	14.5	14.7	15.0	-2.0
	5	15.0	15.0	14.7	15.0	14.9	14.8	14.9	15.0	-0.7
	6	13.9	14.8	15.0	15.0	14.3	14.0	14.5	15.0	-3.4
2,5-二硝基酚	1	14.2	14.0	14.3	14.6	14.9	12.6	14.1	15.0	-6.0
	2	15.3	15.1	15.8	15.6	15.8	16.0	15.6	15.0	3.9
	3	13.7	14.9	14.9	13.0	14.7	14.6	14.3	15.0	-4.7
	4	15.0	14.7	14.7	14.8	14.7	14.9	14.8	15.0	-1.4
	5	13.9	14.5	13.1	14.7	14.1	14.9	14.2	15.0	-5.3
	6	15.0	13.7	14.7	15.0	14.6	14.7	14.6	15.0	-2.7
2,6-二硝基酚	1	15.0	13.2	13.6	14.9	13.9	15.0	14.3	15.0	-4.8
	2	14.7	14.9	15.0	15.0	14.9	14.9	14.9	15.0	-0.8
	3	15.5	15.3	14.9	15.2	14.7	14.9	15.1	15.0	0.6
	4	13.5	15.0	14.8	14.5	14.7	14.4	14.5	15.0	-3.3
	5	12.3	14.9	14.5	14.5	15.0	14.6	14.3	15.0	-4.7
	6	14.3	15.0	14.7	14.7	15.0	13.9	14.6	15.0	-2.7
4-甲基-2-硝基酚	1	14.8	15.5	15.2	15.1	15.5	14.4	15.1	15.0	0.6
	2	15.3	15.4	15.4	15.5	14.9	15.3	15.3	15.0	2.0
	3	15.5	15.3	15.3	15.5	14.3	15.3	15.2	15.0	1.3
	4	13.9	15.3	14.6	15.0	15.2	15.4	14.9	15.0	-0.7
	5	15.0	15.3	15.5	15.5	15.4	15.1	15.3	15.0	1.9
	6	15.4	15.5	15.2	15.2	14.6	15.5	15.2	15.0	1.3
3-甲基-4-硝基酚	1	14.5	14.8	14.5	14.5	14.8	14.6	14.6	15.0	-2.7
	2	14.6	14.9	14.5	14.4	12.7	14.0	14.2	15.0	-5.3
	3	14.4	14.7	13.6	14.9	13.7	14.5	14.3	15.0	-4.7
	4	14.1	13.6	14.0	14.3	15.0	14.8	14.3	15.0	-4.7
	5	15.0	15.0	15.0	14.9	14.8	14.7	14.9	15.0	-0.7
	6	14.8	14.3	14.6	14.2	14.4	14.9	14.5	15.0	-3.3
5-甲基-2-硝基酚	1	15.0	14.2	13.1	13.6	14.4	15.0	14.2	15.0	-5.2
	2	14.1	14.4	15.0	15.0	13.6	14.8	14.5	15.0	-3.4
	3	15.1	14.5	15.0	14.7	14.7	15.5	14.9	15.0	-0.7
	4	14.7	15.3	15.4	15.0	12.4	14.8	14.6	15.0	-2.7
	5	15.1	15.2	15.2	15.3	13.1	14.2	14.7	15.0	-2.0
	6	15.2	14.7	14.7	14.7	12.9	15.5	14.6	15.0	-2.6

3-甲基-2-硝基酚	1	15.0	14.7	14.7	14.7	12.9	15.0	14.5	15.0	-3.4
	2	13.8	14.0	13.9	13.8	14.5	14.6	14.1	15.0	-6.0
	3	14.6	14.5	13.5	14.8	14.7	14.9	14.5	15.0	-3.3
	4	14.9	14.6	14.5	12.5	14.4	15.0	14.3	15.0	-4.7
	5	14.7	14.2	14.0	14.5	13.6	14.8	14.3	15.0	-4.7
	6	14.1	14.5	14.3	14.4	14.3	14.2	14.3	15.0	-4.7
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	14.3	13.9	14.0	14.5	14.7	14.0	14.2	15.0	-5.3
	2	14.4	14.0	14.1	14.6	14.8	14.1	14.3	15.0	-4.7
	3	15.0	14.7	14.8	15.0	15.0	14.8	14.9	15.0	-0.7
	4	14.7	14.4	14.5	14.7	14.7	14.5	14.6	15.0	-2.7
	5	14.6	14.3	14.4	14.6	14.6	14.4	14.5	15.0	-3.3
	6	14.5	14.2	14.3	14.5	14.5	14.3	14.4	15.0	-4.0
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	14.3	14.0	14.1	14.3	14.3	14.1	14.2	15.0	-5.3
	2	14.7	14.4	14.5	14.7	14.7	14.5	14.6	15.0	-2.7
	3	15.5	13.9	14.3	15.3	15.0	15.3	14.9	15.0	-0.8
	4	14.5	13.3	14.5	14.5	14.5	14.5	14.3	15.0	-4.7
	5	14.5	12.7	14.5	14.5	14.5	14.5	14.2	15.0	-5.3
	6	14.5	13.9	14.5	14.5	14.5	14.5	14.4	15.0	-4.0

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物空白加标数据进行汇总，加标 15.0 $\mu\text{g/L}$ ，柱固相萃取方法的相对误差为-6.0%~3.9%。

表 1-18 中等浓度空白加标样品的准确度测试数据(圆盘固相萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	标准物质浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	相对误差 $R_E(\%)$
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	14.7	13.2	14.7	14.4	14.8	13.9	14.3	15.0	-4.6
	2	15.0	15.0	14.9	15.0	14.9	12.3	14.5	15.0	-3.3
	3	15.0	14.3	13.8	14.8	13.6	13.9	14.2	15.0	-5.3
	4	15.0	14.5	15.0	15.0	14.6	13.5	14.6	15.0	-2.7
	5	15.0	13.2	14.8	14.3	13.7	14.7	14.3	15.0	-4.7
	6	14.9	15.0	14.3	14.3	14.3	13.4	14.4	15.0	-4.1
3-硝基酚	1	15.5	15.5	15.1	13.4	14.9	14.9	14.9	15.0	-0.7
	2	14.7	14.6	14.4	14.5	14.4	14.4	14.5	15.0	-3.4
	3	15.0	14.7	14.7	14.9	14.8	13.4	14.6	15.0	-2.7
	4	15.5	14.8	13.3	15.1	15.2	15.5	14.9	15.0	-0.6
	5	14.5	14.5	13.3	14.5	14.5	14.5	14.3	15.0	-4.7
	6	15.5	14.0	14.3	14.0	15.5	14.4	14.6	15.0	-2.6
4-硝基酚	1	15.0	13.9	14.7	14.8	14.8	13.9	14.5	15.0	-3.2
	2	15.0	15.0	13.2	15.0	14.5	15.0	14.6	15.0	-2.5
	3	14.1	14.6	13.2	14.8	14.5	14.7	14.3	15.0	-4.7
	4	13.9	13.2	15.0	14.8	15.0	14.5	14.4	15.0	-4.1
	5	15.0	14.3	14.5	14.5	14.9	14.6	14.6	15.0	-2.5
	6	14.9	14.2	14.0	14.6	14.9	14.4	14.5	15.0	-3.4
2,4-二硝基酚	1	14.9	14.2	14.0	14.6	14.9	14.4	14.5	15.0	-3.4
	2	15.0	14.3	14.0	14.3	15.0	14.8	14.6	15.0	-2.8
	3	15.0	14.2	14.7	14.0	14.2	13.9	14.3	15.0	-4.5
	4	14.7	15.0	13.9	14.7	14.0	14.3	14.4	15.0	-3.9
	5	15.0	14.8	14.5	14.9	14.7	13.5	14.6	15.0	-2.8
	6	15.0	12.5	14.7	15.0	15.0	14.8	14.5	15.0	-3.4
2,5-二硝基酚	1	14.6	14.9	14.5	14.4	12.7	14.0	14.2	15.0	-5.3
	2	14.4	14.7	13.6	14.9	13.7	14.5	14.3	15.0	-4.7
	3	14.1	13.6	14.0	14.3	15.0	14.8	14.3	15.0	-4.7
	4	15.0	15.0	15.0	14.9	14.8	14.7	14.9	15.0	-0.7
	5	14.8	14.3	14.6	14.2	14.4	14.9	14.5	15.0	-3.3
	6	15.0	14.2	13.1	13.6	14.4	15.0	14.2	15.0	-5.2
2,6-二硝基酚	1	14.1	14.4	15.0	15.0	13.6	14.8	14.5	15.0	-3.4
	2	15.1	14.5	15.0	14.7	14.7	15.5	14.9	15.0	-0.7
	3	14.3	14.5	15.0	14.7	14.1	14.9	14.6	15.0	-2.7
	4	13.7	13.2	15.0	15.0	15.0	13.5	14.2	15.0	-5.2

4-甲基-2-硝基酚	5	15.0	15.0	14.1	14.4	13.2	14.6	14.4	15.0	-4.1
	6	15.3	14.3	15.3	14.4	15.1	14.9	14.9	15.0	-0.7
	1	14.3	14.3	15.0	13.6	14.8	13.9	14.3	15.0	-4.7
	2	13.7	14.0	14.8	13.9	13.4	14.8	14.1	15.0	-6.0
	3	15.0	13.6	14.4	13.6	13.4	14.7	14.1	15.0	-6.0
	4	14.0	14.9	15.0	14.5	14.4	14.8	14.6	15.0	-2.7
3-甲基-4-硝基酚	5	14.3	14.5	15.0	14.7	14.1	14.9	14.6	15.0	-2.7
	6	13.7	13.2	15.0	15.0	15.0	13.5	14.2	15.0	-5.2
	1	15.0	15.0	14.1	14.4	13.2	14.6	14.4	15.0	-4.1
	2	15.3	14.3	15.3	14.4	15.1	14.9	14.9	15.0	-0.7
	3	14.7	15.3	15.4	15.0	12.4	14.8	14.6	15.0	-2.7
	4	15.1	15.2	15.2	15.3	13.1	14.2	14.7	15.0	-2.0
5-甲基-2-硝基酚	5	15.2	14.7	14.7	14.7	12.9	15.5	14.6	15.0	-2.6
	6	15.0	14.7	14.7	14.7	12.9	15.0	14.5	15.0	-3.4
	1	13.8	14.0	13.9	13.8	14.5	14.6	14.1	15.0	-6.0
	2	14.6	14.5	13.5	14.8	14.7	14.9	14.5	15.0	-3.3
	3	14.9	14.6	14.5	12.5	14.4	15.0	14.3	15.0	-4.7
	4	14.7	14.2	14.0	14.5	13.6	14.8	14.3	15.0	-4.7
3-甲基-2-硝基酚	5	14.1	14.5	14.3	14.4	14.3	14.2	14.3	15.0	-4.7
	6	15.0	14.9	13.9	15.0	15.0	15.0	14.8	15.0	-1.4
	1	13.9	15.4	14.5	15.5	15.9	16.0	15.2	15.0	1.3
	2	15.3	15.7	15.1	14.2	15.7	15.8	15.3	15.0	2.0
	3	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	14.4	14.9	15.0	-0.7
	4	14.1	16.0	15.8	14.4	15.5	14.9	15.1	15.0	0.7
6-甲基-2,4-二硝基酚	5	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	14.4	14.9	15.0	-0.7
	6	15.0	15.0	15.0	14.9	14.8	14.7	14.9	15.0	-0.7
	1	15.5	15.3	15.0	15.2	13.5	15.4	15.0	15.0	0.0
	2	13.8	15.0	15.0	13.4	13.7	15.0	14.3	15.0	-4.6
	3	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	13.9	14.4	15.0	-4.0
	4	15.5	13.4	15.2	15.3	15.1	14.2	14.8	15.0	-1.4
2,6-二甲基-4-硝基酚	5	15.5	15.0	15.3	14.8	13.9	14.8	14.9	15.0	-0.7
	6	14.5	13.8	13.9	15.0	15.5	15.5	14.7	15.0	-2.1
	1	15.5	14.4	12.1	14.9	15.4	15.2	14.6	15.0	-2.8
	2	14.5	14.5	12.7	14.5	14.5	14.5	14.2	15.0	-5.3
	3	15.5	15.5	13.8	14.6	14.5	13.9	14.6	15.0	-2.6
	4	14.5	14.5	13.3	14.5	14.5	14.5	14.3	15.0	-4.7
4-硝基	5	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	15.0	-3.3
	6	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	13.9	14.4	15.0	-4.0

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物空白加标数据进行汇总，加标 15.0 $\mu\text{g/L}$ ，圆盘固相萃取方法的相对误差为-6.0%~2.0%。

表 1-19 高浓度空白加标样品的准确度测试数据(液液萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	标准物质浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	相对误差 ( $R_E$ )
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	48.5	47.5	48.3	48.9	48.4	47.9	48.3	50.0	-3.5
	2	50.0	48.9	48.3	48.5	49.5	49.2	49.1	50.0	-1.9
	3	48.6	48.9	49.5	49.2	47.9	49.7	49.0	50.0	-2.1
	4	49.5	49.3	49.7	48.5	48.7	48.7	49.1	50.0	-1.9
	5	50.6	50.2	49.8	48.1	49.1	49.1	49.5	50.0	-1.0
	6	48.8	49.1	49.3	48.1	50.0	50.8	49.3	50.0	-1.3
3-硝基酚	1	48.2	48.4	48.5	47.9	49.3	49.5	48.6	50.0	-2.7
	2	51.0	48.4	47.1	49.1	50.6	49.7	49.3	50.0	-1.4
	3	49.3	49.1	50.6	47.0	50.8	50.7	49.6	50.0	-0.8
	4	49.0	49.2	49.9	49.8	48.6	49.8	49.4	50.0	-1.2
	5	49.1	49.0	49.2	49.7	49.7	49.2	49.3	50.0	-1.4
	6	50.0	49.9	49.3	49.8	48.2	49.7	49.5	50.0	-1.0
4-硝基	1	50.0	50.0	49.9	49.3	49.5	49.3	49.7	50.0	-0.7
	2	50.0	48.7	49.4	49.7	48.7	49.9	49.4	50.0	-1.2



酚	3	50.0	49.9	49.2	49.6	49.6	50.0	49.7	50.0	-0.6
	4	47.7	49.9	48.7	48.2	49.0	50.0	48.9	50.0	-2.2
	5	49.9	49.8	49.6	48.4	49.9	49.9	49.6	50.0	-0.9
	6	49.9	49.5	49.5	48.5	49.8	49.9	49.5	50.0	-1.0
2,4-二硝基酚	1	49.3	47.7	48.8	48.0	48.3	49.8	48.6	50.0	-2.7
	2	49.4	48.6	49.0	48.8	47.5	47.2	48.4	50.0	-3.1
	3	48.5	47.6	49.4	48.9	49.6	49.4	48.9	50.0	-2.2
	4	47.3	49.1	49.2	50.0	48.2	47.9	48.6	50.0	-2.8
	5	49.3	48.9	50.0	49.3	49.8	49.8	49.5	50.0	-1.0
	6	48.1	49.5	49.1	48.7	49.9	49.9	49.2	50.0	-1.6
2,5-二硝基酚	1	50.0	49.2	49.7	49.4	49.3	49.2	49.5	50.0	-1.1
	2	50.0	48.9	49.8	50.0	49.6	49.4	49.6	50.0	-0.8
	3	49.5	47.3	47.4	49.6	49.8	47.4	48.5	50.0	-3.0
	4	49.7	48.3	48.7	47.6	48.2	49.6	48.7	50.0	-2.6
	5	49.8	49.1	49.6	49.7	50.0	50.0	49.7	50.0	-0.6
	6	47.9	49.5	49.6	47.9	48.0	49.0	48.7	50.0	-2.7
2,6-二硝基酚	1	47.8	47.1	48.7	48.9	49.5	47.9	48.3	50.0	-3.3
	2	49.9	47.8	48.4	48.5	49.3	49.4	48.9	50.0	-2.2
	3	49.5	47.7	49.9	49.8	49.6	49.3	49.3	50.0	-1.4
	4	48.4	49.3	49.9	49.7	49.9	49.4	49.4	50.0	-1.2
	5	48.5	47.7	49.0	49.0	49.9	49.4	48.9	50.0	-2.2
	6	49.5	49.8	50.0	49.5	49.6	48.6	49.5	50.0	-1.0
4-甲基-2-硝基酚	1	49.9	49.5	49.8	49.8	49.3	49.7	49.7	50.0	-0.6
	2	49.9	47.0	48.8	47.8	47.6	49.5	48.4	50.0	-3.1
	3	47.8	49.4	49.4	50.0	49.9	49.3	49.3	50.0	-1.5
	4	49.7	49.9	49.0	49.5	50.0	49.2	49.6	50.0	-0.9
	5	49.4	48.9	49.4	49.6	49.7	49.5	49.4	50.0	-1.2
	6	50.0	49.8	49.5	49.9	49.9	49.6	49.8	50.0	-0.4
3-甲基-4-硝基酚	1	48.0	48.9	49.7	50.0	48.7	47.0	48.7	50.0	-2.5
	2	49.4	49.0	47.7	49.6	48.1	47.7	48.6	50.0	-2.8
	3	47.8	48.8	47.8	49.9	48.4	47.2	48.3	50.0	-3.4
	4	49.2	49.0	49.1	49.7	49.1	49.7	49.3	50.0	-1.4
	5	50.0	49.4	49.7	49.8	49.5	49.8	49.7	50.0	-0.6
	6	49.9	49.8	50.0	48.7	49.2	48.0	49.2	50.0	-1.5
5-甲基-2-硝基酚	1	50.0	49.0	49.0	49.5	49.8	49.7	49.5	50.0	-1.0
	2	49.4	49.7	49.3	50.0	47.5	49.9	49.3	50.0	-1.4
	3	50.0	50.0	49.1	49.5	49.9	49.6	49.7	50.0	-0.6
	4	48.1	49.5	47.5	50.0	49.7	48.3	48.9	50.0	-2.3
	5	47.2	47.3	47.1	48.2	47.3	47.9	47.5	50.0	-5.0
	6	49.1	47.4	48.6	47.3	47.4	47.6	47.9	50.0	-4.2
3-甲基-2-硝基酚	1	48.7	47.6	49.2	48.5	47.7	48.6	48.4	50.0	-3.2
	2	49.6	48.2	49.4	49.3	47.6	47.2	48.6	50.0	-2.9
	3	49.2	48.1	48.0	49.2	49.4	47.1	48.5	50.0	-3.0
	4	49.3	49.8	47.9	49.9	48.1	47.5	48.8	50.0	-2.5
	5	47.9	47.2	48.3	49.3	49.4	47.2	48.2	50.0	-3.6
	6	49.3	49.8	49.2	49.8	47.2	48.4	48.9	50.0	-2.2
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	50.0	48.3	49.0	49.3	49.4	49.9	49.3	50.0	-1.3
	2	50.0	49.5	48.4	49.9	49.7	49.8	49.5	50.0	-0.9
	3	47.2	49.2	49.9	48.7	49.2	48.2	48.7	50.0	-2.5
	4	48.7	48.6	50.0	47.2	47.3	48.7	48.4	50.0	-3.2
	5	48.2	47.5	49.3	47.8	49.7	48.2	48.5	50.0	-3.1
	6	50.0	49.6	49.8	49.8	49.5	49.8	49.7	50.0	-0.5
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	47.5	48.5	48.4	47.2	48.7	47.2	47.9	50.0	-4.2
	2	49.6	47.4	49.0	49.3	49.2	47.9	48.7	50.0	-2.5
	3	48.2	49.0	48.0	48.3	48.9	47.5	48.3	50.0	-3.4
	4	49.7	48.9	48.0	47.4	47.2	49.3	48.4	50.0	-3.1
	5	49.5	49.2	49.5	49.6	50.0	49.9	49.6	50.0	-0.8
	6	50.0	48.7	49.5	49.6	49.0	49.3	49.4	50.0	-1.3

