

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ □□□□-202□

水质 2,4-二氯酚、2,4,6-三氯酚、 五氯酚和双酚 A 的测定 高效液相色谱-三重四极杆质谱法

Water quality — Determination of 2,4-dichlorophen, 2,4,6-trichlorophen, pentachlorophen, and bisphenol A—High performance liquid chromatography-triple quadrupole mass spectrometry
(征求意见稿)

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□实施

生态环境部 发布

目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	1
5 干扰和消除.....	2
6 试剂和材料.....	2
7 仪器和设备.....	3
8 样品.....	3
9 分析步骤.....	3
10 结果计算与表示.....	6
11 准确度.....	8
12 质量保证和质量控制.....	9
13 注意事项.....	9
附录 A （规范性附录） 方法的检出限和测定下限	10
附录 B （资料性附录） 方法的准确度	11

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国水污染防治法》和《中华人民共和国海洋环境保护法》，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范水中2,4-二氯酚、2,4,6-三氯酚、五氯酚和双酚A的测定方法，制定本标准。

本标准规定了地表水、地下水、生活污水和工业废水中2,4-二氯酚、2,4,6-三氯酚、五氯酚和双酚A的高效液相色谱-三重四极杆质谱法。

本标准的附录A为规范性附录，附录B为资料性附录。

本标准首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准主要起草单位：浙江省生态环境监测中心。

本标准验证单位：湖北省生态环境监测中心站、江苏省环境监测中心、浙江省杭州生态环境监测中心、浙江省宁波生态环境监测中心、浙江省温州生态环境监测中心和浙江环境监测工程有限公司。

本标准生态环境部202□年□□月□□日批准。

本标准自202□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

水质 2,4-二氯酚、2,4,6-三氯酚、五氯酚和双酚 A

的测定 高效液相色谱-三重四极杆质谱法

警告：实验中使用的溶剂和标准溶液对人体健康有害，溶液配制及样品前处理过程应在通风橱内操作，并按要求佩戴防护器具，避免直接接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中 2,4-二氯酚、2,4,6-三氯酚、五氯酚和双酚 A 的高效液相色谱-三重四极杆质谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中 2,4-二氯酚、2,4,6-三氯酚、五氯酚和双酚 A 的测定。

进样体积为 10.0 μl 时，方法检出限为 0.01 $\mu\text{g/L}$ ~ 2.0 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 0.04 $\mu\text{g/L}$ ~ 8.0 $\mu\text{g/L}$ 。详见附录 A。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用标准，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用标准，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。其他文件被新文件废止、修改、修订的，新文件适用于本标准。

GB/T 14581 水质 湖泊和水库采样技术指导

HJ 91.1 污水监测技术规范

HJ 91.2 地表水环境监测技术规范

HJ 164 地下水环境监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

本标准中五氯酚，包括五氯酚、五氯酚盐类、月桂酸五氯苯酯等能水解生成五氯酚的化合物和五氯苯甲醚等能在质谱源内裂解生成五氯酚的化合物，结果以五氯酚计。

4 方法原理

水样经过滤后直接进样，经高效液相色谱分离，三重四极杆质谱检测，根据保留时间、特征离子对及其丰度定性，内标法定量。

5 干扰和消除

具有相近保留时间及质荷比的物质（如目标物同分异构体等）对测定产生干扰，可通过改变流动相或特征离子对消除干扰。如发现仪器系统有双酚 A 干扰测定，可以加装延迟柱消除干扰。

6 试剂和材料

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

6.1 氨水 ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$): $\rho = 0.90 \text{ g/ml}$, $w \in [25\%, 28\%]$ 。

6.2 甲酸 (HCOOH): 高效液相色谱级。

6.3 甲醇 (CH_3OH): 高效液相色谱级。

6.4 乙酸铵 ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$): 优级纯。

6.5 乙酸铵溶液: $c(\text{CH}_3\text{COONH}_4) = 5 \text{ mmol/L}$ 。

取 385 mg 乙酸铵 (6.4)，用水溶解定容至 1000 ml。

6.6 甲醇溶液。

取 20 ml 甲醇 (6.3) 与 80 ml 水混合。

6.7 标准贮备液。

双酚 A、2,4-二氯酚、2,4,6-三氯酚浓度为 1000 mg/L，五氯酚为 100 mg/L。直接购买市售标准溶液，溶剂为甲醇，按标准溶液证书相关要求保存。

