

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 1150-2020

水质 硝基酚类化合物的测定 气相色谱-质谱法

Water quality—Determination of nitrophenols

—Gas chromatography mass spectrometry

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版集团出版的正式标准文本为准。

2020-12-09 发布

2021-03-01 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 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	3
6 样品.....	3
7 分析步骤.....	5
8 结果计算与表示.....	8
9 精密度和准确度.....	9
10 质量保证和质量控制.....	10
11 废物处理.....	11
附录 A（规范性附录） 方法检出限和测定下限.....	12
附录 B（资料性附录） 方法精密度数据汇总.....	13
附录 C（资料性附录） 方法准确度数据汇总.....	22

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护生态环境，保障人体健康，规范水中硝基酚类化合物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中12种硝基酚类化合物的气相色谱-质谱法。

本标准的附录A为规范性附录，附录B和附录C为资料性附录。

本标准为首次发布。

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。

本标准起草单位：江苏省环境监测中心。

本标准验证单位：江苏省镇江环境监测中心、江苏省常州环境监测中心、江苏省泰州环境监测中心、江苏省南通环境监测中心和江苏省淮安环境监测中心。

本标准生态环境部2020年12月09日批准。

本标准自2021年03月01日起实施。

本标准由生态环境部解释。

水质 硝基酚类化合物的测定 气相色谱-质谱法

警告：实验中使用的标准物质和有机溶剂为有毒有害物质，试剂配制和样品前处理过程应在通风橱内进行；操作时应按要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中硝基酚类化合物的气相色谱-质谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中 2-硝基酚、3-甲基-2-硝基酚、4-甲基-2-硝基酚、5-甲基-2-硝基酚、2,5-二硝基酚、3-硝基酚、2,4-二硝基酚、4-硝基酚、2,6-二硝基酚、3-甲基-4-硝基酚、6-甲基-2,4-二硝基酚和 2,6-二甲基-4-硝基酚等 12 种硝基酚类化合物的测定。

当取样体积为 1000 ml，试样定容体积为 1.0 ml 时，12 种硝基酚类化合物的方法检出限为 0.2 $\mu\text{g/L}$ ~2 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 0.8 $\mu\text{g/L}$ ~8 $\mu\text{g/L}$ 。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。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

- GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分：样品采集、贮存与运输
- GB/T 14581 水质 湖泊和水库采样技术指导
- HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范
- HJ 91.1 污水监测技术规范
- HJ/T 164 地下水环境监测技术规范

3 方法原理

样品经酸碱分配净化后，在酸性条件下（pH 值为 1~2），采用液液萃取法或者固相萃取法提取硝基酚类化合物，萃取液经脱水、浓缩、定容后用气相色谱分离，质谱检测。根据保留时间、碎片离子质荷比及丰度比定性，内标法定量。

4 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，实验用水为不含目标化合物的蒸馏水或通过纯水设备制备的水。

- 4.1 二氯甲烷（ CH_2Cl_2 ）：农残级。
- 4.2 丙酮（ CH_3COCH_3 ）：农残级。
- 4.3 甲醇（ CH_3OH ）：农残级。
- 4.4 盐酸： $\rho(\text{HCl})=1.18 \text{ g/ml}$ 。

4.5 氢氧化钠 (NaOH)。

4.6 无水硫酸钠 (Na₂SO₄)。

在马弗炉中 400℃ 烘烤 4 h，置于干燥器中冷却至室温后，放入试剂瓶密封保存。

4.7 氯化钠 (NaCl)。

在马弗炉中 400℃ 烘烤 4 h，置于干燥器中冷却至室温后，放入试剂瓶密封保存。

4.8 盐酸溶液：1+1。

4.9 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

量取 1.8 ml 盐酸 (4.4)，缓慢加入水中，转移至 1000 ml 容量瓶中，稀释定容至标线。临用现配。

4.10 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=5.0 \text{ mol/L}$ 。

称取 20.0 g 氢氧化钠 (4.5)，用水溶解，转移至 100 ml 容量瓶中，稀释定容至标线。临用现配。

4.11 标准物质：纯度 $\geq 99\%$ 。

2-硝基酚、3-甲基-2-硝基酚、4-甲基-2-硝基酚、5-甲基-2-硝基酚、2,5-二硝基酚、3-硝基酚、2,4-二硝基酚、4-硝基酚、2,6-二硝基酚、3-甲基-4-硝基酚、6-甲基-2,4-二硝基酚和 2,6-二甲基-4-硝基酚。