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物空白加标数据进行汇总，加标 50.0 $\mu\text{g/L}$ ，液液萃取方法的相对误差为-5.0%~-0.4%。

表 1-19 高浓度空白加标样品的准确度测试数据(柱固相萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	标准物质浓度 (µg/L)	相对误差 $RE\%$
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	49.8	49.3	49.8	49.3	48.9	50.1	49.5	50.0	-0.9
	2	50.3	49.8	49.8	49.7	49.4	49.5	49.8	50.0	-0.5
	3	49.0	50.1	48.4	49.8	49.7	49.3	49.4	50.0	-1.2
	4	49.5	49.2	49.3	50.3	49.3	49.7	49.5	50.0	-0.9
	5	49.8	49.2	48.6	48.3	49.7	49.2	49.2	50.0	-1.7
	6	47.4	49.6	48.7	49.7	48.7	49.3	48.9	50.0	-2.2
3-硝基酚	1	49.3	49.3	48.6	47.3	49.7	48.6	48.8	50.0	-2.4
	2	48.2	50.0	48.5	49.0	49.1	48.2	48.8	50.0	-2.3
	3	48.9	47.9	50.0	47.4	47.2	50.0	48.6	50.0	-2.8
	4	47.1	49.1	49.3	48.6	47.7	47.8	48.3	50.0	-3.4
	5	47.7	48.8	47.5	49.8	47.8	49.7	48.6	50.0	-2.9
	6	49.5	47.8	49.8	49.1	48.6	49.2	49.0	50.0	-2.0
4-硝基酚	1	49.6	50.2	48.9	50.3	47.8	50.1	49.5	50.0	-1.1
	2	48.5	49.7	47.6	49.6	49.8	50.0	49.2	50.0	-1.6
	3	49.9	50.2	49.1	48.9	50.1	49.1	49.6	50.0	-0.9
	4	49.7	49.3	50.2	49.4	49.4	48.5	49.4	50.0	-1.2
	5	50.2	49.3	49.8	49.9	49.0	49.3	49.6	50.0	-0.9
	6	50.3	49.6	49.9	49.8	49.5	50.2	49.9	50.0	-0.2
2,4-二硝基酚	1	50.1	49.7	50.1	49.1	47.4	50.2	49.4	50.0	-1.1
	2	50.3	49.9	49.6	49.7	48.7	50.3	49.8	50.0	-0.5
	3	50.3	49.3	50.1	50.2	50.1	49.9	50.0	50.0	0.0
	4	49.2	49.6	49.7	48.1	49.5	47.2	48.9	50.0	-2.2
	5	48.3	49.0	48.6	47.7	47.7	49.6	48.5	50.0	-3.0
	6	48.2	49.0	50.2	47.3	47.2	48.5	48.4	50.0	-3.2
2,5-二硝基酚	1	49.5	47.5	47.4	50.0	48.1	49.6	48.7	50.0	-2.6
	2	48.9	49.4	48.4	47.2	47.2	49.8	48.5	50.0	-3.0
	3	50.0	49.7	50.3	48.1	47.1	47.2	48.7	50.0	-2.6
	4	50.3	49.7	50.3	49.9	49.8	50.2	50.0	50.0	0.1
	5	47.3	49.9	48.5	48.4	48.3	49.6	48.7	50.0	-2.6
	6	47.3	49.9	48.5	48.4	48.3	49.6	48.7	50.0	-2.6
2,6-二硝基酚	1	49.9	48.1	47.1	50.1	48.4	50.0	48.9	50.0	-2.1
	2	47.8	48.3	47.2	48.2	48.5	47.2	47.9	50.0	-4.3
	3	47.5	47.5	47.6	48.1	47.0	47.3	47.5	50.0	-5.0
	4	48.1	47.7	47.4	49.1	49.5	48.9	48.5	50.0	-3.1
	5	47.7	49.1	50.0	48.3	50.2	48.2	48.9	50.0	-2.2
	6	48.1	47.6	49.4	50.0	50.3	49.3	49.1	50.0	-1.8
4-甲基-2-硝基酚	1	50.3	49.5	49.4	49.9	49.3	49.1	49.6	50.0	-0.8
	2	48.4	49.9	49.0	49.9	49.3	49.6	49.4	50.0	-1.3
	3	49.0	49.7	50.0	50.1	49.2	49.8	49.6	50.0	-0.7
	4	47.5	49.6	48.8	49.4	49.6	49.4	49.1	50.0	-1.9
	5	49.9	50.2	49.6	47.5	50.3	49.5	49.5	50.0	-1.0
	6	49.9	50.2	49.6	47.5	50.3	49.5	49.5	50.0	-1.0
3-甲基-4-硝基酚	1	48.6	47.6	49.9	49.4	50.0	49.6	49.2	50.0	-1.6
	2	50.3	48.8	49.7	49.8	49.3	50.1	49.7	50.0	-0.6
	3	49.0	49.5	49.8	49.1	49.8	49.5	49.5	50.0	-1.1
	4	50.3	49.9	50.2	49.8	49.9	49.3	49.9	50.0	-0.2
	5	49.3	50.0	48.7	50.1	48.9	49.4	49.4	50.0	-1.2
	6	49.9	50.1	49.2	47.7	48.7	50.2	49.3	50.0	-1.4
5-甲基-2-硝基酚	1	50.2	48.8	48.2	49.0	50.0	47.7	49.0	50.0	-2.0
	2	47.0	48.1	48.3	49.2	50.1	49.6	48.7	50.0	-2.6
	3	47.2	50.2	49.2	48.2	49.4	47.2	48.6	50.0	-2.9
	4	48.6	49.4	48.4	49.7	48.9	48.2	48.9	50.0	-2.3
	5	49.0	48.7	47.7	48.6	50.0	47.3	48.5	50.0	-2.9
	6	47.0	48.8	48.9	48.9	48.3	48.1	48.3	50.0	-3.4
3-甲基-2-硝基酚	1	49.6	49.6	48.5	47.6	48.4	47.1	48.5	50.0	-3.1
	2	48.3	48.4	47.9	48.5	48.5	47.2	48.1	50.0	-3.7
	3	49.5	49.6	49.0	47.6	49.0	47.9	48.8	50.0	-2.5
	4	48.0	47.8	49.0	47.5	49.5	49.9	48.6	50.0	-2.8

酚	5	48.7	47.6	48.3	47.3	47.9	50.0	48.3	50.0	-3.4
	6	49.9	49.4	47.1	47.4	47.6	48.0	48.2	50.0	-3.5
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	49.3	49.8	49.6	48.1	49.7	50.1	49.4	50.0	-1.1
	2	49.4	50.1	49.8	49.2	49.3	50.0	49.6	50.0	-0.8
	3	48.4	49.8	49.3	48.3	49.6	49.2	49.1	50.0	-1.8
	4	50.3	50.2	49.4	50.0	49.3	49.6	49.8	50.0	-0.4
	5	48.9	49.3	50.2	49.6	49.6	49.7	49.5	50.0	-0.9
	6	50.3	47.8	49.1	47.1	50.1	48.4	48.8	50.0	-2.4
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	49.9	47.6	48.1	47.5	48.0	49.2	48.4	50.0	-3.2
	2	47.4	48.4	49.3	49.2	47.9	49.4	48.6	50.0	-2.8
	3	48.2	49.3	47.4	48.3	49.7	47.4	48.4	50.0	-3.2
	4	49.3	50.0	48.0	48.4	47.8	49.9	48.9	50.0	-2.2
	5	49.1	47.8	47.4	48.5	48.3	48.2	48.2	50.0	-3.6
	6	47.8	47.4	48.6	49.8	47.9	49.0	48.4	50.0	-3.1

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物空白加标数据进行汇总，加标 50.0 $\mu\text{g/L}$ ，柱固相萃取方法的相对误差为-5.0%~0.1%。

表 1-20 高浓度空白加标样品的准确度测试数据(圆盘固相萃取)

化合物名称	实验室号	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	标准物质浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	相对误差 ( $R\%$ )
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	48.1	47.7	47.4	49.1	49.5	48.9	48.5	50.0	-3.1
	2	47.7	49.1	50.0	48.3	50.2	48.2	48.9	50.0	-2.2
	3	48.1	47.6	49.4	50.0	50.3	49.3	49.1	50.0	-1.8
	4	50.3	49.5	49.4	49.9	49.3	49.1	49.6	50.0	-0.8
	5	48.4	49.9	49.0	49.9	49.3	49.6	49.4	50.0	-1.3
	6	49.0	49.7	50.0	50.1	49.2	49.8	49.6	50.0	-0.7
3-硝基酚	1	47.5	49.6	48.8	49.4	49.6	49.4	49.1	50.0	-1.9
	2	49.9	50.2	49.6	47.5	50.3	49.5	49.5	50.0	-1.0
	3	49.9	50.2	49.6	47.5	50.3	49.5	49.5	50.0	-1.0
	4	48.6	47.6	49.9	49.4	50.0	49.6	49.2	50.0	-1.6
	5	49.1	47.4	48.6	47.3	47.4	47.6	47.9	50.0	-4.2
	6	48.7	47.6	49.2	48.5	47.7	48.6	48.4	50.0	-3.2
4-硝基酚	1	49.6	48.2	49.4	49.3	47.6	47.2	48.6	50.0	-2.9
	2	49.2	48.1	48.0	49.2	49.4	47.1	48.5	50.0	-3.0
	3	49.3	49.8	47.9	49.9	48.1	47.5	48.8	50.0	-2.5
	4	47.9	47.2	48.3	49.3	49.4	47.2	48.2	50.0	-3.6
	5	49.3	49.8	49.2	49.8	47.2	48.4	48.9	50.0	-2.2
	6	48.1	49.5	49.1	48.7	49.9	49.9	49.2	50.0	-1.6
2,4-二硝基酚	1	50.0	49.2	49.7	49.4	49.3	49.2	49.5	50.0	-1.1
	2	50.0	48.9	49.8	50.0	49.6	49.4	49.6	50.0	-0.8
	3	49.5	47.3	47.4	49.6	49.8	47.4	48.5	50.0	-3.0
	4	49.7	48.3	48.7	47.6	48.2	49.6	48.7	50.0	-2.6
	5	49.8	49.1	49.6	49.7	50.0	50.0	49.7	50.0	-0.6
	6	47.9	49.5	49.6	47.9	48.0	49.0	48.7	50.0	-2.7
2,5-二硝基酚	1	47.8	47.1	48.7	48.9	49.5	47.9	48.3	50.0	-3.3
	2	49.9	47.8	48.4	48.5	49.3	49.4	48.9	50.0	-2.2
	3	49.5	47.7	49.9	49.8	49.6	49.3	49.3	50.0	-1.4
	4	48.4	49.3	49.9	49.7	49.9	49.4	49.4	50.0	-1.2
	5	48.5	47.7	49.0	49.0	49.9	49.4	48.9	50.0	-2.2
	6	49.5	49.8	50.0	49.5	49.6	48.6	49.5	50.0	-1.0
2,6-二硝基酚	1	49.9	49.5	49.8	49.8	49.3	49.7	49.7	50.0	-0.6
	2	47.2	50.2	49.2	48.2	49.4	47.2	48.6	50.0	-2.9
	3	48.6	49.4	48.4	49.7	48.9	48.2	48.9	50.0	-2.3

	4	49.0	48.7	47.7	48.6	50.0	47.3	48.5	50.0	-2.9
	5	47.0	48.8	48.9	48.9	48.3	48.1	48.3	50.0	-3.4
	6	49.6	49.6	48.5	47.6	48.4	47.1	48.5	50.0	-3.1
4-甲基-2-硝基酚	1	48.3	48.4	47.9	48.5	48.5	47.2	48.1	50.0	-3.7
	2	49.5	49.6	49.0	47.6	49.0	47.9	48.8	50.0	-2.5
	3	48.0	47.8	49.0	47.5	49.5	49.9	48.6	50.0	-2.8
	4	48.7	47.6	48.3	47.3	47.9	50.0	48.3	50.0	-3.4
	5	49.9	49.4	47.1	47.4	47.6	48.0	48.2	50.0	-3.5
	6	49.3	49.8	49.6	48.1	49.7	50.1	49.4	50.0	-1.1
3-甲基-4-硝基酚	1	49.4	50.1	49.8	49.2	49.3	50.0	49.6	50.0	-0.8
	2	48.4	49.8	49.3	48.3	49.6	49.2	49.1	50.0	-1.8
	3	50.3	50.2	49.4	50.0	49.3	49.6	49.8	50.0	-0.4
	4	49.5	49.2	49.3	50.3	49.3	49.7	49.5	50.0	-0.9
	5	49.8	49.2	48.6	48.3	49.7	49.2	49.2	50.0	-1.7
	6	47.4	49.6	48.7	49.7	48.7	49.3	48.9	50.0	-2.2
5-甲基-2-硝基酚	1	49.3	49.3	48.6	47.3	49.7	48.6	48.8	50.0	-2.4
	2	48.2	50.0	48.5	49.0	49.1	48.2	48.8	50.0	-2.3
	3	48.9	47.9	50.0	47.4	47.2	50.0	48.6	50.0	-2.8
	4	47.1	49.1	49.3	48.6	47.7	47.8	48.3	50.0	-3.4
	5	47.7	48.8	47.5	49.8	47.8	49.7	48.6	50.0	-2.9
	6	49.5	47.8	49.8	49.1	48.6	49.2	49.0	50.0	-2.0
3-甲基-2-硝基酚	1	48.2	49.0	50.2	47.3	47.2	48.5	48.4	50.0	-3.2
	2	49.5	47.5	47.4	50.0	48.1	49.6	48.7	50.0	-2.6
	3	48.9	49.4	48.4	47.2	47.2	49.8	48.5	50.0	-3.0
	4	50.0	49.7	50.3	48.1	47.1	47.2	48.7	50.0	-2.6
	5	50.3	49.7	50.3	49.9	49.8	50.2	50.0	50.0	0.1
	6	47.3	49.9	48.5	48.4	48.3	49.6	48.7	50.0	-2.6
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	49.5	48.9	47.7	48.7	48.3	49.0	48.7	50.0	-2.6
	2	48.2	49.6	49.5	47.7	47.7	48.2	48.5	50.0	-3.0
	3	49.7	47.6	50.4	48.9	48.0	49.2	49.0	50.0	-2.0
	4	48.2	48.1	48.1	49.3	48.3	48.8	48.5	50.0	-3.0
	5	48.2	48.1	48.1	49.3	48.3	48.8	48.5	50.0	-3.0
	6	48.8	49.8	48.6	49.2	48.9	50.3	49.3	50.0	-1.4
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	50.0	50.4	50.4	49.0	48.4	49.7	49.7	50.0	-0.7
	2	49.3	48.1	49.9	49.7	49.9	48.7	49.3	50.0	-1.5
	3	50.2	48.7	50.4	49.0	50.5	50.5	49.9	50.0	-0.2
	4	50.5	49.9	50.2	50.3	50.3	50.0	50.2	50.0	0.4
	5	50.5	49.6	50.5	49.1	50.3	49.5	49.9	50.0	-0.2
	6	50.3	50.1	49.6	49.4	50.4	48.3	49.7	50.0	-0.6

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物空白加标数据进行汇总，加标 50.0 $\mu\text{g/L}$ ，圆盘固相萃取方法的相对误差为-4.2%~0.4%。

（注：表 1-21~26 中“—”表示实际样品中目标化合物未检出）

**表 1-21 地表水样品加标测定的原始测试数据（液液萃取）**

化合物名称	实验室号	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	$P_{\pm}$
		12.8	11.8	10.8	11.4	10.7	12.7	11.7	15.0	78.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.3	10.4	11.0	11.1	12.4	13.7	11.8	15.0	78.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.7	10.4	11.6	12.4	12.8	12.6	11.9	15.0	79.3%
	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—

	5	12.6	10.2	11.5	11.7	10.0	13.5	11.6	15.0	77.3%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
	6	12.0	11.6	14.3	11.5	11.7	12.7	12.3	15.0	82.0%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.0	11.8	10.0	10.6	13.8	11.5	11.8	15.0	78.7%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
3-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.0	10.5	10.5	11.6	10.5	10.3	10.9	15.0	72.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.6	12.1	10.4	10.5	10.0	10.3	10.8	15.0	72.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.4	10.7	10.2	10.9	10.0	11.0	10.7	15.0	71.3%
	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.1	11.5	10.1	10.0	10.6	10.2	10.6	15.0	70.7%
	5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.6	10.9	11.0	11.5	12.0	10.1	11.2	15.0	74.7%
	6	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.2	10.1	10.7	10.4	10.2	10.5	10.5	15.0	70.0%
4-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.0	10.0	10.4	10.4	10.0	10.4	10.2	15.0	68.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.6	10.0	10.6	10.1	10.4	10.6	10.4	15.0	69.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.1	10.1	10.1	10.1	10.4	12.3	10.7	15.0	71.3%
	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.0	10.3	10.4	10.6	10.9	10.8	10.5	15.0	70.0%
	5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.4	11.8	10.2	10.2	10.5	10.5	10.6	15.0	70.7%
	6	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.1	10.9	10.6	10.8	10.0	10.8	10.7	15.0	71.3%
2,4-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.6	12.4	12.0	10.5	10.9	10.0	11.4	15.0	76.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.5	12.2	10.7	10.7	11.6	10.4	11.2	15.0	74.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.7	10.0	12.3	10.7	11.1	11.3	11.5	15.0	76.7%
	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.5	11.6	11.6	12.0	10.6	13.3	11.6	15.0	77.3%
	5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.9	10.3	12.7	14.8	10.2	10.3	11.7	15.0	78.0%
	6	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.3	11.9	10.0	12.3	10.3	12.0	11.3	15.0	75.3%
2,5-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.2	10.2	10.1	10.1	10.0	10.1	10.1	15.0	67.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.4	10.2	10.6	10.1	10.3	11.5	10.5	15.0	70.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.6	11.3	10.1	10.3	10.3	11.0	10.6	15.0	70.7%
	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.3	11.2	12.2	10.3	12.4	10.9	11.2	15.0	74.7%
	5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.0	11.7	10.0	10.4	11.7	10.7	11.1	15.0	74.0%
	6	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.4	11.1	11.2	10.2	10.2	12.4	10.9	15.0	72.7%
2,6-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.1	10.2	10.8	10.1	10.0	10.0	10.2	15.0	68.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.6	10.0	10.0	10.5	10.2	10.5	10.3	15.0	68.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.9	12.2	11.6	11.9	11.0	10.5	11.5	15.0	76.7%
	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.9	10.2	10.5	12.0	10.0	10.1	10.6	15.0	70.7%
	5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.3	10.0	12.5	11.7	11.0	10.1	10.9	15.0	72.7%
	6	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		—	—	—	—	—	—	—	—	—