6.8 标准使用液。

取 100 μl 双酚 A、2,4-二氯酚、2,4,6-三氯酚标准贮备液 (6.7)，10 μl 五氯酚标准贮备液 (6.7) 于 10 ml 容量瓶中，用甲醇 (6.3) 定容，混匀，浓度为 10.0 mg/L (五氯酚为 0.10 mg/L)，0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 冷藏、避光保存，保存期为 40 d。

6.9 内标贮备液: $\rho = 100 \text{ mg/L}$ 。

双酚 A- d_{16} 、2,4-二氯酚- d_3 、五氯酚- $^{13}\text{C}_6$ 、2,4,6-三氯酚- $^{13}\text{C}_6$ 作为内标物，直接购买市售标准溶液，溶剂为甲醇，按标准溶液证书相关要求保存。

6.10 五氯酚内标中间液。

取 100 μl 五氯酚- $^{13}\text{C}_6$ 标准贮备液 (6.9) 于 10 ml 容量瓶中，用甲醇 (6.3) 定容，混匀，使用液浓度为 1.0 mg/L。

6.11 内标使用液。

取 100 μl 双酚 A- d_{16} 、2,4-二氯酚- d_3 、2,4,6-三氯酚- $^{13}\text{C}_6$ 内标贮备液 (6.9) 和五氯酚内标中间液 (6.10)，于 1 ml 容量瓶中，用甲醇 (6.3) 定容，混匀，浓度为 10.0 mg/L (五氯酚内标为 0.10 mg/L)。0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 冷藏、避光保存，保存期为 40 d。

6.12 滤膜: 0.22 μm ，亲水聚四氟乙烯材质。

6.13 氮气: 纯度 $\geq 99.99\%$ 。

6.14 氩气: 纯度 $\geq 99.999\%$ 。

7 仪器和设备

7.1 采样瓶：100 ml 磨口具塞棕色玻璃瓶。

7.2 高效液相色谱-三重四极杆质谱仪：配有电喷雾离子源，具备梯度洗脱功能和多反应监测功能。

7.3 色谱柱：填料粒径为 1.7 μm ，柱长为 100 mm，内径为 2.1 mm 的 C18 色谱柱或其他性能相近的色谱柱。

7.4 一般实验室常用仪器和设备。

8 样品

8.1 样品采集和保存

按照 GB/T 14581、HJ 91.1、HJ 91.2 和 HJ 16 的相关要求采集约 100ml 样品。如样品 pH 值不在 3~11 范围内，则需用氨水（6.1）或甲酸（6.2）将 pH 值调节至 3~11。4 $^{\circ}\text{C}$ 以下冷藏、避光运输保存，10 d 内完成分析。

每批次样品应至少采集 1 个全程序空白样品，将 1 份实验用水放入样品瓶中密封，并带到采样现场，与采样样品瓶同时开盖和密封，之后随样品运回实验室。

8.2 试样的制备

用氨水（6.1）将水样调节至 pH 值为 9，24 小时后测定。取 4.0 ml 样品置于 10.0 ml 比色管中，加入 1.0 ml 甲醇（6.3），混匀后用滤膜（6.12）过滤，弃去约 0.5ml 初始滤液。取 1.0 ml 过滤后样品置于样品瓶中，加入 10.0 μl 内标使用液（6.11）待测。如样品浓度超曲线范围，则对样品进行稀释后测定。

8.3 空白试样的制备

8.3.1 实验室空白

取 4.0 ml 纯水置于 10.0 ml 比色管中，加入 1.0 ml 甲醇（6.3），混匀后用滤膜（6.12）过滤，弃去约 0.5ml 初始滤液。取 1.0 ml 过滤后样品置于样品瓶中，加入 10.0 μl 内标使用液（6.11）待测。

8.3.2 全程序空白

取 4.0 ml 全程序空白样品（8.1）置于 10.0 ml 比色管中，加入 1.0 ml 甲醇（6.3），混匀后用滤膜（6.12）过滤，弃去约 0.5ml 初始滤液。取 1.0 ml 过滤后纯水样品置于样品瓶中，加入 10.0 μl 内标使用液（6.11）待测。