4.12 标准贮备液： $\rho=1000 \text{ mg/L}$ 。

分别称取硝基酚类化合物标准物质 (4.11) 各 50 mg (精确至 0.1 mg)，用少量甲醇 (4.3) 溶解，转移至 50 ml 棕色容量瓶中，用二氯甲烷 (4.1) 稀释定容至标线，混匀。该标准溶液在 -10℃ 以下冷冻避光，可保存半年。也可直接购买市售有证标准溶液，按说明书时间保存。

4.13 标准使用液： $\rho=200 \text{ mg/L}$ 。

用二氯甲烷 (4.1) 稀释标准贮备液 (4.12)。4℃ 下避光密闭冷藏，可保存 2 个月。

4.14 内标贮备液： $\rho=2000 \text{ mg/L}$ 。

宜选用蔡-d₈、萘-d₁₀ 作为硝基酚类化合物内标。市售有证标准溶液，按说明书时间保存。

4.15 内标使用液： $\rho=500 \text{ mg/L}$ 。

用二氯甲烷 (4.1) 稀释内标贮备液 (4.14)。

4.16 十氟三苯基膦 (DFTPP) 溶液： $\rho=1000 \text{ mg/L}$ 。市售有证标准溶液，按说明书时间保存。

4.17 十氟三苯基膦使用液： $\rho=50 \text{ mg/L}$ 。

用二氯甲烷 (4.1) 稀释十氟三苯基膦 (DFTPP) 溶液 (4.16)。

4.18 固相萃取柱：500 mg/6 ml，填料为二乙烯苯-N-乙烯基吡咯烷酮，或等效固相萃取柱。

4.19 固相萃取盘：直径 47 mm 商品化圆盘，介质层为二乙烯苯-N-乙烯基吡咯烷酮，或等效固相萃取盘。

4.20 滤膜：0.45 μm 聚四氟乙烯滤膜。

4.21 脱脂棉。

依次用二氯甲烷 (4.1)、丙酮 (4.2) 浸泡后，晾干备用。

4.22 载气：氮气，纯度 $\geq 99.999\%$ 。

4.23 氮气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱-质谱仪：气相色谱具有分流/不分流进样口，柱温箱可程序升温。质谱具有 70 eV 的电子轰击 (EI) 源。
- 5.2 色谱柱：长 30 m，内径 0.25 mm，膜厚为 0.25 μm ，固定相为 5%-苯基-95%甲基聚硅氧烷的毛细管色谱柱。或其它等效毛细管色谱柱。
- 5.3 固相萃取装置：柱固相萃取装置、圆盘固相萃取装置。
- 5.4 浓缩装置：氮吹浓缩仪、旋转蒸发仪或其他同等性能的设备。
- 5.5 样品瓶：2 L，具塞磨口棕色玻璃瓶。
- 5.6 三角漏斗：直径 40 mm。
- 5.7 无水硫酸钠干燥装置。

在三角漏斗(5.6)下部装填少量脱脂棉(4.21)，内部装填 3 cm~5 cm 厚无水硫酸钠(4.6)，使用前分别用 5 ml 丙酮 (4.2)、5 ml 二氯甲烷 (4.1) 淋洗。
- 5.8 微量注射器或移液器：5 μl 、10 μl 、50 μl 、100 μl 、250 μl 、1.0 ml。
- 5.9 分液漏斗：2000 ml，具聚四氟乙烯活塞。
- 5.10 分析天平：实际分度值 $d = 0.1 \text{ mg}$ 。
- 5.11 进样瓶：2ml 棕色瓶。
- 5.12 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品采集和保存