		10.7	10.5	10.1	11.1	10.1	10.5	10.5	15.0	70.0%
4-甲基-2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.0	11.6	12.2	10.7	11.1	12.1	11.3	15.0	75.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.5	12.0	11.4	10.6	11.4	12.2	11.5	15.0	76.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.0	11.3	11.4	11.3	10.9	10.4	10.9	15.0	72.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.5	11.4	11.1	10.5	11.5	12.2	11.2	15.0	74.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.5	10.3	10.2	10.2	11.6	11.1	10.8	15.0	72.0%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.2	12.6	12.2	11.8	10.2	10.2	11.2	15.0	74.7%	
3-甲基-4-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.9	10.2	10.2	10.5	11.0	10.1	10.5	15.0	70.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.6	10.4	11.2	10.4	10.1	11.6	10.7	15.0	71.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.4	10.3	11.0	10.8	10.3	11.5	10.9	15.0	72.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.9	10.6	11.6	10.7	11.4	11.3	11.1	15.0	74.0%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.6	10.3	10.1	11.7	10.3	10.5	10.6	15.0	70.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.9	10.3	11.3	10.5	10.1	10.0	10.5	15.0	70.0%	
5-甲基-2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.1	10.0	10.3	10.1	10.0	10.2	10.1	15.0	67.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.1	10.4	10.5	10.0	10.2	11.9	10.5	15.0	70.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.2	10.2	11.0	11.2	10.9	11.0	10.9	15.0	72.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.3	10.1	10.0	10.1	10.6	10.9	10.5	15.0	70.0%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.5	10.2	10.2	10.1	10.1	10.1	10.2	15.0	68.0%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.1	11.6	10.3	10.3	10.6	10.7	10.6	15.0	70.7%	
3-甲基-2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.7	10.3	11.8	11.7	10.2	11.4	11.2	15.0	74.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.3	11.8	11.0	10.5	11.7	11.5	11.3	15.0	75.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		14.1	10.8	13.8	10.0	10.6	10.4	11.6	15.0	77.3%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.9	11.9	10.3	10.5	10.9	10.3	10.8	15.0	72.0%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.0	10.6	10.5	11.8	10.5	10.0	10.9	15.0	72.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.0	11.0	10.3	10.3	11.8	10.2	10.6	15.0	70.7%	
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.3	11.0	10.7	11.6	11.5	10.6	11.1	15.0	74.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.2	10.7	11.2	11.6	10.6	12.4	11.3	15.0	75.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.2	10.1	11.0	10.1	11.6	12.1	11.2	15.0	74.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.4	10.0	12.0	11.6	11.1	11.9	11.5	15.0	76.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.8	11.4	10.8	13.1	12.1	11.0	11.7	15.0	78.0%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.0	10.3	11.8	11.5	10.3	14.1	11.5	15.0	76.7%	
2,6-二甲基-4-	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.3	10.6	12.7	10.4	10.7	10.7	10.9	15.0	72.7%
2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	—	—	—	—	—	—	—	—	—	

硝基酚	3	11.3	11.2	11.0	10.7	11.3	11.1	11.1	15.0	74.0%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
	4	10.6	10.8	11.0	10.4	11.2	10.8	10.8	15.0	72.0%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
	5	11.3	10.4	10.6	10.4	10.8	10.0	10.6	15.0	70.7%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
	6	10.8	11.4	11.6	12.1	10.1	11.3	11.2	15.0	74.7%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.7	10.3	11.5	10.5	10.5	10.6	11.2	15.0	74.7%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中地表水样品加标数据  
据进行汇总，加标 15.0 $\mu\text{g/L}$ ，液液萃取方法的回收率 67.3%~82.0%。

表 1-22 地表水样品加标测定的原始测试数据（柱固相萃取）

化合物 名称	实验 室号	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回 收率 $P_i$
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基 酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.8	11.4	11.1	14.7	11.1	10.7	11.8	15.0	78.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.2	11.9	11.0	10.7	10.8	10.5	11.2	15.0	74.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.6	11.7	10.5	11.8	11.3	12.1	11.5	15.0	76.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.0	11.8	12.3	10.5	10.5	10.7	11.3	15.0	75.3%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.7	12.2	10.5	11.2	11.2	11.2	11.5	15.0	76.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.6	11.2	10.6	13.2	10.5	11.6	11.6	15.0	77.3%	
3-硝基 酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.6	11.0	11.1	11.6	12.4	10.6	11.2	15.0	74.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.9	10.5	11.2	11.7	12.2	11.6	11.5	15.0	76.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.7	11.7	10.5	11.1	10.8	12.5	11.4	15.0	76.0%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.9	10.9	11.1	10.5	10.8	11.7	11.3	15.0	75.3%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.8	12.6	10.5	10.9	12.9	10.9	11.6	15.0	77.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.5	10.5	11.2	12.7	11.4	10.8	11.5	15.0	76.7%	
4-硝基 酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.2	12.2	11.5	12.7	10.8	12.1	12.1	15.0	80.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.8	12.9	12.6	11.7	11.7	11.1	12.3	15.0	82.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.8	11.4	10.6	13.5	11.9	13.9	12.2	15.0	81.3%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.8	12.1	11.1	12.0	10.8	13.7	12.1	15.0	80.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.2	11.9	12.5	13.2	10.7	12.1	11.9	15.0	79.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.0	12.5	13.2	14.0	10.7	10.8	12.4	15.0	82.7%	
2,4-二 硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.5	11.9	11.7	10.5	12.2	11.3	11.5	15.0	76.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.1	10.5	11.6	11.5	11.2	10.7	11.4	15.0	76.0%
3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.2	12.8	12.9	12.2	11.3	11.2	12.1	15.0	80.7%	
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	—	—	—	—	—	—	—	—	—	

	5	10.8	11.2	13.6	10.7	12.3	10.9	11.6	15.0	77.3%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
	6	13.2	11.0	13.0	13.9	11.0	11.1	12.2	15.0	81.3%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.6	12.6	12.4	11.2	11.8	11.6	11.7	15.0	78.0%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
2,5-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.8	10.7	10.5	10.8	11.6	11.9	11.2	15.0	74.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.9	10.5	11.0	11.9	10.9	11.2	11.4	15.0	76.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.2	11.0	11.2	11.2	10.5	11.7	11.3	15.0	75.3%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.5	13.8	11.4	11.1	11.6	10.6	11.5	15.0	76.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.2	10.5	10.6	10.7	10.7	11.1	10.8	15.0	72.0%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.6	12.2	12.7	10.7	11.8	10.9	11.5	15.0	76.7%	
2,6-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.8	11.4	10.5	11.7	11.0	11.2	11.6	15.0	77.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.5	11.0	11.3	11.5	11.1	11.0	11.4	15.0	76.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.0	11.1	11.1	12.3	13.5	11.8	12.1	15.0	80.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.0	10.9	12.0	10.5	11.4	13.2	11.7	15.0	78.0%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.6	12.6	13.6	13.6	11.2	11.3	12.3	15.0	82.0%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.6	10.9	10.5	11.4	10.7	12.6	11.6	15.0	77.3%	
4-甲基-2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.5	12.3	10.7	12.0	11.1	13.1	11.8	15.0	78.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.5	11.6	10.9	11.4	10.6	13.0	11.5	15.0	76.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.2	12.3	14.2	10.6	10.7	14.0	12.2	15.0	81.3%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.5	11.9	12.3	11.5	11.9	10.6	11.6	15.0	77.3%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.5	11.6	10.5	11.1	10.7	10.5	11.3	15.0	75.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.4	13.1	10.7	11.4	10.5	10.7	11.5	15.0	76.7%	
3-甲基-4-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.8	12.7	13.2	12.1	11.1	12.9	12.3	15.0	82.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		14.2	11.8	12.3	10.8	13.8	12.1	12.5	15.0	83.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.1	12.6	11.6	13.3	10.8	12.1	11.9	15.0	79.3%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.8	12.2	11.5	11.0	13.5	12.4	12.2	15.0	81.3%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.1	13.7	10.7	11.0	11.1	10.9	11.4	15.0	76.0%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.9	11.6	10.9	14.9	11.1	12.1	12.1	15.0	80.7%	
5-甲基-2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.5	11.6	11.5	10.5	10.6	11.5	11.2	15.0	74.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.4	12.6	10.7	10.9	12.0	11.6	11.5	15.0	76.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.8	13.1	11.4	10.8	11.2	10.5	11.6	15.0	77.3%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.3	13.1	10.9	11.1	12.8	12.5	12.3	15.0	82.0%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.8	10.8	11.1	10.9	14.4	13.9	12.1	15.0	80.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	—	—	—	—	—	—	—	—	—	



		11.0	11.1	11.1	13.0	11.6	12.5	11.7	15.0	78.0%
3-甲基-2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.4	10.7	11.3	13.5	10.5	11.7	11.5	15.0	76.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.0	10.9	10.5	11.5	13.0	10.7	11.6	15.0	77.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.2	13.9	11.4	12.6	13.2	11.5	12.3	15.0	82.0%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.1	11.7	12.9	10.6	10.7	11.2	11.4	15.0	76.0%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.6	11.4	10.8	10.5	10.5	12.0	11.3	15.0	75.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.2	10.7	10.8	10.5	11.2	11.3	11.1	15.0	74.0%	
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.6	11.9	11.1	11.7	14.9	10.8	11.8	15.0	78.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.9	10.7	11.6	10.5	12.2	12.4	11.4	15.0	76.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.3	12.4	11.0	11.3	13.0	11.2	11.7	15.0	78.0%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.5	11.4	12.3	11.5	11.9	12.0	11.6	15.0	77.3%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.1	12.2	11.1	11.2	10.9	11.2	11.6	15.0	77.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.2	12.2	11.8	10.6	11.7	10.5	11.5	15.0	76.7%	
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.8	12.7	11.6	11.6	12.2	12.5	11.9	15.0	79.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.6	12.9	11.5	13.7	12.7	10.9	12.2	15.0	81.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.7	10.5	12.1	12.1	11.1	11.8	11.7	15.0	78.0%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.2	10.6	14.3	11.4	11.6	14.7	12.3	15.0	82.0%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.4	12.4	10.5	10.5	12.8	11.5	11.5	15.0	76.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.6	10.6	11.8	11.3	11.3	11.8	11.6	15.0	77.3%	

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中地表水样品加标数据  
据进行汇总，加标 15.0μg/L，柱固相萃取方法的回收率 72.0%~83.3%。

表 1-23 地表水样品加标测定的原始测试数据（圆盘固相萃取）

化合物名称	实验室号	测定值 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	加标回收率 $P_i$
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.3	13.7	11.1	11.4	10.9	11.5	12.0	15.0	80.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.5	11.7	10.5	12.8	11.4	11.1	11.5	15.0	76.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.3	11.3	12.8	11.3	11.5	13.4	12.1	15.0	80.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.6	12.5	10.5	11.1	11.0	10.8	11.4	15.0	76.0%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.4	11.0	10.6	11.9	12.0	14.4	12.2	15.0	81.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.9	11.0	11.2	10.5	10.9	11.1	11.4	15.0	76.0%	

3-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.7	10.8	11.0	12.3	13.5	10.7	11.5	15.0	76.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.3	11.2	11.2	11.4	10.5	12.3	11.3	15.0	75.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.6	11.0	12.3	10.8	10.5	12.2	11.4	15.0	76.0%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.9	10.6	11.4	10.8	10.5	12.1	11.2	15.0	74.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.5	12.1	10.5	11.9	11.5	11.2	11.6	15.0	77.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.7	11.9	11.1	10.7	12.6	11.0	11.5	15.0	76.7%	
4-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		15.0	10.5	12.1	10.5	11.0	10.7	11.6	15.0	77.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.4	12.9	11.2	11.1	10.5	11.0	11.5	15.0	76.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.6	11.5	12.7	12.1	12.0	12.6	12.1	15.0	80.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.4	12.2	11.8	11.4	10.5	11.3	11.4	15.0	76.0%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.0	10.5	11.1	10.5	11.0	11.6	11.3	15.0	75.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.7	10.8	11.7	11.2	11.9	12.2	11.4	15.0	76.0%	
2,4-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.7	10.6	13.3	11.7	10.9	12.8	11.7	15.0	78.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.9	12.6	10.5	12.5	10.8	11.5	11.8	15.0	78.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.2	12.5	14.2	14.7	11.0	12.1	12.6	15.0	84.0%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.4	11.3	11.0	10.7	11.0	11.7	11.2	15.0	74.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.0	10.8	11.1	14.5	12.5	11.6	12.1	15.0	80.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.2	10.8	10.5	11.8	11.2	11.3	11.5	15.0	76.7%	
2,5-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.6	11.4	10.8	12.9	13.2	11.0	11.8	15.0	78.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.5	10.5	12.9	12.4	12.0	11.1	11.9	15.0	79.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.5	11.8	11.0	13.9	10.8	12.1	12.2	15.0	81.3%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.9	11.6	12.9	11.8	12.2	12.2	12.1	15.0	80.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.5	13.1	10.7	10.9	11.8	11.1	11.5	15.0	76.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.1	12.0	12.3	13.2	12.8	11.8	12.2	15.0	81.3%	
2,6-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.9	11.9	10.9	11.3	13.7	10.8	11.6	15.0	77.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.1	11.6	14.2	10.9	10.7	10.5	11.5	15.0	76.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.1	10.5	10.9	12.2	12.2	10.5	11.4	15.0	76.0%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.4	11.1	11.3	13.5	10.8	14.4	12.1	15.0	80.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.8	11.0	14.7	10.9	10.5	11.9	11.6	15.0	77.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.9	10.5	10.7	11.4	12.3	10.5	11.2	15.0	74.7%	
4-甲基-2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.2	11.9	11.2	11.3	10.5	11.3	11.4	15.0	76.0%
2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.5	10.9	11.3	11.8	10.7	10.5	11.3	15.0	75.3%	

	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.9	13.6	11.6	11.1	13.8	11.7	12.1	15.0	80.7%
	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.3	10.7	10.5	11.1	12.3	12.9	11.6	15.0	77.3%
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	11.5	12.6	12.0	10.5	11.9	10.6	11.5	15.0	76.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	10.9	10.5	11.5	11.8	10.9	11.7	11.2	15.0	74.7%	
3-甲基 -4-硝基 酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.1	10.5	10.5	11.4	11.0	10.9	10.9	15.0	72.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.1	10.5	11.5	11.0	11.1	12.0	11.2	15.0	74.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.0	10.6	10.8	10.7	10.5	11.2	10.8	15.0	72.0%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.9	11.3	11.6	10.8	10.5	11.5	11.1	15.0	74.0%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.7	10.6	10.5	10.5	11.1	10.7	10.7	15.0	71.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.5	10.6	10.6	10.7	10.9	10.5	10.6	15.0	70.7%	
5-甲基 -2-硝基 酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.6	11.8	10.9	12.6	10.6	12.7	11.5	15.0	76.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.5	10.8	11.0	10.5	12.2	11.4	11.4	15.0	76.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.8	10.6	10.8	10.8	11.9	10.5	11.2	15.0	74.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.9	10.5	10.5	12.0	11.1	11.7	11.3	15.0	75.3%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.3	10.5	10.5	12.0	11.1	10.6	11.0	15.0	73.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.4	12.1	11.6	11.4	14.8	11.1	12.1	15.0	80.7%	
3-甲基 -2-硝基 酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		15.0	10.8	11.5	11.3	10.5	10.6	11.6	15.0	77.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.2	13.0	12.6	10.6	10.9	10.8	11.5	15.0	76.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.7	10.6	11.0	11.7	12.0	10.5	11.4	15.0	76.0%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.1	10.6	11.2	11.2	11.2	10.5	11.3	15.0	75.3%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.0	15.0	11.2	12.0	11.2	11.4	12.1	15.0	80.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	14.3	11.4	11.2	13.3	11.0	12.1	12.2	15.0	81.3%	
6-甲基 -2,4-二 硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.1	10.6	10.7	10.9	10.5	10.5	10.7	15.0	71.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.9	10.9	10.5	10.5	10.5	10.5	10.8	15.0	72.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.5	10.9	10.5	10.8	10.5	10.5	10.6	15.0	70.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.5	11.3	10.5	11.6	11.0	10.5	10.9	15.0	72.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.7	10.5	10.7	11.1	10.5	10.7	10.7	15.0	71.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.8	10.5	10.6	10.7	10.6	10.5	10.6	15.0	70.7%	
2,6-二 甲基-4- 硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.4	13.2	10.6	10.5	10.5	10.5	11.3	15.0	75.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.8	11.1	10.7	11.6	10.7	11.6	11.4	15.0	76.0%
3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.2	11.0	12.3	10.9	10.5	10.9	11.3	15.0	75.3%	
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.7	10.6	11.6	10.5	10.6	12.1	11.5	15.0	76.7%	

5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	11.8	11.2	11.6	11.3	10.8	10.5	11.2	15.0	74.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.2	10.5	10.9	11.0	11.2	10.6	10.9	15.0	72.7%	

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中地表水样品加标数据  
 据进行汇总，加标 15.0μg/L，圆盘固相萃取方法的回收率 70.7%~84.0%。

表 1-24 地下水样品加标测定的原始测试数据（液液萃取）

化合物名称	实验室号	测定值 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	加标回收率 $P_i$
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.3	11.4	10.0	14.3	14.1	10.5	12.1	15.0	80.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.6	10.2	12.1	13.2	13.2	14.0	12.2	15.0	81.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.0	11.8	10.8	13.1	12.5	13.3	11.9	15.0	79.3%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.1	10.1	11.4	12.6	12.4	13.1	11.8	15.0	78.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.7	10.0	13.2	12.5	12.7	12.7	12.3	15.0	82.0%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.5	13.4	10.9	14.0	10.8	11.7	12.2	15.0	81.3%	
3-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.2	11.2	11.6	12.7	11.7	10.6	11.5	15.0	76.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.4	10.8	10.9	12.4	10.1	12.0	11.6	15.0	77.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.7	13.6	10.6	10.1	10.7	13.6	11.7	15.0	78.0%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.8	11.1	10.9	11.9	11.5	11.1	11.2	15.0	74.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.7	10.6	11.1	11.4	11.7	12.6	11.5	15.0	76.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.5	11.1	13.2	12.3	10.5	10.1	11.6	15.0	77.3%	
4-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.4	11.2	11.7	11.6	11.1	11.3	11.4	15.0	76.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.7	11.0	11.9	10.8	12.1	11.5	11.5	15.0	76.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		15.0	10.1	11.8	10.2	14.6	11.0	12.1	15.0	80.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.7	10.5	11.3	12.2	15.0	10.5	12.2	15.0	81.3%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.1	10.6	11.8	10.0	12.7	13.8	12.0	15.0	80.0%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.9	11.6	10.6	13.5	10.0	13.3	11.8	15.0	78.7%	
2,4-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.2	11.1	10.1	12.0	11.8	11.6	11.3	15.0	75.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.0	10.8	10.8	12.0	10.7	11.7	11.5	15.0	76.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.8	10.8	11.3	10.9	12.0	12.9	11.6	15.0	77.3%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.6	11.3	11.4	11.7	10.7	11.5	11.2	15.0	74.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.6	10.2	14.3	11.6	12.0	12.6	12.2	15.0	81.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.7	10.7	13.2	11.3	14.1	12.7	12.1	15.0	80.7%	