9 分析步骤

9.1 仪器参考条件

9.1.1 色谱参考条件

参考梯度洗脱程序见表 1。流动相 A：甲醇（6.3）；流动相 B：乙酸铵溶液（6.5）；流速：0.3 ml/min；进样体积：10 μ l；柱温：40 $^{\circ}$ C。

表 1 梯度洗脱程序

时间（min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	50	50
3.0	65	35
5.0	65	35
5.5	95	5
6.0	95	5
6.5	50	50
8.0	50	50

9.1.2 质谱参考条件

离子源：电喷雾源，负离子模式；检测方式：多反应监测，具体参考条件见表2；源温 550 $^{\circ}$ C；。不同生产厂家、不同型号仪器使用参数存在差异，使用前应优化参数条件。

表 2 目标化合物多反应监测参考条件

编号	化合物	母离子（ m/z ）	子离子（ m/z ）	去簇电压（V）	碰撞电压（V）	内标
1	2,4-二氯酚	160.9	125*	-40	-24	2,4-二氯酚- d_4
		160.9	88.9	-40	-31	
2	2,4,6-三氯酚	194.9	35*	-100	-50	2,4,6-三氯酚- $^{13}C_6$
		194.9	159	-100	-30	
3	五氯酚**	264.7	35*	-70	-61	五氯酚- $^{13}C_6$
		264.7	36.9	-70	-56	
4	双酚 A	227	133*	-60	-30	双酚 A- d_{16}
		227	212	-60	-36	
5	2,4-二氯酚- d_3	164	127*	-40	-22	——
6	2,4,6-三氯酚- $^{13}C_6$	200.9	35*	-50	-52	——
7	五氯酚- $^{13}C_6$	270.9	35*	-70	-60	——
8	双酚 A- d_{16}	241.4	223*	-50	-25	——
**五氯酚在某些仪器里无碎片离子，则采用 264.7>264.7 碎片定量。*为定量离子						

9.1.3 质谱仪的校正

按照仪器说明书校正质谱仪质量数和分辨率，仪器性能符合要求后开始测试。

9.1.4 校准曲线的建立

移取适量的标准使用液（6.8）于 10 ml 容量瓶，用甲醇溶液（6.6）配制不少于 5 个浓

度点的校准系列，双酚 A、2,4-二氯酚、2,4,6-三氯酚的浓度分别为 10.0 µg/L、100 µg/L、500 µg/L、750 µg/L、1000 µg/L，五氯酚的浓度分别为 0.10 µg/L、1.00 µg/L、5.00 µg/L、7.50 µg/L、10.0 µg/L（此为参考浓度）。取 1.0 ml 溶液置于样品瓶中，加入 10 µl（此为参考加入量）内标使用液（6.11），校准系列溶液由低浓度到高浓度依次进样，按照仪器参考条件（9.1）分析，以目标化合物浓度为横坐标，目标化合物的峰面积和对应内标物浓度乘积与对应内标物峰面积的比值为纵坐标，建立校准曲线。

9.1.5 平均响应因子计算

标准系列第 i 点中目标化合物的相对响应因子 RRF_i ，按照公式（1）计算：

$$\text{RRF}_i = \frac{A_i}{A_{\text{ISI}}} \times \frac{\rho_{\text{ISI}}}{\rho_i} \quad (1)$$