按照 GB/T 14581、HJ 91.1、HJ/T 91、HJ/T 164 和 GB 17378.3 的相关规定进行样品的采集。采集样品时，不能用样品预洗样品瓶 (5.5)。样品采集后，加入盐酸溶液 (4.8) 调节 $\text{pH} \leq 2$ 。样品应充满样品瓶并加盖密封，4 $^{\circ}\text{C}$ 以下冷藏避光保存。样品采集完毕后应尽快分析，如不能及时分析，应在 7 d 内萃取，萃取液在 4 $^{\circ}\text{C}$ 以下冷藏避光保存，于 20 d 内完成分析。

6.2 试样的制备

6.2.1 酸碱分配净化

将样品 (6.1) 摇匀，量取 1000 ml，用氢氧化钠溶液 (4.10) 调节 $\text{pH} \geq 12$ ，置于分液漏斗 (5.9) 中，加入 60 ml 二氯甲烷 (4.1)，振摇萃取 10 min，待静置分层后，弃去有机相。用盐酸溶液 (4.8) 调节 pH 至 1~2，待萃取。

注 1：可根据实际样品情况，适当调整取样体积。

注 2：若有机相颜色较深，可将萃取次数适当增加至 2~3 次。

6.2.2 萃取

6.2.2.1 液液萃取

在酸碱分配净化后的样品（6.2.1）中加入 40 g 氯化钠（4.7），振摇使其完全溶解。加入 60 ml 二氯甲烷（4.1），振摇萃取 10 min，待静置分层后，收集有机相，用无水硫酸钠干燥装置（5.7）进行脱水，收集于浓缩管中。再重复上述步骤 2 次，合并有机相。

6.2.2.2 柱固相萃取

将固相萃取柱（4.18）固定在固相萃取装置（5.3）上，依次用 5 ml 二氯甲烷（4.1）、5 ml 甲醇（4.3）和 10 ml 盐酸溶液（4.9）活化固相萃取柱，保持柱头湿润。将酸碱分配净化后的样品（6.2.1）以 3 ml/min~5 ml/min 的速率通过固相萃取柱富集后，继续真空抽吸直至小柱完全干燥。用 10 ml 二氯甲烷（4.1）以 1 ml/min~2 ml/min 的速率洗脱，用浓缩管接收洗脱液。

6.2.2.3 圆盘固相萃取

将固相萃取盘（4.19）固定在固相萃取装置（5.3）上，依次用 5 ml 二氯甲烷（4.1）、5 ml 甲醇（4.3）和 10 ml 盐酸溶液（4.9）活化固相萃取盘，保持圆盘湿润。将酸碱分配净化后的样品（6.2.1）以 20 ml/min~30 ml/min 的速率通过固相萃取盘富集后，继续真空抽吸直至圆盘完全干燥。用 25 ml 二氯甲烷（4.1）洗脱，用浓缩管接收洗脱液。

采用固相萃取时，若使用自动固相萃取仪萃取样品，按照仪器操作规程进行。

注 1：采用固相萃取法时，若样品（6.2.1）含较高浓度的悬浮物，可先将样品用滤膜（4.20）过滤，再进行固相萃取。

注 2：对于基体复杂、有机物含量较高的样品（6.2.1），为避免穿透，可以分别用两个相同固相萃取柱或盘，萃取不同体积的同一样品。当后者的测定结果低于前者的 20% 时，即说明后者的吸附容量已达到饱和，需适当减少取样量或将样品稀释后再固相萃取。

6.2.3 浓缩

在室温条件下，将萃取液（6.2.2）用氮吹浓缩仪（5.4）浓缩至 0.5 ml~0.8 ml，加入 10 μ l 内标标准使用液（4.15），用二氯甲烷（4.1）定容至 1.0 ml，转移至进样瓶中（5.11），待测。