2,5-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.8	10.9	10.7	11.5	10.8	12.6	11.2	15.0	74.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.9	10.2	10.7	11.8	13.2	10.0	11.3	15.0	75.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.3	11.9	10.7	13.1	10.5	12.5	11.5	15.0	76.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.4	10.3	14.9	12.3	11.6	12.5	12.5	15.0	83.3%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.5	11.0	12.7	13.0	10.4	11.9	11.9	15.0	79.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.8	10.9	12.8	10.5	10.7	14.9	12.1	15.0	80.7%	
2,6-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.0	13.1	11.7	12.0	12.3	14.6	12.3	15.0	82.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.9	13.7	12.7	11.5	12.1	12.3	12.2	15.0	81.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.9	11.0	13.6	14.3	11.6	11.3	12.6	15.0	84.0%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.4	14.5	11.5	10.8	10.7	14.4	12.2	15.0	81.3%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.2	13.2	14.2	12.3	10.3	11.5	12.1	15.0	80.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.0	11.7	14.3	10.5	12.7	10.2	11.9	15.0	79.3%	
4-甲基-2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.8	11.1	12.0	11.1	11.2	10.8	11.5	15.0	76.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.5	11.1	11.4	11.9	11.9	11.5	11.4	15.0	76.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.0	10.7	10.9	12.5	12.3	10.5	11.3	15.0	75.3%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.5	11.8	10.8	12.0	10.1	12.0	11.2	15.0	74.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.8	10.7	13.7	11.6	11.3	12.5	12.1	15.0	80.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.5	12.7	14.3	13.8	10.9	11.0	12.2	15.0	81.3%	
3-甲基-4-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.5	11.6	10.3	11.6	10.9	11.9	11.5	15.0	76.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.4	12.3	10.6	12.5	10.6	12.2	11.6	15.0	77.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.7	11.0	11.7	10.2	10.2	14.7	11.9	15.0	79.3%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.9	12.8	11.3	11.3	10.9	11.3	11.4	15.0	76.0%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.1	13.4	10.1	13.5	10.5	11.3	11.8	15.0	78.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.1	12.8	14.4	10.1	10.1	11.5	11.5	15.0	76.7%	
5-甲基-2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.8	10.2	10.6	10.1	10.5	10.8	10.5	15.0	70.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.7	11.2	11.8	10.2	10.8	10.2	10.8	15.0	72.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.6	11.3	10.5	10.2	10.8	10.2	10.6	15.0	70.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.2	11.2	10.4	10.3	10.2	10.1	10.4	15.0	69.3%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.1	10.0	10.8	10.5	10.2	10.2	10.3	15.0	68.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.1	10.1	10.6	10.3	10.0	10.0	10.2	15.0	68.0%	
3-甲基-2-硝基	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.4	11.0	10.2	11.1	12.2	11.3	11.2	15.0	74.7%
2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.9	11.4	11.3	11.0	11.1	10.0	11.1	15.0	74.0%	

酚	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
		12.1	13.5	10.9	11.8	11.4	13.5	12.2	15.0	81.3%	
	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
		11.8	12.8	14.8	12.1	11.5	10.8	12.3	15.0	82.0%	
	5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
		11.2	10.6	10.3	11.0	12.9	13.0	11.5	15.0	76.7%	
	6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
		10.5	12.4	11.6	13.1	10.1	12.0	11.6	15.0	77.3%	
	6-甲基-2,4-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
			13.6	14.3	12.3	10.4	12.8	10.4	12.3	15.0	82.0%
		2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
			12.4	12.2	12.1	10.7	13.0	12.3	12.1	15.0	80.7%
3		—	—	—	—	—	—	—	—	—	
		10.7	12.3	13.0	10.4	11.3	13.1	11.8	15.0	78.7%	
4		—	—	—	—	—	—	—	—	—	
		11.3	13.0	10.9	10.8	11.3	14.1	11.9	15.0	79.3%	
5		—	—	—	—	—	—	—	—	—	
		14.6	10.7	12.7	12.0	10.7	12.6	12.2	15.0	81.3%	
6		—	—	—	—	—	—	—	—	—	
		12.1	12.1	11.0	11.1	12.8	14.8	12.3	15.0	82.0%	
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
		12.1	12.5	11.2	11.5	10.8	10.3	11.4	15.0	76.0%	
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
		10.4	12.2	12.0	11.2	10.5	12.6	11.5	15.0	76.7%	
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
		13.5	10.2	10.0	10.5	10.6	13.0	11.3	15.0	75.3%	
	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
		11.5	10.0	12.2	12.6	12.8	13.5	12.1	15.0	80.7%	
	5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
		11.7	13.1	10.4	12.2	12.4	13.6	12.2	15.0	81.3%	
	6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
		10.7	10.2	10.7	13.1	15.0	14.1	12.3	15.0	82.0%	

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中地下水样品加标数据  
 据进行汇总，加标 15.0μg/L，液液萃取方法的回收率 68.0%~84.0%。

表 1-25 地下水样品加标测定的原始测试数据（柱固相萃取）

化合物名称	实验室号	测定值 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	加标回收率 $P_i$
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.9	10.3	10.1	10.6	10.0	10.2	10.5	15.0	70.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.7	10.0	10.1	10.5	10.0	10.2	10.4	15.0	69.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.8	11.0	10.8	10.0	10.5	13.2	11.2	15.0	74.7%
	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		15.0	10.1	10.8	10.7	10.1	10.0	11.1	15.0	74.0%
	5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.7	10.1	10.6	10.9	10.0	10.2	10.9	15.0	72.7%
	6	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.4	10.0	10.3	10.3	10.2	10.1	10.2	15.0	68.0%
3-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.0	10.0	11.8	11.5	10.2	10.0	10.6	15.0	70.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.5	10.0	10.4	10.3	10.3	10.8	10.4	15.0	69.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.7	10.6	10.0	10.7	10.4	12.9	11.2	15.0	74.7%
	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.9	10.4	10.0	10.4	10.0	10.1	10.3	15.0	68.7%

	5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.7	10.0	10.1	10.7	10.5	10.1	10.5	15.0	70.0%
	6	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.1	10.0	11.5	10.1	10.1	10.3	10.5	15.0	70.0%
4-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.6	10.6	10.6	10.2	10.4	10.2	10.6	15.0	70.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.1	10.5	10.8	10.6	11.1	10.0	10.5	15.0	70.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.3	10.4	10.7	10.5	11.8	10.0	10.6	15.0	70.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.9	10.2	11.0	10.9	10.4	10.0	10.9	15.0	72.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.3	10.2	12.0	11.4	11.7	10.7	11.2	15.0	74.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.9	11.4	11.0	10.0	10.8	10.2	10.7	15.0	71.3%	
2,4-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.0	10.5	11.0	10.4	12.3	10.5	11.3	15.0	75.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.6	11.2	10.0	12.8	10.2	12.3	11.2	15.0	74.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.1	11.5	11.2	11.1	12.7	10.3	11.5	15.0	76.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.1	11.8	11.5	10.5	10.6	10.4	11.3	15.0	75.3%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.6	11.1	12.4	10.4	10.9	12.1	11.4	15.0	76.0%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.5	13.3	11.1	11.2	11.6	11.8	11.6	15.0	77.3%	
2,5-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.2	10.0	13.2	10.6	12.8	12.7	11.9	15.0	79.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.2	10.8	12.9	11.0	10.0	10.4	11.2	15.0	74.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.6	10.7	10.6	11.6	12.0	11.1	11.1	15.0	74.0%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	14.3	10.0	10.3	12.8	12.8	12.3	12.1	15.0	80.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.8	10.3	12.1	11.7	13.6	10.5	11.5	15.0	76.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.1	11.8	11.6	11.6	10.0	11.3	11.4	15.0	76.0%	
2,6-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.9	11.3	10.6	10.0	11.7	10.0	10.9	15.0	72.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.6	11.5	10.2	10.5	10.5	11.5	10.8	15.0	72.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.8	11.3	13.2	10.0	10.0	10.3	11.1	15.0	74.0%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.9	10.0	11.7	10.7	10.0	10.3	10.6	15.0	70.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.8	11.8	10.4	10.4	10.0	10.9	10.7	15.0	71.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.3	11.5	10.0	10.7	11.4	10.0	10.8	15.0	72.0%	
4-甲基-2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.1	10.6	10.5	13.0	11.7	11.5	11.4	15.0	76.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.7	10.8	12.4	10.0	10.6	11.1	11.1	15.0	74.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.0	12.3	11.0	11.1	10.5	10.4	11.2	15.0	74.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.2	11.1	11.3	13.9	10.6	10.9	11.5	15.0	76.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.1	10.2	11.0	11.4	12.9	13.1	11.6	15.0	77.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.8	12.9	12.6	12.7	11.0	10.2	11.7	15.0	78.0%	

3-甲基-4-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.1	10.7	10.0	10.9	12.8	13.1	11.6	15.0	77.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.4	11.0	10.2	11.6	10.6	14.3	11.5	15.0	76.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.7	13.4	10.1	11.9	10.7	13.9	11.8	15.0	78.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	12.7	13.0	10.4	10.0	13.9	10.4	11.7	15.0	78.0%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	12.5	11.1	10.8	13.2	10.1	10.6	11.4	15.0	76.0%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	11.6	13.1	10.1	10.0	11.1	11.4	11.2	15.0	74.7%	
5-甲基-2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.7	10.0	13.0	11.5	10.4	12.4	11.5	15.0	76.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.6	10.7	13.0	10.5	11.0	10.6	11.4	15.0	76.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.2	10.6	11.2	10.3	13.3	11.2	11.3	15.0	75.3%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.0	10.9	11.5	12.1	10.0	10.7	11.2	15.0	74.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	13.1	10.7	10.7	10.2	10.5	10.2	10.9	15.0	72.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	10.6	12.2	12.2	10.7	10.3	10.6	11.1	15.0	74.0%	
3-甲基-2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.7	10.0	10.5	10.6	10.0	11.3	10.7	15.0	71.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.8	12.1	10.6	11.2	10.7	10.0	10.9	15.0	72.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.9	10.9	10.7	11.8	12.6	10.3	11.2	15.0	74.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.5	10.8	10.4	10.8	10.5	10.0	10.8	15.0	72.0%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.8	10.1	10.2	11.6	10.0	11.5	10.7	15.0	71.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	10.8	10.7	10.0	10.3	11.0	11.0	10.6	15.0	70.7%	
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.1	10.6	10.6	10.5	10.4	10.7	10.8	15.0	72.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.2	11.1	11.5	12.4	10.7	10.6	11.1	15.0	74.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.6	10.0	12.0	12.4	11.4	10.5	11.3	15.0	75.3%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.8	10.2	10.0	10.1	10.2	12.0	10.9	15.0	72.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.3	11.0	10.0	11.0	10.7	11.3	11.2	15.0	74.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	10.7	11.9	11.8	12.3	11.7	10.7	11.5	15.0	76.7%	
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.8	12.2	10.1	11.4	11.8	12.7	11.5	15.0	76.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.4	14.6	13.9	10.4	11.8	10.5	12.1	15.0	80.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.3	10.0	12.7	12.5	11.3	10.6	11.4	15.0	76.0%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	10.8	11.9	10.0	10.4	10.5	11.9	10.9	15.0	72.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.4	10.9	10.6	12.1	10.0	11.0	11.2	15.0	74.7%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	12.6	11.1	10.0	11.5	12.6	12.4	11.7	15.0	78.0%	

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中地下水样品加标数据  
进行汇总，加标 15.0 $\mu\text{g/L}$ ，柱固相萃取方法的回收率 68.0%~80.7%。



表 1-26 地下水样品加标测定的原始测试数据（圆盘固相萃取）

化合物名称	实验室号	测定值 (µg/L)						平均值 (µg/L)	加标量 (µg/L)	加标回收率 $P_i$
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.7	14.8	11.4	12.3	10.9	12.5	12.1	15.0	80.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.5	11.6	11.2	10.8	14.5	13.6	12.2	15.0	81.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.4	11.7	13.9	10.7	13.5	12.7	12.3	15.0	82.0%
3-硝基酚	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.5	12.7	11.1	12.1	11.8	12.3	11.9	15.0	79.3%
	5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.6	11.5	12.6	10.9	13.7	13.8	12.5	15.0	83.3%
	6	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.5	11.9	14.7	12.1	12.5	11.2	12.3	15.0	82.0%
4-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		14.1	12.2	10.8	10.9	11.2	10.5	11.6	15.0	77.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.7	10.7	11.0	13.6	11.6	10.5	11.5	15.0	76.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.5	11.3	11.1	10.7	12.8	11.0	11.4	15.0	76.0%
2,4-二硝基酚	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.6	11.7	12.0	11.5	11.5	10.5	11.3	15.0	75.3%
	5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.9	11.1	10.5	11.7	11.7	11.3	11.2	15.0	74.7%
	6	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.9	13.4	13.4	12.2	10.8	11.0	12.1	15.0	80.7%
2,5-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.3	10.5	10.6	10.9	12.0	13.2	11.4	15.0	76.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.9	10.5	11.3	11.0	11.4	11.9	11.5	15.0	76.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.3	10.5	10.9	12.1	10.7	13.2	11.6	15.0	77.3%
2,4,6-三硝基酚	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.4	12.6	11.0	14.8	10.6	12.3	12.1	15.0	80.7%
	5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		13.3	11.5	10.7	10.7	10.5	11.1	11.3	15.0	75.3%
	6	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.5	10.8	10.8	10.8	11.7	12.7	11.2	15.0	74.7%
2,4,6-三硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.1	13.0	11.2	11.2	11.7	10.5	11.6	15.0	77.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.8	10.7	11.4	12.2	13.7	11.4	11.7	15.0	78.0%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2,4,6-三硝基酚		11.3	11.7	11.5	11.1	10.8	11.3	11.3	15.0	75.3%
	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.3	10.5	11.3	12.2	12.3	10.6	11.5	15.0	76.7%
	5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		15.0	11.6	11.1	10.6	10.9	10.5	11.6	15.0	77.3%
2,4,6-三硝基酚	6	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.1	14.3	11.1	12.0	10.5	11.8	11.8	15.0	78.7%
	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.8	10.5	11.8	11.8	11.3	13.3	11.9	15.0	79.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2,4,6-三硝基酚		12.9	12.0	10.5	11.3	14.8	11.2	12.1	15.0	80.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.0	12.0	12.5	11.2	10.5	11.8	11.5	15.0	76.7%
	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.2	14.1	12.6	12.3	12.2	10.9	12.2	15.0	81.3%
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	

		11.2	12.3	12.8	10.7	10.7	11.2	11.5	15.0	76.7%
	6	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.6	10.7	10.5	12.1	12.2	11.3	11.4	15.0	76.0%
2,6-二硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.1	13.1	10.9	11.4	12.6	13.1	12.2	15.0	81.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.8	12.3	13.1	13.4	11.5	14.0	12.5	15.0	83.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.9	11.1	11.2	11.4	12.3	13.0	11.8	15.0	78.7%
	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.1	11.6	12.6	11.5	12.6	14.9	12.4	15.0	82.7%
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	14.9	11.8	12.6	10.6	12.4	11.4	12.3	15.0	82.0%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.3	13.0	14.1	10.6	12.3	11.4	12.1	15.0	80.7%	
4-甲基-2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.9	12.3	13.1	12.1	11.3	12.3	12.2	15.0	81.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.9	12.1	11.3	11.8	13.5	10.7	11.9	15.0	79.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.5	13.1	12.4	12.4	12.0	12.1	12.1	15.0	80.7%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.2	12.1	10.7	11.7	14.1	14.0	12.3	15.0	82.0%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.9	11.9	11.2	12.6	14.9	10.7	12.2	15.0	81.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.5	10.9	11.6	14.9	12.1	11.5	12.1	15.0	80.7%	
3-甲基-4-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.2	12.7	11.7	11.1	13.0	10.6	11.9	15.0	79.3%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.4	10.9	12.6	11.5	13.3	11.9	12.1	15.0	80.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		12.0	12.2	11.7	10.5	11.3	12.6	11.7	15.0	78.0%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.0	12.0	10.5	11.6	11.4	11.5	11.5	15.0	76.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.1	10.5	12.6	10.6	10.8	12.1	11.6	15.0	77.3%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.6	10.9	11.4	10.5	12.2	11.4	11.3	15.0	75.3%	
5-甲基-2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.6	10.6	10.6	11.4	14.1	12.0	11.7	15.0	78.0%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.0	11.0	11.4	11.3	13.4	10.8	11.5	15.0	76.7%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.8	12.4	11.4	12.7	14.2	10.8	12.2	15.0	81.3%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.8	11.2	10.5	11.9	10.8	11.7	11.3	15.0	75.3%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.2	10.5	12.0	11.0	12.7	11.0	11.4	15.0	76.0%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	11.6	11.7	12.1	10.9	12.0	11.3	11.6	15.0	77.3%	
3-甲基-2-硝基酚	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.5	11.1	13.7	11.3	12.2	12.0	11.8	15.0	78.7%
	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		10.8	11.3	12.9	10.8	13.1	14.3	12.2	15.0	81.3%
	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		11.4	12.8	11.1	10.7	11.5	11.0	11.4	15.0	76.0%
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	12.3	11.4	11.5	10.9	12.5	10.5	11.5	15.0	76.7%	
5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.7	11.3	11.1	11.9	14.5	11.3	12.3	15.0	82.0%	
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	13.4	10.7	11.8	11.4	14.5	10.7	12.1	15.0	80.7%	
6-甲基	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—

-2,4-二硝基酚	2	10.6	12.3	11.9	12.2	10.5	12.3	11.6	15.0	77.3%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
	3	12.3	11.3	11.0	10.8	11.2	10.5	11.2	15.0	74.7%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
	4	10.9	11.8	11.2	11.1	12.9	11.1	11.5	15.0	76.7%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
5	13.1	11.6	10.7	10.5	11.9	10.7	11.4	15.0	76.0%	
	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
6	11.2	12.1	12.2	10.5	10.8	11.0	11.3	15.0	75.3%	
	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	14.0	12.0	11.1	10.8	10.5	10.7	11.5	15.0	76.7%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2	12.7	11.3	10.6	10.9	10.5	14.2	11.7	15.0	78.0%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
	3	11.7	10.5	10.6	11.5	11.6	10.6	11.1	15.0	74.0%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
	4	12.9	10.5	11.9	11.1	10.5	12.1	11.5	15.0	76.7%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
	5	12.5	12.2	10.6	10.5	11.3	10.8	11.3	15.0	75.3%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
	6	12.9	11.1	10.5	11.3	11.0	10.5	11.2	15.0	74.7%
		—	—	—	—	—	—	—	—	—
6	11.5	10.6	10.9	14.2	13.5	12.4	12.2	15.0	81.3%	
	—	—	—	—	—	—	—	—	—	