式中： RRF_i ——标准系列中第 i 点目标化合物的相对响应因子；

A_i ——标准系列中第 i 点目标化合物的峰面积；

A_{ISI} ——标准系列中第 i 点内标物的峰面积；

ρ_{ISI} ——标准系列中内标物的浓度，µg/L；

ρ_i ——标准系列中第 i 点目标化合物的浓度，µg/L。

目标化合物的平均相对响应因子 $\overline{\text{RRF}}$ ，按照公式（2）计算：

$$\overline{\text{RRF}} = \frac{\sum_{i=1}^n \text{RRF}_i}{n} \quad (2)$$

式中： $\overline{\text{RRF}}$ ——目标化合物的平均相对响应因子；

RRF_i ——标准系列中第 i 点目标化合物的相对响应因子；

n ——标准系列点数， $n \geq 5$ 。

9.2 试样测定

按照与校准曲线的建立（9.1.4）相同的步骤测定试样（8.2）。样品与标准溶液中内标物的响应值比值应在 0.3~1.8 范围内，否则应稀释样品后重新测定。

9.3 空白试验测定

按照与试样测定（9.2）相同的步骤测定空白试样（8.3）。

10 结果计算与表示

10.1 定性分析

根据保留时间和相对丰度进行定性分析。比较试样中目标化合物和对应内标的保留时间，偏差应在±0.10 min 之内，目标化合物色谱峰在仪器中的信号与仪器噪声比值≥3。比较样品中目标化合物定性离子的相对丰度 K_{sam} 与浓度接近的标准溶液中定性离子相对丰度 K_{std} ，偏差符合表 3 规定，即可判定为样品中存在目标化合物。目标化合物总离子色谱图见图 1。

样品中目标化合物定性离子的相对丰度 K_{sam} 按照公式（3）计算：

$$K_{\text{sam}} = \frac{A_2}{A_1} \times 100\% \tag{3}$$

式中： K_{sam} ——样品中目标化合物定性离子的相对丰度，%；

A_2 ——样品中目标化合物定性离子对的峰面积；

A_1 ——样品中目标化合物定量离子对的峰面积。

标准溶液中目标化合物定性离子的相对丰度 K_{std} 按照公式（4）计算：

$$K_{\text{std}} = \frac{A_{\text{std}2}}{A_{\text{std}1}} \times 100\% \tag{4}$$

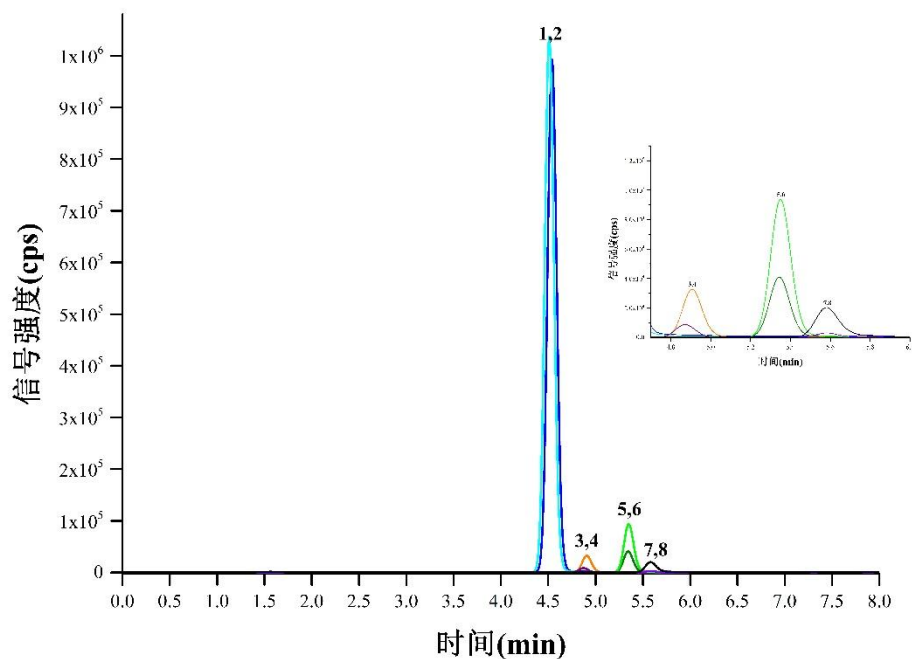
式中： K_{std} ——标准溶液中目标化合物定性离子的相对丰度，%；

$A_{\text{std}2}$ ——标准溶液中目标化合物定性离子对的峰面积；

$A_{\text{std}1}$ ——标准溶液中目标化合物定量离子对的峰面积。

表 3 定性确认时相对离子丰度的最大允许偏差

指标	评价标准			
K_{std} (%)	$K_{\text{std}} > 50$	$20 < K_{\text{std}} \leq 50$	$10 < K_{\text{std}} \leq 20$	$K_{\text{std}} \leq 10$
K_{sam} 的最大允许偏差 (%)	±20	±25	±30	±50