6.3 空白试样的制备

用实验用水代替样品，按照与试样的制备（6.2）相同的步骤进行实验室空白试样的制备。

7 分析步骤

7.1 仪器参考分析条件

7.1.1 色谱参考条件

进样口温度：220℃，不分流进样；柱流量：1.0 ml/min；程序升温：50℃（保持 5 min），以 8℃/min 升至 250℃（保持 4 min）。

7.1.2 质谱参考条件

离子源温度：230℃；传输线温度：260℃；电压：70 eV。其他条件参照仪器说明书要求。数据采集方式：选择离子扫描（SIM）。目标化合物出峰顺序、保留时间、定量离子等参考条件见表 1。溶剂延迟时间：4 min。

表 1 目标化合物名称、保留时间及定量离子

序号	化合物名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子	定性离子	对应内标
1	2-硝基酚	88-75-5	13.29	139	81, 65	内标 1
2	萘-d ₈ (内标1)	1146-65-2	14.37	136	108, 54	——
3	3-甲基-2-硝基酚	4920-77-8	15.22	136	153, 77	内标 1
4	4-甲基-2-硝基酚	119-33-5	15.56	153	154, 77	内标 1
5	5-甲基-2-硝基酚	700-38-9	15.81	153	123, 77	内标 1
6	2,5-二硝基酚	329-71-5	19.36	184	63, 53	内标 2
7	3-硝基酚	554-84-7	19.47	139	93, 65	内标 2
8	萘-d ₁₀ (内标2)	15067-26-2	19.72	164	162, 160	——
9	2,4-二硝基酚	51-28-5	20.06	184	154, 63, 107	内标 2
10	4-硝基酚	100-02-1	20.40	139	109, 65	内标 2
11	2,6-二硝基酚	573-56-8	20.96	184	126, 63	内标 2
12	3-甲基-4-硝基酚	2581-34-2	21.34	136	153, 77	内标 2
13	6-甲基-2,4-二硝基酚	534-52-1	21.87	198	105, 121, 51	内标 2
14	2,6-二甲基-4-硝基酚	2423-71-4	22.20	167	91, 77, 137	内标 2

7.2 校准

7.2.1 仪器性能检查

在样品分析之前，使用十氟三苯基膦使用液（4.17）对气相色谱-质谱系统进行仪器性能检查。进样量：1.0 μl ；数据采集方式：全扫描，扫描范围：45 amu~500 amu。其他分析条件参考仪器分析条件（7.1）。所得质量离子的丰度应满足表 2 要求。

表 2 十氟三苯基膦（DFTPP）关键离子及离子丰度标准

质荷比 (m/z)	丰度标准	质荷比 (m/z)	丰度标准
51	198 峰（基峰）的 30%~60%	199	198 峰的 5%~9%
68	小于 69 峰的 2%	275	198 峰的 10%~30%
70	小于 69 峰的 2%	365	大于 198 峰的 1%
127	198 峰的 40%~60%	441	存在且小于 443 峰
197	小于 198 峰的 1%	442	基峰或大于 198 峰的 40%
198	基峰，丰度 100%	443	442 峰的 17%~23%

7.2.2 标准系列的配制及测定

分别取适量的硝基酚类化合物标准使用液（4.13）于进样瓶（5.11）中，加入 10 μl 内标标准使用液（4.15），用二氯甲烷（4.1）定容至 1.0 ml。配制至少 5 个浓度点的标准系列，硝基酚类化合物的质量浓度分别为 2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L、80.0 mg/L（此为参考浓度），内标浓度均为 5.0 mg/L。

按照仪器参考分析条件（7.1），从低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进样分析。记录各目标化合物的保留时间和定量离子质谱峰的峰面积。