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中地下水样品加标数据  
 据进行汇总，加标 15.0μg/L，圆盘固相萃取方法的回收率 74.0%~83.3%。

表 1-27 城市污水处理厂废水加标测定的原始测试数据（液液萃取）

化合物名称	实验室号	测定值 (μg/L)						平均值 (μg/L)	加标量 (μg/L)	加标回收率 $P_i$
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基酚	1	10.6	10.5	10.5	10.5	10.7	10.3	10.5	—	—
		23.0	22.1	21.9	21.1	22.9	22.1	22.2	15.0	77.9%
	2	10.5	10.7	10.6	10.5	10.5	10.5	10.6	—	—
		21.7	21.3	22.8	22.4	22.1	22.4	22.1	15.0	77.0%
	3	10.6	10.4	10.5	10.5	10.2	10.3	10.4	—	—
		21.9	20.5	21.8	22.5	22.7	22.0	21.9	15.0	76.6%
	4	10.2	10.8	10.7	10.6	10.4	10.3	10.5	—	—
		22.3	21.9	22.3	22.8	22.5	21.9	22.3	15.0	78.7%
	5	10.5	10.3	10.5	10.7	10.6	10.4	10.5	—	—
		22.7	22.0	22.9	22.4	22.4	22.0	22.4	15.0	79.3%
	6	10.9	10.7	10.6	10.5	10.1	10.5	10.6	—	—
		23.0	22.4	21.6	23.0	21.3	22.0	22.2	15.0	77.7%
3-硝基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.1	10.7	10.6	12.0	10.2	12.8	11.4	15.0	76.0%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.3	11.0	10.2	10.8	11.9	11.6	11.3	15.0	75.3%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.7	12.1	10.7	10.9	11.9	11.7	11.5	15.0	76.7%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.2	10.5	12.3	12.6	12.6	10.3	11.6	15.0	77.3%
	5	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.0	12.5	10.2	10.5	10.7	11.2	11.2	15.0	74.7%
	6	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.1	11.5	10.5	11.0	12.4	11.5	11.5	15.0	76.7%
4-硝基酚	1	11.2	11.3	11.4	11.5	11.6	11.2	11.4	—	—
		23.1	21.9	23.8	23.0	22.7	24.0	23.1	15.0	78.2%
	2	11.2	11.4	11.6	11.1	11.0	11.4	11.3	—	—
		23.7	23.9	21.1	23.6	23.1	23.9	23.2	15.0	79.4%

	3	11.1	11.5	11.2	11.3	11.6	11.7	11.4	—	—
		22.9	23.1	23.3	23.3	22.2	23.8	23.1	15.0	78.0%
	4	11.1	11.2	11.3	11.4	11.5	11.1	11.3	—	—
		23.5	23.4	23.2	23.4	22.8	24.0	23.4	15.0	80.9%
	5	11.2	11.3	11.6	11.5	11.3	11.2	11.4	—	—
		22.6	23.7	22.5	23.6	24.0	22.9	23.2	15.0	79.0%
6	11.1	11.5	11.3	11.4	11.2	11.9	11.4	—	—	
	24.0	23.2	23.4	23.6	23.5	23.4	23.5	15.0	80.7%	
2,4-二硝基酚	1	5.2	5.2	5.2	5.3	5.3	5.4	5.3	—	—
		17.5	17.4	17.0	16.4	17.4	16.8	17.1	15.0	78.9%
	2	5.5	5.4	5.2	5.1	5.3	5.2	5.3	—	—
		17.0	17.9	17.4	17.6	17.5	17.4	17.5	15.0	81.4%
	3	5.6	5.1	5.0	5.5	5.6	5.5	5.4	—	—
		16.9	17.4	17.7	16.9	17.7	17.3	17.3	15.0	79.4%
	4	5.7	5.5	5.4	5.5	5.6	5.7	5.6	—	—
		17.4	17.3	17.4	17.5	16.9	17.9	17.4	15.0	78.9%
	5	5.8	5.9	5.2	5.4	5.3	5.5	5.5	—	—
		17.3	19.2	17.5	18.3	16.8	16.0	17.5	15.0	79.9%
	6	5.1	5.2	5.3	5.1	5.2	5.2	5.2	—	—
		16.9	16.6	17.7	19.3	18.1	17.0	17.6	15.0	82.8%
2,5-二硝基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.9	11.7	12.4	11.6	13.0	12.8	12.2	15.0	81.3%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		13.0	11.9	12.3	11.8	13.0	11.2	12.2	15.0	81.3%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.7	12.7	12.7	11.3	10.2	12.0	11.6	15.0	77.3%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.6	11.5	10.4	11.7	11.3	11.6	11.5	15.0	76.7%
	5	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.3	12.3	11.7	10.2	12.1	12.8	11.9	15.0	79.3%
	6	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		13.0	12.5	12.6	11.6	12.5	10.9	12.2	15.0	81.3%
2,6-二硝基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.5	12.1	12.7	11.8	12.3	13.0	12.4	15.0	82.7%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.9	10.8	12.0	12.5	13.0	12.6	12.3	15.0	82.0%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.0	12.7	11.8	12.3	11.4	13.0	12.2	15.0	81.3%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		13.0	12.2	11.6	12.5	11.3	12.0	12.1	15.0	80.7%
	5	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.9	11.4	11.2	10.3	13.0	12.7	11.9	15.0	79.3%
	6	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.6	11.0	12.7	12.9	12.9	11.1	12.2	15.0	81.3%
4-甲基-2-硝基酚	1	10.5	10.4	10.3	10.6	10.1	10.3	10.4	—	—
		21.8	20.3	21.9	20.9	20.3	20.7	21.0	15.0	70.9%
	2	10.1	10.4	10.2	10.1	10.3	10.5	10.3	—	—
		21.5	22.5	22.0	22.5	22.1	22.1	22.1	15.0	78.9%
	3	10.2	10.4	10.2	10.2	10.2	10.5	10.3	—	—
		21.3	22.5	20.2	22.4	20.9	21.7	21.5	15.0	74.8%
	4	10.5	10.3	10.4	10.1	10.5	10.1	10.3	—	—
		21.1	21.9	21.2	21.0	21.9	20.7	21.3	15.0	73.2%
	5	10.6	10.7	10.1	10.2	10.9	9.99	10.4	—	—
		22.5	20.6	22.5	21.1	20.3	21.5	21.4	15.0	73.2%
	6	10.2	10.2	10.5	10.4	10.8	10.3	10.4	—	—
		20.5	22.4	20.1	21.8	21.9	22.3	21.5	15.0	74.0%
3-甲基-4-硝基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.2	10.7	10.5	11.0	10.6	10.6	10.6	15.0	70.7%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.3	10.6	10.4	11.9	10.2	10.9	10.7	15.0	71.3%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.8	10.2	10.5	11.8	10.1	10.3	10.8	15.0	72.0%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.6	10.0	11.1	10.4	11.0	10.0	10.5	15.0	70.0%

	5	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.7	10.3	11.6	10.0	10.9	10.9	10.9	15.0	72.7%
	6	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.9	11.8	10.7	13.0	10.4	10.4	11.2	15.0	74.7%
5-甲基 -2-硝基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.1	10.1	10.5	10.6	10.3	10.2	10.3	15.0	68.7%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.0	10.1	10.2	10.4	10.4	10.4	10.4	15.0	69.3%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.3	10.4	10.2	10.0	10.2	10.1	10.2	15.0	68.0%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.6	11.4	10.3	10.1	11.2	12.0	11.1	15.0	74.0%
	5	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.2	10.3	10.6	11.3	10.2	10.3	10.5	15.0	70.0%
	6	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.0	10.1	11.0	10.8	10.4	11.3	10.6	15.0	70.7%
3-甲基 -2-硝基酚	1	4.2	4.3	4.1	4.5	3.9	4.1	4.2	—	—
		14.2	14.0	14.3	14.5	14.9	14.5	14.4	15.0	68.1%
	2	4.4	4.1	3.8	4.0	4.2	4.3	4.1	—	—
		14.4	14.4	14.0	14.2	14.0	14.2	14.2	15.0	67.1%
	3	4.5	4.3	4.1	4.5	4.1	4.2	4.3	—	—
		14.9	14.4	14.4	14.0	14.0	15.3	14.5	15.0	68.1%
	4	4.1	4.4	4.3	4.4	4.2	4.2	4.3	—	—
		14.9	14.7	14.6	14.5	14.3	14.7	14.6	15.0	68.9%
	5	3.9	4.1	4.2	4.3	4.5	4.1	4.2	—	—
		15.8	14.1	14.4	14.6	14.0	15.3	14.7	15.0	70.1%
	6	3.9	4.2	4.4	4.6	4.4	4.5	4.3	—	—
		15.2	14.1	15.7	14.5	14.9	14.3	14.8	15.0	69.8%
6-甲基 -2,4-二硝基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.2	11.5	12.3	12.9	10.3	10.8	11.5	15.0	76.7%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.8	11.5	10.5	11.0	11.7	12.0	11.4	15.0	76.0%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.2	11.3	11.6	11.0	11.0	13.0	11.5	15.0	76.7%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.5	12.6	10.7	12.6	10.2	10.3	11.3	15.0	75.3%
	5	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.2	12.7	12.4	10.8	11.7	11.8	11.6	15.0	77.3%
	6	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.0	12.8	12.1	12.5	12.6	10.8	12.1	15.0	80.7%
2,6-二 甲基 -4-硝基酚	1	11.2	11.3	11.5	11.6	11.7	11.1	11.4	—	—
		22.4	23.0	22.8	22.8	23.0	22.8	22.8	15.0	76.0%
	2	11.1	11.9	11.2	11.2	11.5	11.3	11.4	—	—
		22.8	22.5	22.9	22.8	22.0	22.6	22.6	15.0	74.9%
	3	11.2	11.2	11.5	10.8	12.1	11.9	11.5	—	—
		20.9	22.6	22.8	21.2	22.8	22.9	22.2	15.0	71.7%
	4	11.5	11.3	11.3	12.5	11.1	11.3	11.5	—	—
		22.2	22.3	22.4	23.0	21.8	22.0	22.3	15.0	72.0%
	5	10.8	10.5	11.2	11.3	12.2	12.1	11.4	—	—
		22.0	22.7	22.8	22.9	21.9	22.0	22.4	15.0	73.7%
	6	10.5	10.9	11.9	11.2	11.3	11.5	11.2	—	—
		22.7	22.8	22.0	22.5	22.6	23.0	22.6	15.0	75.9%

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中城市污水处理厂样品加标数据进行汇总，加标 15.0 $\mu\text{g/L}$ ，液液萃取方法的回收率 67.1%~82.8%。

表 1-28 城市污水处理厂废水加标测定的原始测试数据（柱固相萃取）

化合物名称	实验室号	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率 $P_i$
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			

2-硝基酚	1	10.2	10.5	10.6	10.2	10.4	10.0	10.3	—	—
		23.0	22.9	22.4	23.0	22.5	22.9	22.8	15.0	83.3%
	2	10.1	10.4	10.0	10.4	10.0	10.2	10.2	—	—
		23.0	22.9	22.8	21.5	22.6	21.7	22.4	15.0	81.5%
	3	10.6	10.5	11.3	10.1	10.0	11.6	10.7	—	—
		23.0	23.0	22.2	22.6	22.3	22.8	22.6	15.0	79.3%
	4	10.9	10.6	10.4	10.7	10.5	10.7	10.6	—	—
		23.0	22.8	23.0	22.1	21.5	22.6	22.5	15.0	79.2%
	5	11.0	10.7	10.9	10.7	11.0	10.4	10.8	—	—
		21.2	22.2	22.5	22.9	22.6	22.8	22.4	15.0	77.4%
	6	10.7	10.2	10.1	10.6	11.0	10.4	10.5	—	—
		23.0	22.1	22.9	22.2	21.4	22.8	22.4	15.0	79.5%
3-硝基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.0	10.1	10.9	10.8	10.5	9.9	10.5	15.0	70.0%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.1	10.0	11.2	10.4	10.3	10.7	10.6	15.0	70.7%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.0	10.6	11.7	11.6	10.1	10.0	10.7	15.0	71.3%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.5	10.7	9.9	10.1	10.6	10.7	10.4	15.0	69.3%
	5	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.5	10.3	10.0	10.0	11.0	10.1	10.3	15.0	68.7%
	6	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.2	10.7	10.6	10.9	11.1	10.2	10.6	15.0	70.7%
4-硝基酚	1	11.1	10.9	11.6	11.6	12.0	11.8	11.5	—	—
		21.9	22.2	20.3	22.8	21.3	20.8	21.5	15.0	66.8%
	2	11.8	11.7	11.7	11.3	10.6	10.6	11.3	—	—
		21.4	21.8	21.6	21.2	20.3	20.7	21.2	15.0	66.0%
	3	10.6	11.9	12.0	11.5	11.8	11.7	11.6	—	—
		22.9	22.2	21.0	21.9	22.5	21.8	22.1	15.0	70.1%
	4	11.9	11.2	11.1	11.6	11.9	10.9	11.4	—	—
		23.0	22.7	22.6	21.6	22.8	22.6	22.6	15.0	74.6%
	5	11.4	12.0	11.3	10.7	10.8	11.0	11.2	—	—
		23.0	22.2	22.7	22.1	22.3	22.9	22.5	15.0	75.4%
	6	12.0	11.3	12.0	11.5	11.7	11.6	11.7	—	—
		23.0	22.7	22.2	22.4	22.3	22.8	22.6	15.0	72.7%
2,4-二硝基酚	1	5.1	5.0	5.1	5.0	5.0	5.4	5.1	—	—
		17.5	17.0	15.7	15.7	17.5	16.1	16.6	15.0	76.6%
	2	5.2	5.6	5.7	5.8	5.0	5.0	5.4	—	—
		15.6	16.5	17.1	15.6	15.3	17.2	16.2	15.0	72.1%
	3	5.1	5.8	5.9	5.7	5.1	5.4	5.5	—	—
		16.1	17.4	16.8	15.0	16.7	15.7	16.3	15.0	71.9%
	4	5.6	5.6	5.0	5.9	5.4	5.4	5.5	—	—
		17.3	15.3	16.2	17.0	17.2	15.5	16.4	15.0	72.7%
	5	5.6	5.7	5.6	6.0	5.3	5.9	5.7	—	—
		16.3	16.6	16.7	16.2	17.0	17.4	16.7	15.0	73.3%
	6	5.6	5.3	5.5	5.3	5.2	5.5	5.4	—	—
		17.5	16.7	17.0	17.1	16.4	16.3	16.8	15.0	76.1%
2,5-二硝基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.8	11.8	12.5	11.4	10.1	11.0	11.6	15.0	77.3%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.3	11.4	12.8	10.2	10.8	12.5	11.5	15.0	76.7%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.5	9.9	11.9	10.7	11.7	12.4	11.2	15.0	74.7%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.9	12.0	10.3	11.7	12.6	10.9	11.4	15.0	76.0%
	5	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.3	10.1	10.4	12.5	10.8	12.8	11.5	15.0	76.7%
	6	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.3	10.4	11.5	12.7	11.1	12.0	11.7	15.0	78.0%
2,6-二硝基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.9	10.3	10.1	10.9	12.9	12.6	11.6	15.0	77.3%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
10.9		11.8	10.4	12.7	10.3	12.7	11.5	15.0	76.7%	

	3	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		9.9	12.3	11.2	12.7	11.2	10.9	11.4	15.0	76.0%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		10.9	11.7	11.2	11.0	11.7	11.3	11.3	15.0	75.3%
	5	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.8	11.7	11.1	12.9	11.4	10.4	11.7	15.0	78.0%
6	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—	
	11.1	12.7	11.6	11.1	10.3	13.0	11.6	15.0	77.3%	
4-甲基 -2-硝 基酚	1	10.0	10.3	10.8	9.8	10.4	10.0	10.2	—	—
		23.0	22.0	23.0	22.7	23.0	22.7	22.7	15.0	83.3%
	2	10.6	10.7	10.9	10.3	10.8	10.4	10.6	—	—
		22.0	22.3	23.0	22.9	22.9	22.6	22.6	15.0	79.9%
	3	10.5	10.8	10.3	10.2	9.7	10.4	10.3	—	—
		23.0	22.7	22.3	22.6	22.7	22.9	22.7	15.0	82.6%
	4	11.0	10.7	11.0	10.3	10.5	10.8	10.7	—	—
		23.0	23.0	22.7	22.8	22.6	22.7	22.8	15.0	80.6%
	5	10.0	10.4	10.8	10.0	10.3	10.8	10.4	—	—
		23.0	22.4	22.5	21.9	22.4	22.9	22.5	15.0	80.8%
	6	10.0	11.0	10.2	10.7	10.2	10.9	10.5	—	—
		23.0	22.4	22.8	22.7	22.7	22.4	22.7	15.0	81.3%
3-甲基 -4-硝 基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.8	12.6	12.0	12.6	12.5	12.4	12.3	15.0	82.0%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		13.0	12.5	12.2	12.9	12.7	11.8	12.5	15.0	83.3%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		13.0	11.9	12.0	13.0	12.2	12.2	12.4	15.0	82.7%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		13.0	12.5	12.2	12.6	12.5	12.9	12.6	15.0	84.0%
	5	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.4	13.0	13.0	13.0	10.7	12.1	12.2	15.0	81.3%
	6	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.6	11.7	12.3	12.4	12.3	11.2	12.1	15.0	80.7%
5-甲基 -2-硝 基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.2	12.3	11.9	12.6	11.2	12.9	12.2	15.0	81.3%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		13.0	12.7	12.1	12.7	12.8	12.3	12.6	15.0	84.0%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		13.0	12.9	12.5	12.8	12.1	12.8	12.7	15.0	84.7%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		13.0	12.4	12.5	13.0	11.7	12.4	12.5	15.0	83.3%
	5	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		13.0	12.5	13.0	12.8	11.4	11.9	12.4	15.0	82.7%
	6	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.5	12.3	11.6	11.6	12.3	12.9	12.2	15.0	81.3%
3-甲基 -2-硝 基酚	1	4.9	4.1	4.9	4.2	4.9	4.1	4.5	—	—
		15.2	16.3	16.1	16.5	16.3	15.6	16.0	15.0	76.6%
	2	4.0	4.1	4.4	4.1	4.2	5.0	4.3	—	—
		16.3	15.1	17.0	15.8	16.8	16.4	16.2	15.0	79.4%
	3	4.6	4.9	4.5	4.9	5.0	4.4	4.7	—	—
		16.0	15.3	16.9	16.4	16.4	16.8	16.3	15.0	77.3%
	4	4.3	4.1	4.3	4.3	4.6	4.8	4.4	—	—
		15.0	15.9	16.3	16.1	15.2	16.8	15.9	15.0	76.6%
	5	4.2	4.3	4.4	4.0	4.2	4.1	4.2	—	—
		15.4	15.2	16.6	16.8	16.3	16.8	16.2	15.0	80.0%
	6	4.3	4.0	4.8	4.7	4.7	4.6	4.5	—	—
		17.0	16.9	17.0	16.6	16.4	16.5	16.7	15.0	81.3%
6-甲基 -2,4-二 硝基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		13.0	11.4	12.7	12.6	12.1	12.7	12.4	15.0	82.7%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		13.0	11.9	12.6	12.7	12.6	12.7	12.6	15.0	84.0%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.9	11.9	12.6	11.2	13.0	12.2	12.3	15.0	82.0%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.7	11.4	12.0	11.4	11.0	12.9	11.9	15.0	79.3%