1—双酚 A- d_6 ; 2—双酚 A; 3—2, 4-二氯酚- d_3 ; 4—2, 4-二氯酚; 5—2, 4, 6-三氯酚; 6—2, 4, 6-三氯酚- $^{13}C_6$; 7—五氯酚; 8—五氯酚- $^{13}C_6$ 。

图 1 20%甲醇/水溶液配制标准溶液中 4 种酚类化合物和 4 种内标物总离子色谱图

10.2 定量分析

10.2.1 用平均响应因子法计算

试样中目标化合物浓度按照公式（5）进行计算：

$$\rho = \frac{A \times \rho_{IS}}{A_{IS} \times \overline{RRF}} \quad (5)$$

式中： ρ ——试样中目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

A ——目标化合物的峰面积；

A_{IS} ——内标物的峰面积；

ρ_{IS} ——内标物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$\overline{RRF}$ ——目标化合物的平均相对响应因子。

10.2.2 用校准曲线法计算

目标物采用校准曲线法进行计算时，目标化合物质量浓度 ρ 通过相应的校准曲线方程进行计算。

10.3 结果计算

样品中目标化合物浓度按照公式（6）计算：

$$\rho_{\text{sam}} = \rho \times \frac{V_2}{V_1} \times D \quad (6)$$

式中： ρ_{sam} ——样品中目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

ρ ——从平均相对响应因子或校准曲线得到的试样中目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

V_1 ——样品取样量，4.0ml；

V_2 ——试样定容体积，5.0 ml；

D ——稀释倍数。

10.4 结果表示

测定结果最多保留 3 位有效数字，小数点后位数的保留与方法检出限保持一致。

11 准确度

11.1 精密度

6 家实验室分别对含目标化合物加标浓度为 10.0 $\mu\text{g/L}$ （五氯酚为 0.10 $\mu\text{g/L}$ ）、500 $\mu\text{g/L}$ （五氯酚为 5.00 $\mu\text{g/L}$ ）、800 $\mu\text{g/L}$ （五氯酚为 8.00 $\mu\text{g/L}$ ）的统一空白样品重复测定 6 次，实验室内相对标准偏差分别为：0.5%~12%，0.4%~10%，0.5%~6.3%；实验室间相对标准偏差分别为：0.8%~3.5%，6.0%~14%，2.9%~9.6%；重复性限分别为：0.005 $\mu\text{g/L}$ ~2.08 $\mu\text{g/L}$ ，0.24 $\mu\text{g/L}$ ~59.5 $\mu\text{g/L}$ ，0.52 $\mu\text{g/L}$ ~78.4 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为：0.01 $\mu\text{g/L}$ ~2.14 $\mu\text{g/L}$ ，1.38 $\mu\text{g/L}$ ~194 $\mu\text{g/L}$ ，2.17 $\mu\text{g/L}$ ~234 $\mu\text{g/L}$ 。

6 家实验室分别对含目标化合物加标浓度为 10.0 $\mu\text{g/L}$ （五氯酚为 0.10 $\mu\text{g/L}$ ）地下水、100 $\mu\text{g/L}$ （五氯酚为 1.00 $\mu\text{g/L}$ ）地表水、400 $\mu\text{g/L}$ （五氯酚为 4.00 $\mu\text{g/L}$ ）石化废水、800 $\mu\text{g/L}$ （五氯酚为 8.00 $\mu\text{g/L}$ ）生活污水统一样品重复测定 6 次，实验室内相对标准偏差分别为：1.3%~9.5%，0.7%~8.5%，0.2%~11%，0.2%~14%；实验室间相对标准偏差分别为：2.7%~14%，2.6%~6.9%，3.5%~6.1%，2.3%~6.5%；重复性限分别为：0.02 $\mu\text{g/L}$ ~1.36 $\mu\text{g/L}$ ，0.10 $\mu\text{g/L}$ ~8.94 $\mu\text{g/L}$ ，0.54 $\mu\text{g/L}$ ~53.8 $\mu\text{g/L}$ ，0.63 $\mu\text{g/L}$ ~129 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为：0.02 $\mu\text{g/L}$ ~4.14 $\mu\text{g/L}$ ，0.12 $\mu\text{g/L}$ ~20.6 $\mu\text{g/L}$ ，0.66 $\mu\text{g/L}$ ~112 $\mu\text{g/L}$ ，1.54 $\mu\text{g/L}$ ~153 $\mu\text{g/L}$ 。