7.2.3 平均相对响应因子的计算

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）进行计算：

$$RRF_i = \frac{A_i}{A_{ISi}} \times \frac{\rho_{IS}}{\rho_i} \quad (1)$$

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 点目标化合物定量离子的峰面积；

A_{ISi} ——标准系列中第 i 点内标定量离子的峰面积；

ρ_{IS} ——标准系列中内标物的质量浓度，mg/L；

ρ_i ——标准系列中第 i 点目标化合物的质量浓度，mg/L。

标准系列中目标化合物的平均相对响应因子 \overline{RRF} ，按照公式（2）进行计算：

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

式中： \overline{RRF} ——标准系列中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。

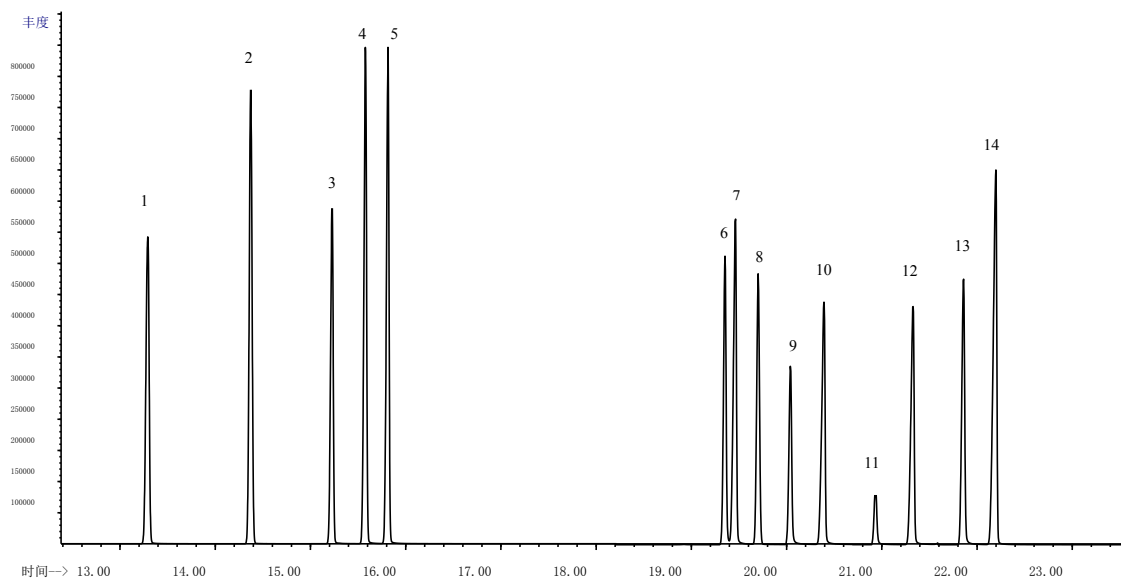
标准系列目标化合物相对响应因子（ RRF ）的相对标准偏差（ RSD ）应 $\leq 20\%$ 。

7.2.4 标准曲线的计算

以目标化合物的质量浓度（mg/L）为横坐标，以其对应的峰面积与内标物峰面积的比值和内标浓度的乘积为纵坐标，建立标准曲线。曲线相关系数应 ≥ 0.995 。

7.2.5 参考标准气相色谱/质谱图

在仪器参考分析条件（7.1）下，硝基酚类化合物标准溶液（20.0 mg/L）的选择离子流图见图 1。



1——2-硝基酚；2——萘- d_8 （内标）；3——3-甲基-2-硝基酚；4——4-甲基-2-硝基酚；5——5-甲基-2-硝基酚；6——2,5-二硝基酚；7——3-硝基酚；8——萘- d_{10} （内标）；9——2,4-二硝基酚；10——4-硝基酚；11——2,6-二硝基酚；12——3-甲基-4-硝基酚；13——6-甲基-2,4-二硝基酚；14——2,6-二甲基-4-硝基酚。

图 1 硝基酚类化合物标准物质的选择离子流图

7.3 试样测定

按照与标准系列的测定（7.2.2）相同的仪器分析条件进行试样（6.2）的测定。

7.4 空白试验

按照与试样测定（7.3）相同的仪器分析条件进行实验室空白试样（6.3）的测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

通过样品中目标化合物与标准系列中目标化合物的保留时间、碎片离子质荷比及其丰度等信息比较,对目标化合物进行定性。应多次分析标准溶液得到目标化合物的保留时间均值,以平均保留时间±3倍的标准偏差为保留时间窗口,样品中目标化合物的保留时间应在其范围内。