	5	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		13.0	11.3	11.9	11.3	12.9	12.9	12.2	15.0	81.3%
	6	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		13.0	11.9	11.6	11.5	13.0	11.7	12.1	15.0	80.7%
2,6-二 甲基 -4-硝 基酚	1	11.7	11.6	11.8	11.3	11.8	12.0	11.7	—	—
		24.6	23.6	24.5	24.3	24.4	25.0	24.4	15.0	84.6%
	2	12.0	11.8	11.8	11.0	10.8	11.8	11.5	—	—
		24.3	24.5	23.6	24.2	24.3	24.9	24.3	15.0	85.3%
	3	12.0	11.3	11.9	11.9	10.9	11.6	11.6	—	—
		24.9	23.6	24.5	24.6	24.4	23.4	24.2	15.0	83.9%
	4	11.0	10.9	11.2	11.9	11.7	11.6	11.4	—	—
		24.2	25.0	24.2	24.6	24.1	24.9	24.5	15.0	87.4%
	5	12.0	11.6	11.8	11.7	11.8	11.8	11.8	—	—
		25.0	24.5	24.3	25.0	24.8	23.9	24.6	15.0	85.4%
	6	11.3	11.2	11.7	11.7	12.0	11.7	11.6	—	—
		25.0	24.1	24.9	25.0	24.4	24.8	24.7	15.0	87.3%

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中城市污水处理厂样品加标数据进行汇总，加标 15.0 $\mu\text{g/L}$ ，柱固相萃取方法的回收率 66.0%~87.4%。

表 1-29 城市污水处理厂废水测定的原始测试数据（圆盘固相萃取）

化合物 名称	实 验 室 号	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )						平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收 率 $P_i$
		第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次			
2-硝基 酚	1	11.2	10.4	11.5	10.4	11.5	10.6	10.9	—	—
		23.2	23.8	22.5	23.6	23.9	21.5	23.1	15.0	81.2%
	2	11.1	10.2	11.1	10.4	10.3	11.6	10.8	—	—
		23.6	22.2	23.8	22.7	23.2	23.8	23.2	15.0	82.8%
	3	10.2	10.1	10.0	10.5	11.1	11.8	10.6	—	—
		24.0	23.1	23.4	23.3	23.0	23.4	23.4	15.0	85.2%
	4	10.4	10.1	10.0	10.2	10.5	11.3	10.4	—	—
		23.7	23.8	22.8	23.0	23.9	22.1	23.2	15.0	85.2%
	5	10.4	10.0	10.1	10.1	10.3	10.4	10.2	—	—
		23.2	22.8	23.0	23.8	23.4	22.3	23.1	15.0	85.9%
	6	10.8	10.0	10.7	10.0	11.0	11.0	10.6	—	—
		23.8	23.6	23.8	23.1	23.7	23.0	23.5	15.0	86.1%
3-硝基 酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.5	12.7	13.0	12.5	10.7	12.5	12.3	15.0	82.0%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		13.0	12.2	12.4	12.1	13.0	12.4	12.5	15.0	83.3%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.7	12.3	12.7	11.8	12.2	11.5	12.2	15.0	81.3%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		11.5	12.9	12.9	12.9	11.1	11.5	12.1	15.0	80.7%
	5	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.1	11.8	11.6	12.1	13.0	10.9	11.9	15.0	79.3%
	6	0	0	0	0	0	0	0.0	—	—
		12.7	12.7	11.9	11.9	12.6	12.7	12.4	15.0	82.7%
4-硝基 酚	1	11.8	11.6	11.7	11.9	11.6	11.0	11.6	—	—
		23.5	22.3	23.3	22.5	23.8	23.0	23.1	15.0	76.7%
	2	12.0	11.8	12.0	11.5	11.4	11.5	11.7	—	—
		23.8	22.6	23.8	23.8	22.3	23.5	23.3	15.0	77.4%
	3	10.3	11.0	12.0	11.4	11.9	11.7	11.4	—	—
		24.0	23.8	23.7	22.3	22.6	23.8	23.4	15.0	80.1%
	4	12.0	12.0	11.9	11.8	11.3	10.0	11.5	—	—
		23.5	21.3	23.8	22.8	23.8	24.0	23.2	15.0	78.0%
	5	12.0	11.8	12.0	11.9	11.4	11.1	11.7	—	—
		23.5	23.9	22.2	22.3	23.9	21.6	22.9	15.0	74.7%



	6	11.5	11.9	11.8	10.7	11.8	11.7	11.6	---	---
		24.0	22.6	24.0	23.8	23.1	22.8	23.4	15.0	78.8%
2,4-二硝基酚	1	6.0	5.7	5.9	5.6	5.7	5.8	5.8	---	---
		18.7	17.6	17.4	16.6	17.6	16.4	17.4	15.0	77.3%
	2	5.8	5.6	5.5	5.7	5.7	5.8	5.7	---	---
		18.1	16.8	17.2	16.5	18.3	16.2	17.2	15.0	76.7%
	3	6.0	5.7	5.7	5.9	5.8	5.7	5.8	---	---
		17.0	18.5	17.0	17.1	18.6	16.4	17.4	15.0	77.4%
	4	5.9	5.8	6.0	5.6	5.3	5.6	5.7	---	---
		18.0	17.5	17.0	16.6	17.5	18.3	17.5	15.0	78.7%
	5	6.0	5.7	5.8	5.9	6.0	6.0	5.9	---	---
		18.5	18.4	16.2	17.3	16.1	17.9	17.4	15.0	76.6%
	6	5.5	6.0	5.4	5.6	5.1	5.9	5.6	---	---
		17.1	17.5	18.1	17.3	16.8	16.3	17.2	15.0	77.4%
2,5-二硝基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		10.9	11.5	12.4	12.7	13.0	12.7	12.2	15.0	81.3%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		12.4	11.6	12.5	11.8	12.6	13.0	12.3	15.0	82.0%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		13.0	12.0	12.4	13.0	12.0	11.3	12.3	15.0	82.0%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		12.7	12.8	11.3	10.8	12.7	13.0	12.2	15.0	81.3%
	5	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		11.8	12.7	12.7	12.0	12.7	12.4	12.4	15.0	82.7%
	6	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		11.5	11.8	12.5	13.0	12.0	12.3	12.2	15.0	81.3%
2,6-二硝基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		12.9	11.7	11.5	10.7	11.1	13.0	11.8	15.0	78.7%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		11.0	11.2	12.6	12.5	11.2	10.6	11.5	15.0	76.7%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		11.0	10.9	11.1	12.7	11.9	12.6	11.7	15.0	78.0%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		12.3	12.2	10.8	12.5	10.7	12.9	11.9	15.0	79.3%
	5	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		13.0	12.2	12.2	12.4	11.4	11.6	12.1	15.0	80.7%
	6	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		10.9	10.8	12.7	11.2	11.9	11.3	11.5	15.0	76.7%
4-甲基-2-硝基酚	1	10.1	11.0	10.7	10.9	10.9	10.6	10.7	---	---
		23.1	23.8	21.9	23.7	23.2	23.1	23.1	15.0	82.7%
	2	11.0	11.0	10.7	10.8	10.6	10.6	10.8	---	---
		23.4	23.8	23.6	23.7	23.5	22.7	23.5	15.0	84.8%
	3	10.1	10.8	10.9	10.5	10.9	10.3	10.6	---	---
		23.8	22.5	23.8	23.6	22.9	22.5	23.2	15.0	84.1%
	4	10.9	10.4	10.9	10.0	10.4	9.9	10.4	---	---
		23.2	21.9	22.8	23.0	23.6	22.9	22.9	15.0	83.2%
	5	10.3	10.8	10.3	10.9	10.0	10.7	10.5	---	---
		22.1	23.3	23.0	22.7	22.4	21.6	22.5	15.0	79.9%
	6	11.0	10.9	11.0	10.9	10.4	10.7	10.8	---	---
		23.7	21.6	21.6	23.3	22.2	21.8	22.4	15.0	77.3%
3-甲基-4-硝基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		11.5	12.4	12.9	11.6	12.3	11.9	12.1	15.0	80.7%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		11.7	11.9	12.4	12.4	11.0	12.1	11.9	15.0	79.3%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		12.4	11.3	12.6	12.7	12.8	11.3	12.2	15.0	81.3%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		13.0	12.9	11.9	12.1	11.9	12.1	12.3	15.0	82.0%
	5	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		13.0	13.0	12.5	12.1	12.1	12.4	12.5	15.0	83.3%

	6	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		11.4	10.8	11.8	12.0	12.4	12.4	11.8	15.0	78.7%
5-甲基 -2-硝 基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		12.5	12.6	10.9	12.4	12.5	13.0	12.3	15.0	82.0%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		12.4	11.9	12.2	12.8	12.4	12.7	12.4	15.0	82.7%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		13.0	11.8	12.6	12.2	11.9	11.7	12.2	15.0	81.3%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		13.0	12.3	12.5	12.0	12.7	12.4	12.5	15.0	83.3%
	5	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		13.0	12.3	12.8	12.6	12.0	12.8	12.6	15.0	84.0%
	6	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		13.0	13.0	12.9	11.7	12.0	12.3	12.5	15.0	83.3%
3-甲基 -2-硝 基酚	1	5.0	4.8	4.6	4.6	3.8	4.8	4.6	---	---
		15.6	15.9	17.4	17.4	17.2	15.6	16.5	15.0	79.3%
	2	5.0	4.6	4.3	5.0	5.0	4.9	4.8	---	---
		16.8	17.4	16.8	16.9	15.9	16.5	16.7	15.0	79.4%
	3	5.0	4.3	5.0	4.8	4.4	4.7	4.7	---	---
		16.3	16.0	15.6	15.8	15.8	16.0	15.9	15.0	74.6%
	4	4.9	4.8	4.7	4.4	3.5	4.7	4.5	---	---
		16.1	15.6	16.7	16.4	17.0	15.6	16.2	15.0	78.0%
	5	5.0	4.3	4.9	4.3	4.4	4.7	4.6	---	---
		17.3	16.7	16.6	16.1	16.2	15.5	16.4	15.0	78.7%
	6	5.0	4.8	4.6	5.0	4.6	4.8	4.8	---	---
		17.1	15.7	16.3	17.2	17.3	17.4	16.8	15.0	80.1%
6-甲基 -2,4-二 硝基酚	1	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		11.4	12.6	12.7	10.8	11.3	12.1	11.8	15.0	78.7%
	2	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		12.0	10.6	11.3	10.6	12.7	11.2	11.4	15.0	76.0%
	3	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		11.3	10.7	12.8	11.9	10.6	12.1	11.6	15.0	77.3%
	4	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		10.9	12.5	11.2	12.1	11.0	11.3	11.5	15.0	76.7%
	5	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		11.5	11.1	11.0	10.8	10.9	11.7	11.2	15.0	74.7%
	6	0	0	0	0	0	0	0.0	---	---
		11.5	11.6	11.5	11.6	10.8	12.8	11.6	15.0	77.3%
2,6-二 甲基 -4-硝 基酚	1	11.6	12.4	12.0	11.0	11.0	11.2	11.5	---	---
		23.1	25.0	24.8	23.4	22.8	24.3	23.9	15.0	82.6%
	2	12.0	11.8	11.1	11.6	11.8	11.9	11.7	---	---
		22.7	24.6	23.0	23.2	24.4	24.7	23.8	15.0	80.7%
	3	10.7	12.1	12.0	12.4	12.0	12.1	11.9	---	---
		24.8	23.2	24.5	24.0	24.2	24.4	24.2	15.0	82.1%
	4	11.0	11.4	11.9	11.7	12.4	11.4	11.6	---	---
		25.0	24.3	24.7	24.1	23.9	24.7	24.5	15.0	85.9%
	5	12.0	10.7	11.8	10.6	11.9	11.9	11.5	---	---
		23.1	23.7	24.5	24.5	22.5	24.9	23.9	15.0	82.8%
	6	11.1	10.6	10.8	12.1	12.4	11.4	11.4	---	---
		24.8	23.3	23.6	24.7	24.2	23.8	24.1	15.0	84.6%

通过对 6 家实验室对《水质 硝基酚类的测定 气相色谱-质谱法》中城市污水处理厂样品加标数据进行汇总，加标 15.0 $\mu\text{g/L}$ ，柱固相萃取方法的回收率 74.6%~86.1%。

## 2 方法验证数据汇总

### 2.1 方法检出限、测定下限（补充）、精密度数据汇总

表 2-1 为对 6 家实验室方法验证结果中检出限、测定下限及精密度的统计分析，其结果如下：

**表 2-1 检出限、测定下限和精密度测试数据汇总表(液液萃取)**

化合物名称	检出限(μg/L)	测定下限(μg/L)	精密度统计结果					
			加标水平	总均值(μg/L)	实验室内相对标准偏差(%)	实验室间相对标准偏差(%)	重复性限 r(μg/L)	再现性限 R(μg/L)
2-硝基酚	1.2	4.8	1	4.4	4.2~6.6	3.8	0.71	0.80
			2	14.4	2.2~5.2	1.1	1.46	1.51
			3	49.0	1.0~1.9	0.9	1.97	2.16
3-硝基酚	1.1	4.5	1	4.7	6.0~9.4	3.5	1.01	1.03
			2	14.5	1.4~7.0	1.3	1.59	1.63
			3	49.3	0.6~3.0	0.7	2.67	2.72
4-硝基酚	1.3	5.0	1	4.6	5.2~10.2	6.3	1.05	1.26
			2	14.3	3.4~6.3	0.8	1.75	1.86
			3	49.5	0.6~1.9	0.6	1.62	1.69
2,4-二硝基酚	0.7	2.7	1	4.6	4.2~11.3	5.2	0.86	1.03
			2	14.6	0.7~3.9	1.5	1.01	1.11
			3	48.9	0.8~2.0	0.8	2.16	2.27
2,5-二硝基酚	1.0	3.9	1	4.5	4.2~8.9	6.2	0.79	1.06
			2	14.9	1.6~5.3	2.2	1.40	1.56
			3	49.1	0.6~2.5	1.1	2.05	2.42
2,6-二硝基酚	0.8	3.2	1	4.6	3.7~7.5	3.0	0.73	0.77
			2	15.1	1.6~5.0	1.3	1.58	1.62
			3	49.1	0.9~1.8	0.9	2.01	2.21
4-甲基-2-硝基酚	0.8	3.1	1	4.9	7.8~11.0	6.0	1.28	1.43
			2	14.6	3.4~12.0	2.4	2.83	2.89
			3	49.4	0.4~2.4	1.0	1.72	2.07
3-甲基-4-硝基酚	0.7	2.7	1	4.7	3.6~7.8	5.9	0.86	1.10
			2	14.4	2.2~9.0	0.7	1.94	2.08
			3	49.0	0.5~2.3	1.1	2.17	2.46
5-甲基-2-硝基酚	0.7	2.7	1	4.6	3.1~12.4	2.6	1.00	1.03
			2	14.5	1.0~6.3	1.7	1.49	1.53
			3	48.8	0.7~2.1	1.8	1.96	3.08
3-甲基-2-硝基酚	0.7	2.8	1	4.6	8.0~13.6	0.8	1.44	1.55
			2	14.3	2.4~5.0	1.4	1.58	1.61
			3	48.6	1.3~2.2	0.5	2.65	2.77
6-甲基-2,4-二硝基酚	0.5	2.0	1	4.5	6.5~11.8	2.1	1.17	1.24
			2	14.5	1.0~7.9	1.7	1.53	1.56
			3	49.0	0.4~2.2	1.2	2.11	2.51
2,6-二甲基-4-硝基酚	0.8	3.2	1	4.5	6.2~11.8	2.0	1.06	1.12
			2	14.6	2.1~4.6	1.5	1.34	1.36
			3	48.7	0.6~2.1	1.3	1.95	2.54

通过对 6 家实验室液液萃取方法验证结果中检出限、测定下限及精密度的统计分析，目标化合物的检出限为 0.5μg/L~2.0μg/L，测定下限为 1.3μg/L~5.0μg/L，5.0μg/L、15.0μg/L、50.0μg/L 的实验室间相对标准偏差为 0.8%~6.3%、0.7%~2.4%、0.5%~1.8%；重复性限为 0.71μg/L~1.44μg/L、1.01μg/L~2.83μg/L、1.62μg/L~2.67μg/L；再现性限为 0.77μg/L~1.55μg/L、

1.11 $\mu\text{g/L}$ ~2.89 $\mu\text{g/L}$ 、1.69 $\mu\text{g/L}$ ~3.08 $\mu\text{g/L}$ 。

表 2-2 检出限、测定下限和精密度测试数据汇总表(柱固相萃取)