精密度结果参见附录 B 中表 B.1。

11.2 正确度

6 家实验室对加标量分别为 10.0 $\mu\text{g/L}$ （五氯酚为 0.10 $\mu\text{g/L}$ ）、500 $\mu\text{g/L}$ （五氯酚为 5.00 $\mu\text{g/L}$ ）、800 $\mu\text{g/L}$ （五氯酚为 8.00 $\mu\text{g/L}$ ）的空白样品重复测定 6 次，加标回收率范围分别为：94.1%~103%，78.8%~119%，92.4%~126%；加标回收率最终值分别为：98.3%±4.6%~100%±7.0%，96.1%±26%~104%±14%，101%±5.8%~107%±20%。

6 家实验室对加标量分别为 10.0 $\mu\text{g/L}$ （五氯酚为 0.10 $\mu\text{g/L}$ ）地下水、100 $\mu\text{g/L}$ （五氯酚为 1.00 $\mu\text{g/L}$ ）地表水、400 $\mu\text{g/L}$ （五氯酚为 4.00 $\mu\text{g/L}$ ）石化废水、800 $\mu\text{g/L}$ （五氯酚为 8.00 $\mu\text{g/L}$ ）生活污水统一样品重复测定 6 次，加标回收率范围分别为：90.7%~133%，90.5%~

109%, 90.5%~113%, 90.8%~109%; 加标回收率最终值分别为: 98.2%±18%~106%±28%, 96.0%±5.0%~98.7%±5.2%, 98.2%±13%~104%±11%, 97.7%±13%~98.7%±4.4%。

正确度结果参见附录 B 中表 B.2。

12 质量保证和质量控制

12.1 空白试验

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）至少分析 1 个实验室空白和 1 个全程序空白，空白测试结果应低于方法检出限。

12.2 校准

目标化合物相对响应因子的 RSD 应 $\leq 20\%$ ，或者校准曲线的相关系数 $r \geq 0.995$ 。

样品分析前建立校准曲线，选择校准曲线中间浓度点连续校准，每分析 20 个样品或每批次（少于 20 个/批）和样品分析结束进行 1 次连续校准，目标物测定结果相对误差在 $\pm 30\%$ 之内，否则应重新建立校准曲线。

12.3 平行样

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）至少分析 1 个平行样，平行样偏差应在 $\pm 20\%$ 之内。如因样品基质问题导致平行样不能满足质控要求，则本方法不适用于该类样品。

12.4 基体加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）至少分析 1 个基体加标样，加标回收率应在 50%~140%之间。如基体加标不能满足质控要求，则应稀释样品，如仍无法满足质控要求，则本方法不适用于该类样品。

13 注意事项

13.1 在样品采集、前处理及分析过程中不得使用含有目标化合物的器皿及耗材。采样瓶使用前可用实验用水、丙酮依次清洗，避免使用表面活性剂类洗涤剂。

13.2 本方法适用于较为清洁的样品分析，不适用于色度、盐度等异常样品分析。

附 录 A
(规范性附录)
方法的检出限和测定下限

表 A.1 给出了本方法中目标化合物的方法检出限和测定下限。

表A. 1 方法的检出限和测定下限

序号	化合物 中文名称	化合物 英文名称	CAS 号	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
1	双酚 A	Bisphenol A	80-05-7	2.0	8.0
2	2,4-二氯酚	2,4-Dichlorophenol	120-83-2	2.0	8.0
3	2,4,6-三氯酚	2,4,6-Trichlorophenol	88-06-2	2.0	8.0
4	五氯酚	Pentachlorophenol	87-86-5	0.01	0.04