样品中目标化合物定性离子与定量离子的相对丰度与标准系列中间点该目标化合物的相对丰度比较,其相对偏差应在±30%以内。

8.2 结果计算

8.2.1 用平均相对响应因子计算

样品中目标化合物的质量浓度 ρ_x ($\mu\text{g/L}$),按照公式(3)进行计算:

$$\rho_x = \frac{V_2 \times A_x \times \rho_{is}}{V_1 \times A_{is} \times \overline{RRF}} \quad (3)$$

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

V_2 ——试样定容体积, ml;

A_x ——目标化合物 x 定量离子的峰面积;

ρ_{is} ——内标化合物浓度, $\mu\text{g/L}$;

V_1 ——取样体积, ml;

A_{is} ——内标化合物定量离子的峰面积;

\overline{RRF} ——目标化合物的平均相对响应因子,无量纲。

8.2.2 用标准曲线计算

样品中目标化合物的质量浓度 ρ_x ($\mu\text{g/L}$),按照公式(4)进行计算:

$$\rho_x = \frac{\rho_{ix} \times V_2 \times 1000}{V_1} \times D \quad (4)$$

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

ρ_{ix} ——由标准曲线得到的试样中目标化合物 x 的质量浓度, mg/L ;

V_2 ——试样定容体积, ml;

V_1 ——取样体积, ml;

D ——稀释倍数。

8.3 结果表示

测定结果小数位数的保留与方法检出限一致, 最多保留三位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

6家实验室对含硝基酚类化合物浓度为 5.0 $\mu\text{g/L}$ 、15.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 的统一空白加标样品进行了 6 次重复测定: 使用液液萃取法时, 实验室内相对标准偏差分别为 3.1%~14%、0.7%~12%、0.4%~3.0%; 实验室间相对标准偏差分别为 0.8%~6.3%、0.7%~2.4%、0.5%~1.8%; 重复性限分别为 1 $\mu\text{g/L}$ ~1.4 $\mu\text{g/L}$ 、1 $\mu\text{g/L}$ ~2.8 $\mu\text{g/L}$ 、1.6 $\mu\text{g/L}$ ~2.7 $\mu\text{g/L}$; 再现性限分别为 1 $\mu\text{g/L}$ ~1.6 $\mu\text{g/L}$ 、1.1 $\mu\text{g/L}$ ~2.9 $\mu\text{g/L}$ 、1.7 $\mu\text{g/L}$ ~3.1 $\mu\text{g/L}$ 。使用柱固相萃取法时, 实验室内相对标准偏差分别为 1.7%~15%、0.7%~7.6%、0.4%~3.0%; 实验室间相对标准偏差分别为 1.3%~5.6%、1.0%~3.8%、0.5%~1.8%; 重复性限分别为 1 $\mu\text{g/L}$ ~1.5 $\mu\text{g/L}$ 、1 $\mu\text{g/L}$ ~2.2 $\mu\text{g/L}$ 、1.6 $\mu\text{g/L}$ ~2.7 $\mu\text{g/L}$; 再现性限分别为 1 $\mu\text{g/L}$ ~1.6 $\mu\text{g/L}$ 、1 $\mu\text{g/L}$ ~2.3 $\mu\text{g/L}$ 、1.7 $\mu\text{g/L}$ ~3.1 $\mu\text{g/L}$ 。使用圆盘固相萃取法时, 实验室内相对标准偏差分别为 0.4%~15%、0.8%~7.6%、0.4%~2.6%; 实验室间相对标准偏差分别为 1.2%~7.1%、0.7%~1.9%、0.5%~1.3%; 重复性限分别为 1 $\mu\text{g/L}$ ~1.5 $\mu\text{g/L}$ 、1.5 $\mu\text{g/L}$ ~2.3 $\mu\text{g/L}$ 、1.6 $\mu\text{g/L}$ ~3.0 $\mu\text{g/L}$; 再现性限分别为 1 $\mu\text{g/L}$ ~1.6 $\mu\text{g/L}$ 、1.5 $\mu\text{g/L}$ ~2.4 $\mu\text{g/L}$ 、1.8 $\mu\text{g/L}$ ~3.2 $\mu\text{g/L}$ 。