化合物名称	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	精密度统计结果					
			加标水平	总均值( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g/L}$ )
2-硝基酚	0.5	1.9	1	4.5	6.5~12.3	1.8	1.18	1.25
			2	14.4	2.4~7.0	1.3	1.85	1.93
			3	49.0	1.0~1.9	0.9	1.97	2.16
3-硝基酚	0.3	1.1	1	4.6	8.7~13.5	3.4	1.34	1.38
			2	14.7	2.6~4.4	1.5	1.47	1.48
			3	49.3	0.6~3.0	0.7	2.67	2.72
4-硝基酚	0.2	0.8	1	4.3	9.6~15.3	4.5	1.28	1.28
			2	14.5	2.4~5.2	1.8	1.44	1.51
			3	49.5	0.6~1.9	0.6	1.62	1.69
2,4-二硝基酚	0.2	0.8	1	4.5	4.2~11.1	4.1	0.95	1.01
			2	14.5	0.9~3.5	1.8	1.14	1.26
			3	48.9	0.8~2.0	0.8	2.16	2.27
2,5-二硝基酚	0.2	0.8	1	4.6	5.5~9.8	2.3	0.92	0.95
			2	14.6	0.9~5.8	3.8	1.66	2.16
			3	49.1	0.6~2.5	1.1	2.05	2.42
2,6-二硝基酚	0.2	0.8	1	4.7	7.9~14.2	2.1	1.54	1.64
			2	14.6	0.6~7.1	2.2	1.69	1.79
			3	49.1	0.9~1.8	0.9	2.01	2.21
4-甲基-2-硝基酚	0.2	0.7	1	4.5	4.4~10.3	3.0	0.95	0.96
			2	15.2	1.3~3.9	1.0	1.10	1.11
			3	49.4	0.4~2.4	1.0	1.72	2.07
3-甲基-4-硝基酚	0.2	0.8	1	4.5	5.8~10.5	2.6	0.93	0.94
			2	14.5	0.8~5.5	1.8	1.30	1.39
			3	49.0	0.5~2.3	1.1	2.17	2.46
5-甲基-2-硝基酚	0.2	0.8	1	4.4	3.0~7.8	1.3	0.74	0.78
			2	14.6	2.4~7.6	1.6	2.23	2.32
			3	48.8	0.7~2.1	1.8	1.96	3.08
3-甲基-2-硝基酚	0.2	0.8	1	4.5	1.7~9.7	5.0	0.70	0.89
			2	14.3	1.0~6.4	1.0	1.64	1.73
			3	48.6	1.3~2.2	0.5	2.65	2.77
6-甲基-2,4-二硝基酚	0.2	0.8	1	4.4	1.8~11.4	5.6	0.89	1.06
			2	14.5	0.8~2.2	1.7	0.57	0.87
			3	49.0	0.4~2.2	1.2	2.11	2.51
2,6-二甲基-4-硝基酚	0.2	0.9	1	4.6	3.2~11.1	3.2	1.00	1.00
			2	14.4	0.7~5.2	1.9	1.28	1.39
			3	48.7	0.6~2.1	1.3	1.95	2.54

通过对 6 家实验室柱固相萃取方法验证结果中检出限、测定下限及精密度的统计分析, 目标化合物的检出限为 0.2 $\mu\text{g/L}$ ~0.7 $\mu\text{g/L}$ , 测定下限为 0.5 $\mu\text{g/L}$ ~1.9 $\mu\text{g/L}$ , 5.0 $\mu\text{g/L}$ 、15.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$  的实验室内相对标准偏差为 1.3%~5.6%、1.0%~3.8%、0.5%~1.8%; 重复性限为 0.70 $\mu\text{g/L}$ ~1.54 $\mu\text{g/L}$ 、0.57 $\mu\text{g/L}$ ~2.23 $\mu\text{g/L}$ 、1.62 $\mu\text{g/L}$ ~2.67 $\mu\text{g/L}$ ; 再现性限为 0.78 $\mu\text{g/L}$ ~1.64 $\mu\text{g/L}$ 、

0.87 $\mu\text{g/L}$ ~2.32 $\mu\text{g/L}$ 、1.69 $\mu\text{g/L}$ ~3.08 $\mu\text{g/L}$ 。

**表 2-3 检出限、测定下限和精密度测试数据汇总表 (圆盘固相萃取)**

化合物名称	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下 限( $\mu\text{g/L}$ )	精密度统计结果					
			加 标 水 平	总 均 值 ( $\mu\text{g/L}$ )	实 验 室 内 相 对 标 准 偏 差 (%)	实 验 室 间 相 对 标 准 偏 差 (%)	重 复 性 限 r ( $\mu\text{g/L}$ )	再 现 性 限 R ( $\mu\text{g/L}$ )
2-硝基酚	0.5	2.1	1	4.7	5.7~8.7	2.7	0.89	0.89
			2	14.4	3.9~7.5	1.0	2.01	2.13
			3	49.2	0.9~2.2	0.9	2.17	2.35
3-硝基酚	0.7	2.7	1	4.7	4.3~9.5	5.5	0.94	1.13
			2	14.6	0.9~5.6	1.6	1.76	1.78
			3	48.9	1.3~2.1	1.3	2.47	2.89
4-硝基酚	0.7	3.0	1	4.6	4.4~11.4	5.7	1.01	1.18
			2	14.5	1.8~5.0	0.9	1.54	1.62
			3	48.7	1.4~2.2	0.7	2.68	2.72
2,4-二硝基酚	0.8	3.3	1	4.7	8.1~14	7.1	1.49	1.65
			2	14.5	2.4~6.8	0.7	1.59	1.70
			3	49.1	0.6~2.5	1.1	2.05	2.42
2,5-二硝基酚	0.8	3.3	1	4.5	7.0~11.3	3.0	1.13	1.15
			2	14.4	0.8~5.5	1.8	1.55	1.59
			3	49.1	0.9~1.8	0.9	2.01	2.21
2,6-二硝基酚	0.9	3.6	1	4.5	7.7~11.4	1.3	1.21	1.30
			2	14.6	2.4~6.2	1.9	1.61	1.66
			3	48.7	0.4~2.5	1.0	2.40	2.59
4-甲基-2-硝基酚	0.5	1.9	1	4.7	4.4~9.8	3.8	0.99	1.04
			2	14.3	2.4~6.2	1.6	1.64	1.65
			3	48.6	1.1~2.3	1.0	2.46	2.62
3-甲基-4-硝基酚	0.5	2.1	1	4.6	4.3~10.6	4.5	1.05	1.12
			2	14.6	3.0~7.6	1.2	2.30	2.43
			3	49.4	0.8~1.8	0.7	1.60	1.75
5-甲基-2-硝基酚	0.5	2.1	1	4.5	4.2~11.3	4.3	1.00	1.06
			2	14.4	1.0~6.4	1.6	1.46	1.49
			3	48.7	1.4~2.6	0.5	2.58	2.69
3-甲基-2-硝基酚	0.6	2.4	1	4.6	4.2~13.3	5.7	0.98	1.16
			2	15.0	0.8~5.3	1.2	1.52	1.56
			3	48.8	0.5~2.9	1.2	2.96	3.19
6-甲基-2,4-二硝基酚	0.9	3.6	1	4.5	5.0~9.3	1.2	1.02	1.09
			2	14.7	1.7~5.4	1.9	1.88	1.88
			3	48.7	1.0~2.2	0.7	2.04	2.08
2,6-二甲基-4-硝基酚	0.5	2.1	1	4.3	2.3~14.9	3.0	1.13	1.17
			2	14.4	0.8~8.9	1.1	2.01	2.12
			3	49.8	0.5~1.6	0.6	1.93	1.97

通过对 6 家实验室柱固相萃取方法验证结果中检出限、测定下限及精密度的统计分析，目标化合物的检出限为 0.5 $\mu\text{g/L}$ ~0.9 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 1.9 $\mu\text{g/L}$ ~3.6 $\mu\text{g/L}$ ，5.0 $\mu\text{g/L}$ 、15.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$  的实验室间相对标准偏差为 1.2%~7.1%、0.7%~0.9%、0.5%~1.3%；重复性限为 0.89 $\mu\text{g/L}$ ~1.49 $\mu\text{g/L}$ 、1.46 $\mu\text{g/L}$ ~2.30 $\mu\text{g/L}$ 、1.60 $\mu\text{g/L}$ ~2.96 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限为 0.89 $\mu\text{g/L}$ ~1.65 $\mu\text{g/L}$ 、

1.49 $\mu\text{g/L}$ ~2.43 $\mu\text{g/L}$ 、1.75 $\mu\text{g/L}$ ~3.19 $\mu\text{g/L}$ 。

## 2.2 方法准确度数据汇总

表 2-2 为对 6 家实验室方法验证结果中的加标样品测定的准确度进行统计分析，其结果如下：

表 2-4 空白加标样品准确度测试数据汇总表（液液萃取）

化合物名称	加标水平	$\overline{RE\%}$	$S_{RE}$	$\overline{RE\%} \pm 2S_{RE}$
2-硝基酚	1	-11.4	3.3	-11.4 $\pm$ 6.7
	2	-4.1	1.1	-4.1 $\pm$ 2.2
	3	-1.9	0.9	-1.9 $\pm$ 1.7
3-硝基酚	1	-5.7	3.3	-5.7 $\pm$ 6.6
	2	-3.1	1.3	-3.1 $\pm$ 2.5
	3	-1.4	0.7	-1.4 $\pm$ 1.4
4-硝基酚	1	-7.7	5.8	-7.7 $\pm$ 11.7
	2	-4.4	0.8	-4.4 $\pm$ 1.6
	3	-1.1	0.6	-1.1 $\pm$ 1.2
2,4-二硝基酚	1	-8.1	4.8	-8.1 $\pm$ 9.6
	2	-2.7	1.5	-2.7 $\pm$ 2.9
	3	-2.2	0.8	-2.2 $\pm$ 1.6
2,5-二硝基酚	1	-11.0	5.5	-11.0 $\pm$ 11.0
	2	-0.8	2.1	-0.8 $\pm$ 4.3
	3	-1.8	1.1	-1.8 $\pm$ 2.2
2,6-二硝基酚	1	-8.5	2.7	-8.5 $\pm$ 5.4
	2	0.5	1.3	0.5 $\pm$ 2.7
	3	-1.9	0.9	-1.9 $\pm$ 1.8
4-甲基-2-硝基酚	1	-1.6	5.9	-1.6 $\pm$ 11.8
	2	-2.4	2.4	-2.4 $\pm$ 4.7
	3	-1.3	1.0	-1.3 $\pm$ 1.9
3-甲基-4-硝基酚	1	-6.6	5.5	-6.6 $\pm$ 11.0
	2	-4.1	0.7	-4.1 $\pm$ 1.3
	3	-2.0	1.0	-2.0 $\pm$ 2.1
5-甲基-2-硝基酚	1	-7.5	2.4	-7.5 $\pm$ 4.8
	2	-3.4	1.7	-3.4 $\pm$ 3.3
	3	-2.4	1.8	-2.4 $\pm$ 3.6
3-甲基-2-硝基酚	1	-8.0	0.7	-8.0 $\pm$ 1.4
	2	-4.6	1.3	-4.6 $\pm$ 2.7
	3	-2.9	0.5	-2.9 $\pm$ 1.0
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	-9.4	1.9	-9.4 $\pm$ 3.7
	2	-3.1	1.7	-3.1 $\pm$ 3.4
	3	-1.9	1.1	-1.9 $\pm$ 2.3
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	-10.1	1.8	-10.1 $\pm$ 3.6
	2	-2.8	1.4	-2.8 $\pm$ 2.8
	3	-2.5	1.3	-2.5 $\pm$ 2.6

通过对 6 家实验室液液萃取方法验证结果中空白样品准确度数据统计分析，目标化合物 5.0 $\mu\text{g/L}$ 、15.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$  的相对误差为-11.4%~-1.6%、-4.6%~0.5%、-2.9%~-1.1%。

表 2-5 空白加标样品准确度测试数据汇总表（柱固相萃取）

化合物名称	加标水平	$\overline{RE\%}$	$S_{RE}$	$\overline{RE\%} \pm 2S_{RE}$
2-硝基酚	1	-10.3	1.6	-10.3 ± 3.1
	2	-4.1	1.2	-4.1 ± 2.4
	3	-1.2	0.6	-1.2 ± 1.2
3-硝基酚	1	-8.1	3.1	-8.1 ± 6.2
	2	-2.1	1.5	-2.1 ± 3.0
	3	-2.7	0.5	-2.7 ± 1.0
4-硝基酚	1	-14.7	3.8	-14.7 ± 7.7
	2	-3.2	1.8	-3.2 ± 3.5
	3	-1.0	0.5	-1.0 ± 0.9
2,4-二硝基酚	1	-9.6	3.7	-9.6 ± 7.5
	2	-3.1	1.7	-3.1 ± 3.4
	3	-1.7	1.3	-1.7 ± 2.7
2,5-二硝基酚	1	-7.2	2.2	-7.2 ± 4.4
	2	-2.7	3.7	-2.7 ± 7.3
	3	-2.2	1.1	-2.2 ± 2.3
2,6-二硝基酚	1	-6.9	1.9	-6.9 ± 3.8
	2	-2.6	2.2	-2.6 ± 4.3
	3	-3.1	1.3	-3.1 ± 2.6
4-甲基-2-硝基酚	1	-9.1	2.7	-9.1 ± 5.5
	2	1.1	1.0	1.1 ± 2.0
	3	-1.1	0.4	-1.1 ± 0.8
3-甲基-4-硝基酚	1	-10.2	2.4	-10.2 ± 4.7
	2	-3.6	1.7	-3.6 ± 3.4
	3	-1.0	0.5	-1.0 ± 1.1
5-甲基-2-硝基酚	1	-11.1	1.2	-11.1 ± 2.3
	2	-2.8	1.5	-2.8 ± 3.0
	3	-2.7	0.5	-2.7 ± 1.0
3-甲基-2-硝基酚	1	-10.6	4.4	-10.6 ± 8.8
	2	-4.5	1.0	-4.5 ± 2.0
	3	-3.2	0.5	-3.2 ± 0.9
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	-12.1	4.9	-12.1 ± 9.8
	2	-3.4	1.7	-3.4 ± 3.3
	3	-1.2	0.7	-1.2 ± 1.5
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	-7.4	2.9	-7.4 ± 5.8
	2	-3.8	1.8	-3.8 ± 3.6
	3	-3.0	0.5	-3.0 ± 1.0

通过对 6 家实验室柱固相萃取方法验证结果中空白样品准确度数据统计分析，目标化合物 5.0μg/L、15.0μg/L、50.0μg/L 的相对误差为-14.7%~-6.9%、-4.5%~1.1%、-3.2%~-1.0%。

表 2-6 空白加标样品准确度测试数据汇总表（圆盘固相萃取）

化合物名称	加标水平	$\overline{RE\%}$	$S_{RE}$	$\overline{RE\%} \pm 2S_{RE}$
2-硝基酚	1	-6.7	2.6	-6.7 ± 5.1
	2	-4.1	1.0	-4.1 ± 1.9
	3	-1.7	0.9	-1.7 ± 1.8
3-硝基酚	1	-5.2	5.2	-5.2 ± 10.4

	2	-2.5	1.6	-2.5	±	3.1
	3	-2.2	1.3	-2.2	±	2.6
4-硝基酚	1	-8.3	5.3	-8.3	±	10.5
	2	-3.4	0.9	-3.4	±	1.8
	3	-2.6	0.7	-2.6	±	1.4
2,4-二硝基酚	1	-5.9	6.7	-5.9	±	13.3
	2	-3.5	0.7	-3.5	±	1.3
	3	-1.8	1.1	-1.8	±	2.2
2,5-二硝基酚	1	-9.5	2.8	-9.5	±	5.5
	2	-4.0	1.8	-4.0	±	3.5
	3	-1.9	0.9	-1.9	±	1.8
2,6-二硝基酚	1	-9.5	1.2	-9.5	±	2.3
	2	-2.8	1.8	-2.8	±	3.7
	3	-2.5	1.0	-2.5	±	2.0
4-甲基-2-硝基酚	1	-5.4	3.6	-5.4	±	7.3
	2	-4.6	1.5	-4.6	±	3.0
	3	-2.8	1.0	-2.8	±	1.9
3-甲基-4-硝基酚	1	-8.8	4.1	-8.8	±	8.2
	2	-2.6	1.2	-2.6	±	2.3
	3	-1.3	0.7	-1.3	±	1.4
5-甲基-2-硝基酚	1	-10.0	3.9	-10.0	±	7.8
	2	-4.1	1.6	-4.1	±	3.1
	3	-2.7	0.5	-2.7	±	1.0
3-甲基-2-硝基酚	1	-7.3	5.3	-7.3	±	10.5
	2	0.3	1.2	0.3	±	2.4
	3	-2.3	1.2	-2.3	±	2.4
6-甲基-2,4-二硝基酚	1	-10.4	1.1	-10.4	±	2.2
	2	-2.1	1.8	-2.1	±	3.6
	3	-2.5	0.7	-2.5	±	1.3
2,6-二甲基-4-硝基酚	1	-14.1	2.6	-14.1	±	5.2
	2	-3.8	1.1	-3.8	±	2.1
	3	-0.5	0.6	-0.5	±	1.3

通过对6家实验室圆盘固相萃取方法验证结果中空白样品准确度数据统计分析,目标化合物5.0μg/L、15.0μg/L、50.0μg/L的相对误差为-14.1%~-5.2%、-4.6%~0.3%、-2.8%~-0.5%。

表2-7、8、9为对6家实验室方法验证结果中的三种实际样品加标回收率进行统计分析,其结果如下:

表2-7 实际样品加标准确度测试数据汇总表(液液萃取)

化合物名称	样品类型	加标水平	$\overline{P\%}$	$S_p^-$	$\overline{p\%} \pm 2S_p^-$
2-硝基酚	地表水	4	79.0	1.6	79.0 ± 3.2
	地下水	4	80.6	1.3	80.6 ± 2.6
	城市污水	4	77.9	1.0	77.9 ± 2.1
3-硝基酚	地表水	4	71.9	1.7	71.9 ± 3.3
	地下水	4	76.8	1.1	76.8 ± 2.3
	城市污水	4	76.1	1.0	76.1 ± 2.0
4-硝基酚	地表水	4	70.1	1.3	70.1 ± 2.6
	地下水	4	78.9	2.2	78.9 ± 4.4
	城市污水	4	79.4	1.2	79.4 ± 2.4
2,4-二硝基酚	地表水	4	76.3	1.2	76.3 ± 2.5
	地下水	4	77.7	2.8	77.7 ± 5.5



	城市污水	4	80.2	1.6	80.2	±	3.1
2,5-二硝基酚	地表水	4	71.6	2.8	71.6	±	5.5
	地下水	4	78.3	3.4	78.3	±	6.7
	城市污水	4	79.6	2.1	79.6	±	4.3
2,6-二硝基酚	地表水	4	71.1	3.2	71.1	±	6.3
	地下水	4	81.4	1.5	81.4	±	3.1
	城市污水	4	81.2	1.1	81.2	±	2.3
4-甲基-2-硝基酚	地表水	4	74.3	1.7	74.3	±	3.5
	地下水	4	77.4	2.8	77.4	±	5.7
	城市污水	4	74.2	2.7	74.2	±	5.3
3-甲基-4-硝基酚	地表水	4	71.4	1.6	71.4	±	3.2
	地下水	4	77.4	1.3	77.4	±	2.6
	城市污水	4	71.9	1.7	71.9	±	3.3
5-甲基-2-硝基酚	地表水	4	69.8	1.9	69.8	±	3.8
	地下水	4	69.8	1.4	69.8	±	2.9
	城市污水	4	70.1	2.1	70.1	±	4.3
3-甲基-2-硝基酚	地表水	4	73.8	2.4	73.8	±	4.9
	地下水	4	77.7	3.3	77.7	±	6.7
	城市污水	4	68.7	1.1	68.7	±	2.3
6-甲基-2,4-二硝基酚	地表水	4	75.9	1.5	75.9	±	3.0
	地下水	4	80.7	1.4	80.7	±	2.8
	城市污水	4	77.1	1.9	77.1	±	3.7
2,6-二甲基-4-硝基酚	地表水	4	73.1	1.6	73.1	±	3.2
	地下水	4	78.7	3.0	78.7	±	6.0
	城市污水	4	74.0	1.9	74.0	±	3.8