附 录 B
(资料性附录)
方法的准确度

分析方法的精密度见表 B.1，方法的正确度见表 B.2。

表 B.1 方法的精密度

化合物	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相 对标准偏差 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
双酚 A	空白	10.0	0.5~4.5	0.8	0.81	0.81
		500	0.6~10	14	59.5	194
		800	0.6~6.3	2.9	78.4	97.1
	地下水	10.0	1.3~6.6	9.1	1.04	2.66
	地表水	100	1.5~6.5	2.7	8.70	10.9
	石化废水	400	0.6~9.4	3.5	43.0	56.0
	生活污水	800	0.8~5.6	3.0	52.7	81.4
2,4- 二氯 酚	空白	10.0	3.5~11	3.5	2.08	2.14
		500	0.6~3.8	6.0	31.1	89.0
		800	0.5~5.9	5.1	69.0	133
	地下水	10.0	2.7~6.9	13.3	1.36	4.14
	地表水	100	1.1~6.4	6.9	8.94	20.6
	石化废水	400	0.4~5.7	6.1	47.1	112
	生活污水	800	0.8~6.1	6.4	63.7	153
2,4,6- 三氯 酚	空白	10.0	1.7~12	2.4	1.49	1.50
		500	0.6~4.5	6.8	28.5	103
		800	0.7~4.7	9.6	50.2	234
	地下水	10.0	1.4~6.8	12.7	1.25	3.92
	地表水	100	0.7~4.3	4.4	5.40	13.1
	石化废水	400	0.6~10	5.1	53.8	76.4
	生活污水	800	0.2~14	2.3	129	129
五氯 酚	空白	0.10	0.5~3.4	1.3	0.005	0.01
		5.00	0.4~3.8	9.5	0.24	1.38
		8.00	0.5~5.2	9.3	0.52	2.17
	地下水	0.10	1.8~9.5	2.7	0.02	0.02
	地表水	1.00	1.0~8.5	2.6	0.10	0.12
	石化废水	4.00	0.2~11	3.8	0.54	0.66
	生活污水	8.00	0.4~6.0	6.5	0.63	1.54

表 B.2 方法的正确度

化合物	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	原样浓度均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标后浓度 均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围 (%)	加标回收率 最终值 (%)
双酚 A	空白	10.0	ND	10.0	99.0~101	100 $\pm$ 1.6
		500	ND	481	78.8~109	96.1 $\pm$ 26
		800	ND	810	98.0~105	101 $\pm$ 5.8
	地下水	10.0	ND	9.8	90.7~115	98.2 $\pm$ 18
	地表水	100	ND	98.6	95.8~103	98.7 $\pm$ 5.2
	石化废水	400	ND	409	98.3~108	102 $\pm$ 7.0
	生活污水	800	ND	785	95.3~103	98.1 $\pm$ 5.6
2,4- 二氯 酚	空白	10.0	ND	10.0	94.1~103	100 $\pm$ 7.0
		500	ND	504	90.6~108	101 $\pm$ 12
		800	ND	816	96.6~112	102 $\pm$ 11
	地下水	10.0	ND	10.6	94.8~133	106 $\pm$ 28
	地表水	100	ND	98.3	90.5~109	98.3 $\pm$ 14
	石化废水	400	208	601	90.5~108	98.2 $\pm$ 13
	生活污水	800	ND	788	91.5~109	98.4 $\pm$ 12
2,4,6- 三氯 酚	空白	10.0	ND	9.8	95.0~102	98.3 $\pm$ 4.6
		500	ND	522	97.2~118	104 $\pm$ 14
		800	ND	853	98.8~126	107 $\pm$ 20
	地下水	10.0	ND	10.6	96.3~132	105 $\pm$ 26
	地表水	100	ND	97.4	91.9~103	97.4 $\pm$ 8.6
	石化废水	400	ND	413	97.5~113	104 $\pm$ 11
	生活污水	800	ND	790	95.3~101	98.7 $\pm$ 4.4
五氯 酚	空白	0.10	ND	0.10	98.0~101	100 $\pm$ 2.6
		5.00	ND	5.16	95.2~119	103 $\pm$ 20
		8.00	ND	8.11	92.4~116	101 $\pm$ 19
	地下水	0.10	ND	0.10	102~110	105 $\pm$ 5.6
	地表水	1.00	ND	0.96	93.0~99.0	96.0 $\pm$ 5.0
	石化废水	4.00	ND	4.07	98.0~109	102 $\pm$ 7.8
	生活污水	8.00	ND	7.82	90.8~107	97.7 $\pm$ 13