通过对 6 家实验室液液萃取方法实际样品加标验证结果数据统计分析,在地表水、地下水、城市污水中目标化合物的加标回收率为 69.8%~79.0%、69.8%~81.4%、68.7%~81.2%。

表 2-8 实际样品加标准确度测试数据汇总表(柱固相萃取)

化合物名称	样品类型	加标水平	$\overline{P\%}$	$S_p^-$	$\overline{p\%} \pm 2S_p^-$
2-硝基酚	地表水	4	76.6	1.4	76.6 ± 2.8
	地下水	4	71.4	2.7	71.4 ± 5.4
	城市污水	4	80.0	2.1	80.0 ± 4.1
3-硝基酚	地表水	4	76.1	1.0	76.1 ± 2.0
	地下水	4	70.6	2.1	70.6 ± 4.3
	城市污水	4	70.1	1.0	70.1 ± 2.0
4-硝基酚	地表水	4	81.1	1.2	81.1 ± 2.3
	地下水	4	71.7	1.7	71.7 ± 3.5
	城市污水	4	70.9	4.0	70.9 ± 7.9
2,4-二硝基酚	地表水	4	78.3	2.2	78.3 ± 4.4
	地下水	4	75.9	1.0	75.9 ± 2.0
	城市污水	4	73.8	2.1	73.8 ± 4.1
2,5-二硝基酚	地表水	4	75.2	1.8	75.2 ± 3.5
	地下水	4	76.9	2.6	76.9 ± 5.2
	城市污水	4	76.6	1.1	76.6 ± 2.3
2,6-二硝基酚	地表水	4	78.6	2.3	78.6 ± 4.6
	地下水	4	72.1	1.1	72.1 ± 2.3
	城市污水	4	76.8	1.0	76.8 ± 2.0
4-甲基-2-硝基酚	地表水	4	77.7	2.1	77.7 ± 4.2
	地下水	4	76.1	1.5	76.1 ± 3.1
	城市污水	4	81.4	1.3	81.4 ± 2.5

3-甲基-4-硝基酚	地表水	4	80.4	2.6	80.4	±	5.1
	地下水	4	76.9	1.4	76.9	±	2.9
	城市污水	4	82.3	1.2	82.3	±	2.5
5-甲基-2-硝基酚	地表水	4	78.2	2.7	78.2	±	5.4
	地下水	4	74.9	1.4	74.9	±	2.9
	城市污水	4	82.9	1.4	82.9	±	2.8
3-甲基-2-硝基酚	地表水	4	76.9	2.8	76.9	±	5.5
	地下水	4	72.1	1.4	72.1	±	2.8
	城市污水	4	78.5	2.0	78.5	±	3.9
6-甲基-2,4-二硝基酚	地表水	4	77.3	0.9	77.3	±	1.9
	地下水	4	74.2	1.7	74.2	±	3.4
	城市污水	4	81.7	1.6	81.7	±	3.2
2,6-二甲基-4-硝基酚	地表水	4	79.1	2.2	79.1	±	4.4
	地下水	4	76.4	2.8	76.4	±	5.5
	城市污水	4	85.6	1.4	85.6	±	2.8

通过对 6 家实验室固相萃取方法实际样品加标验证结果数据统计分析,在地表水、地下水、城市污水中目标化合物的加标回收率为 75.2%~81.1%、70.6%~76.9%、70.1%~85.6%。

表 2-9 实际样品加标准准确度测试数据汇总表 (圆盘固相萃取)

化合物名称	样品类型	加标水平	$\overline{P\%}$	$S_p^-$	$\overline{p\%} \pm 2S_p^-$
2-硝基酚	地表水	4	78.4	2.5	78.4 ± 5.0
	地下水	4	81.4	1.4	81.4 ± 2.7
	城市污水	4	84.4	2.0	84.4 ± 3.9
3-硝基酚	地表水	4	76.1	1.0	76.1 ± 2.0
	地下水	4	76.8	2.1	76.8 ± 4.3
	城市污水	4	81.6	1.4	81.6 ± 2.9
4-硝基酚	地表水	4	77.0	1.9	77.0 ± 3.8
	地下水	4	76.8	2.1	76.8 ± 4.3
	城市污水	4	77.6	1.9	77.6 ± 3.7
2,4-二硝基酚	地表水	4	78.8	3.3	78.8 ± 6.5
	地下水	4	77.2	1.1	77.2 ± 2.3
	城市污水	4	77.4	0.8	77.4 ± 1.5
2,5-二硝基酚	地表水	4	79.7	1.8	79.7 ± 3.7
	地下水	4	78.4	2.3	78.4 ± 4.6
	城市污水	4	81.8	0.5	81.8 ± 1.1
2,6-二硝基酚	地表水	4	77.1	2.0	77.1 ± 4.0
	地下水	4	81.4	1.7	81.4 ± 3.3
	城市污水	4	78.3	1.6	78.3 ± 3.1
4-甲基-2-硝基酚	地表水	4	76.8	2.1	76.8 ± 4.3
	地下水	4	80.9	0.9	80.9 ± 1.8
	城市污水	4	82.0	2.8	82.0 ± 5.7
3-甲基-4-硝基酚	地表水	4	72.6	1.5	72.6 ± 3.1
	地下水	4	77.9	1.9	77.9 ± 3.8
	城市污水	4	80.9	1.7	80.9 ± 3.4
5-甲基-2-硝基酚	地表水	4	76.1	2.5	76.1 ± 5.0
	地下水	4	77.4	2.1	77.4 ± 4.3
	城市污水	4	82.8	1.0	82.8 ± 2.0
3-甲基-2-硝基酚	地表水	4	77.9	2.5	77.9 ± 5.0
	地下水	4	79.2	2.5	79.2 ± 5.0
	城市污水	4	78.3	1.9	78.3 ± 3.9
6-甲基-2,4-二硝基	地表水	4	71.4	0.8	71.4 ± 1.6

酚	地下水	4	76.1	1.0	76.1	± 2.0
	城市污水	4	76.8	1.4	76.8	± 2.7
2,6-二甲基-4-硝基酚	地表水	4	75.1	1.4	75.1	± 2.8
	地下水	4	76.7	2.7	76.7	± 5.4
	城市污水	4	83.1	1.9	83.1	± 3.7

通过对 6 家实验室圆盘萃取方法实际样品加标验证结果数据统计分析,在地表水、地下水、城市污水中目标化合物的加标回收率为 71.4%~79.7%、76.4%~81.4%、76.8%~84.4%。

### 2.3 方法特性指标汇总表

表 2-10、11、12 为对 6 家实验室方法验证结果的方法特性指标,其结果如下:

**表 2-10 方法特性指标汇总表 (液液萃取)**

化合物名称	检出限 (μg/L)	加标水平	重复性限 r	再现性限 R	地表水加标回收率	地下水加标回收率	城市污水加标回收率
2-硝基酚	1.2	1	0.71	0.80	—	—	—
		2	1.46	1.51	—	—	—
		3	1.97	2.16	—	—	—
		4	—	—	79.0%±3.2	80.6%±2.6	77.9%±2.1
3-硝基酚	1.1	1	1.01	1.03	—	—	—
		2	1.59	1.63	—	—	—
		3	2.67	2.72	—	—	—
		4	—	—	71.9%±3.3	76.8%±2.3	76.1%±2.0
4-硝基酚	1.3	1	1.05	1.26	—	—	—
		2	1.75	1.86	—	—	—
		3	1.62	1.69	—	—	—
		4	—	—	70.1%±2.6	78.9%±4.4	79.4%±2.4
2,4-二硝基酚	0.7	1	0.86	1.03	—	—	—
		2	1.01	1.11	—	—	—
		3	2.16	2.27	—	—	—
		4	—	—	76.3%±2.5	77.7%±5.5	80.2%±3.1
2,5-二硝基酚	1.0	1	0.79	1.06	—	—	—
		2	1.40	1.56	—	—	—
		3	2.05	2.42	—	—	—
		4	—	—	71.6%±5.5	78.3%±6.7	79.6%±4.3
2,6-二硝基酚	0.8	1	0.73	0.77	—	—	—
		2	1.58	1.62	—	—	—
		3	2.01	2.21	—	—	—
		4	—	—	71.1%±6.3	81.4%±3.1	81.2%±2.3
4-甲基-2-硝基酚	0.8	1	1.28	1.43	—	—	—
		2	2.83	2.89	—	—	—
		3	1.72	2.07	—	—	—
		4	—	—	74.3%±3.5	77.4%±5.7	74.2%±5.3
3-甲基-4-硝基酚	0.7	1	0.86	1.10	—	—	—
		2	1.94	2.08	—	—	—
		3	2.17	2.46	—	—	—
		4	—	—	71.4%±3.2	77.4%±2.6	71.9%±3.3
5-甲基-2-硝基酚	0.7	1	1.00	1.03	—	—	—
		2	1.49	1.53	—	—	—
		3	1.96	3.08	—	—	—
		4	—	—	69.8%±3.8	69.8%±2.9	70.1%±4.3
3-甲基-2-硝基酚	0.7	1	1.44	1.55	—	—	—
		2	1.58	1.61	—	—	—
		3	2.65	2.77	—	—	—
		4	—	—	73.8%±4.9	77.7%±6.7	68.7%±2.3
6-甲基-2,4-二硝基酚	0.5	1	1.17	1.24	—	—	—
		2	1.53	1.56	—	—	—
		3	2.11	2.51	—	—	—
		4	—	—	75.9%±3.0	80.7%±2.8	77.1%±3.7

2,6-二甲 基-4-硝基 酚	0.8	1	1.06	1.12	—	—	—
		2	1.34	1.36	—	—	—
		3	1.95	2.54	—	—	—
		4	—	—	73.1%±3.2	78.7%±6.0	74.0%±3.8

通过对 6 家实验室液液萃取方法特性指标验证指标，目标化合物的检出限为 0.5μg/L ~ 2.0μg/L, 5.0μg/L、15.0μg/L、50.0μg/L 的重复性限为 0.71μg/L~1.44μg/L, 1.01μg/L~2.83μg/L、1.62μg/L ~2.67μg/L；再现性限为 0.77μg/L ~1.55μg/L, 1.11μg/L~2.89μg/L、1.69μg/L ~3.08μg/L；地表水、地下水、城市污水加标回收率 69.8%~79.0%、69.8%~81.4%、68.7%~81.2%。

表 2-11 方法特性指标汇总表（柱固相萃取）

化合物名称	检出限 (μg/L)	加标水平	重复性限 r	再现性限 R	地表水加标回收率	地下水加标回收率	城市污水加标回收率
2-硝基酚	0.5	1	1.179	1.254	—	—	—
		2	1.850	1.932	—	—	—
		3	1.972	2.164	—	—	—
		4	—	—	76.6%±2.8	71.4%±5.4	80.0%±4.1
3-硝基酚	0.3	1	1.335	1.375	—	—	—
		2	1.472	1.481	—	—	—
		3	2.670	2.723	—	—	—
		4	—	—	76.1%±2.0	70.6%±4.3	70.1%±2.0
4-硝基酚	0.2	1	1.277	1.284	—	—	—
		2	1.439	1.507	—	—	—
		3	1.620	1.687	—	—	—
		4	—	—	81.1%±2.3	71.7%±3.5	70.9%±7.9
2,4-二硝基酚	0.2	1	0.945	1.008	—	—	—
		2	1.136	1.264	—	—	—
		3	2.160	2.269	—	—	—
		4	—	—	78.3%±4.4	75.9%±2.0	73.8%±4.1
2,5-二硝基酚	0.2	1	0.923	0.949	—	—	—
		2	1.656	2.159	—	—	—
		3	2.048	2.419	—	—	—
		4	—	—	75.2%±3.5	76.9%±5.2	76.9%±2.3
2,6-二硝基酚	0.2	1	1.537	1.639	—	—	—
		2	1.694	1.793	—	—	—
		3	2.006	2.205	—	—	—
		4	—	—	78.6%±4.6	72.1%±2.3	76.8%±2.0
4-甲基-2-硝基酚	0.2	1	0.953	0.955	—	—	—
		2	1.100	1.112	—	—	—
		3	1.720	2.072	—	—	—
		4	—	—	77.7%±4.2	76.1%±3.1	81.4%±2.5
3-甲基-4-硝基酚	0.2	1	0.925	0.943	—	—	—
		2	1.301	1.387	—	—	—
		3	2.173	2.457	—	—	—
		4	—	—	80.4%±5.1	76.9%±2.9	82.3%±2.5
5-甲基-2-硝基酚	0.2	1	0.741	0.784	—	—	—
		2	2.226	2.318	—	—	—
		3	1.956	3.084	—	—	—
		4	—	—	78.2%±5.4	74.9%±2.9	82.9%±2.8
3-甲基-2-硝基酚	0.2	1	0.704	0.892	—	—	—
		2	1.644	1.726	—	—	—
		3	2.649	2.771	—	—	—
		4	—	—	76.9%±5.5	72.1%±2.8	78.5%±3.9
6-甲基	0.2	1	0.888	1.061	—	—	—
		2	0.566	0.866	—	—	—

-2,4-二硝基酚		3	2.113	2.507	—	—	—
		4	—	—	77.3%±1.9	74.2%±3.4	81.7%±3.2
2,6-二甲基-4-硝基酚	0.2	1	1.001	1.001	—	—	—
		2	1.284	1.391	—	—	—
		3	1.945	2.544	—	—	—
		4	—	—	79.1%±4.4	76.4%±5.5	85.6%±2.8

过对6家实验室柱固相萃取方法特性指标验证指标,目标化合物的检出限为0.2μg/L ~ 0.7μg/L, 5.0μg/L、15.0μg/L、50.0μg/L 的重复性限为 0.70μg/L~1.54μg/L, 0.57μg/L~2.23μg/L、1.62μg/L ~2.67μg/L; 再现性限为 0.78μg/L ~1.64μg/L, 0.87μg/L~2.32μg/L、1.69μg/L ~3.08μg/L; 地表水、地下水、城市污水加标回收率 75.2%~81.1%、70.6%~76.9%、70.1%~85.6%。

表 2-12 方法特性指标汇总表 (圆盘固相萃取)

化合物名称	检出限 (μg/L)	加标水平	重复性限 r	再现性限 R	地表水加标回收率	地下水加标回收率	城市污水加标回收率
2-硝基酚	0.5	1	0.887	0.889	—	—	—
		2	2.008	2.130	—	—	—
		3	2.174	2.351	—	—	—
		4	—	—	78.4%±5.0	81.4%±2.7	84.4%±3.9
3-硝基酚	0.7	1	0.942	1.128	—	—	—
		2	1.758	1.782	—	—	—
		3	2.465	2.891	—	—	—
		4	—	—	76.1%±2.0	76.8%±4.3	81.6%±2.9
4-硝基酚	0.7	1	1.006	1.178	—	—	—
		2	1.535	1.617	—	—	—
		3	2.675	2.724	—	—	—
		4	—	—	77.0%±3.8	76.8%±4.3	77.6%±3.7
2,4-二硝基酚	0.8	1	1.492	1.650	—	—	—
		2	1.590	1.696	—	—	—
		3	2.048	2.419	—	—	—
		4	—	—	78.8%±6.5	77.2%±2.3	77.4%±1.5
2,5-二硝基酚	0.8	1	1.127	1.154	—	—	—
		2	1.547	1.594	—	—	—
		3	2.006	2.205	—	—	—
		4	—	—	79.7%±3.7	78.4%±4.6	81.8%±1.1
2,6-二硝基酚	0.9	1	1.212	1.299	—	—	—
		2	1.612	1.664	—	—	—
		3	2.398	2.591	—	—	—
		4	—	—	77.1%±4.0	81.4%±3.3	78.3%±3.1
4-甲基-2-硝基酚	0.5	1	0.988	1.035	—	—	—
		2	1.637	1.649	—	—	—
		3	2.461	2.622	—	—	—
		4	—	—	76.8%±4.3	80.9%±1.8	82.0%±5.7
3-甲基-4-硝基酚	0.5	1	1.047	1.117	—	—	—
		2	2.299	2.434	—	—	—
		3	1.599	1.754	—	—	—
		4	—	—	72.6%±3.1	77.9%±3.8	80.9%±3.4
5-甲基-2-硝基酚	0.5	1	0.998	1.061	—	—	—
		2	1.464	1.491	—	—	—
		3	2.575	2.689	—	—	—
		4	—	—	76.1%±5.0	77.4%±4.3	82.8%±2.0
3-甲基-2-硝基酚	0.6	1	0.977	1.157	—	—	—
		2	1.516	1.561	—	—	—
		3	2.960	3.189	—	—	—
		4	—	—	77.9%±5.0	79.2%±5.0	78.3%±3.9

6-甲基-2,4-二硝基酚	0.9	1	1.018	1.089	—	—	—
		2	1.875	1.878	—	—	—
		3	2.043	2.084	—	—	—
		4	—	—	71.4%±1.6	76.1%±2.0	76.8%±2.7
2,6-二甲基-4-硝基酚	0.5	1	1.132	1.167	—	—	—
		2	2.007	2.120	—	—	—
		3	1.927	1.971	—	—	—
		4	—	—	75.1%±2.8	76.7%±5.4	83.1%±3.7

过对 6 家实验室圆盘固相萃取方法特性指标验证指标，目标化合物的检出限为 0.5μg/L ~ 0.9μg/L，5.0μg/L、15.0μg/L、50.0μg/L 的重复性限为 0.89μg/L ~1.49μg/L，1.46μg/L~2.30μg/L、1.60μg/L ~2.96μg/L；再现性限为 0.89μg/L ~1.65μg/L，1.49μg/L~2.43μg/L、1.75μg/L ~3.19μg/L；地表水、地下水、城市污水加标回收率 71.4%~79.7%、76.4%~81.4%、76.8%~84.4%。

### 3 方法验证结论

- (1) 本课题组在进行方法验证报告数据统计时，所有数据全部采用，未进行取舍。
- (2) 6家实验室验证结果表明，目标化合物的方法检出限、测定下限为液液萃取为：0.5μg/L ~ 2.0μg/L、1.3μg/L ~ 5.0μg/L；柱固相萃取为：0.2μg/L ~ 0.7μg/L、0.5μg/L ~ 1.9μg/L；圆盘固相萃取为：0.5μg/L ~ 0.9μg/L、1.9μg/L ~ 3.6μg/L。方法具有较好的重复性和再现性，液液萃取方法的重复性限为0.71μg/L ~ 2.83μg/L；再现性限为0.77μg/L ~ 3.08μg/L；柱固相萃取方法的重复性限为0.70μg/L ~ 2.67μg/L；再现性限为0.78μg/L ~ 3.08μg/L；圆盘固相萃取方法的重复性限为0.89μg/L ~ 2.96μg/L；再现性限为0.89μg/L ~ 3.19μg/L；对不同浓度样品进行准确度测定，液液萃取相对误差最终值-11.4%~0.5%、柱固相萃取相对误差最终值-14.7%~1.1%、圆盘固相萃取相对误差最终值-14.1%~0.3%；其三种不同类型的实际样品加标回收率最终值为液液萃取为69.8%~81.4%、柱固相萃取为70.1%~85.6%、圆盘固相萃取为71.4%~84.4%