6家实验室对硝基酚类化合物加标浓度为 15.0 $\mu\text{g/L}$ 的地表水、地下水、生活污水三种不同类型实际样品, 进行了 6 次重复测定: 使用液液萃取法时, 实验室内相对标准偏差分别为 0.7%~16%、2.0%~18%、1.2%~9.1%; 实验室间相对标准偏差分别为 1.6%~4.5%、1.5%~4.3%、0.7%~3.0%; 重复性限分别为 1.3 $\mu\text{g/L}$ ~3.4 $\mu\text{g/L}$ 、1.1 $\mu\text{g/L}$ ~4.1 $\mu\text{g/L}$ 、1.2 $\mu\text{g/L}$ ~2.3 $\mu\text{g/L}$; 再现性限分别为 1.3 $\mu\text{g/L}$ ~3.6 $\mu\text{g/L}$ 、1.2 $\mu\text{g/L}$ ~4.4 $\mu\text{g/L}$ 、1.3 $\mu\text{g/L}$ ~2.5 $\mu\text{g/L}$ 。使用柱固相萃取法时, 实验室内相对标准偏差分别为 2.6%~14%、1.4%~17%、0.7%~11%; 实验室间相对标准偏差分别为 1.2%~3.6%、1.3%~3.6%、0.7%~2.7%; 重复性限分别为 2.2 $\mu\text{g/L}$ ~3.1 $\mu\text{g/L}$ 、1.9 $\mu\text{g/L}$ ~3.9 $\mu\text{g/L}$ 、1 $\mu\text{g/L}$ ~2.8 $\mu\text{g/L}$; 再现性限分别为 2.4 $\mu\text{g/L}$ ~3.3 $\mu\text{g/L}$ 、1.9 $\mu\text{g/L}$ ~4.2 $\mu\text{g/L}$ 、1 $\mu\text{g/L}$ ~3.0 $\mu\text{g/L}$ 。使用圆盘固相萃取法时, 实验室内相对标准偏差分别为 1.1%~15%、2.8%~15%、1.5%~7.9%; 实验室间相对标准偏差分别为 1.1%~4.1%、1.1%~3.5%、0.7%~2.1%; 重复性限分别为 1 $\mu\text{g/L}$ ~3.5 $\mu\text{g/L}$ 、2.3 $\mu\text{g/L}$ ~3.5 $\mu\text{g/L}$ 、1.4 $\mu\text{g/L}$ ~2.3 $\mu\text{g/L}$; 再现性限分别为 1 $\mu\text{g/L}$ ~3.6 $\mu\text{g/L}$ 、2.4 $\mu\text{g/L}$ ~3.5 $\mu\text{g/L}$ 、1.4 $\mu\text{g/L}$ ~2.5 $\mu\text{g/L}$ 。

实验室内对加标浓度为 15.0 $\mu\text{g/L}$ 的海水、工业废水样品进行了 6 次重复测定, 使用液液萃取法时, 实验室内相对标准偏差分别 8.1%~15.4%、6.4%~14.6%; 使用柱固相萃取法时, 实验室内相对标准偏差分别 7.9%~17.3%、7.9%~16.5%; 使用圆盘固相萃取法时, 实验室内相对标准偏差分别 5.0%~13.6%、3.7%~15.1%。

方法精密度汇总数据参见附录 B。

9.2 准确度

6 家实验室对含硝基酚类化合物统一空白加标浓度为 5.0 µg/L、15.0 µg/L、50.0 µg/L 的样品，进行了 6 次重复测定：

使用液液萃取法时，相对误差范围分别为-18.0%~6.0%、-6.0%~2.0%、-5.0%~-4.0%，相对误差最终值分别为-11.3%±7.0%~-1.3%±11.8%、-4.6%±2.8%~0.6%±2.8%、-2.9%±1.0%~-1.1%±1.2%。

使用柱固相萃取法时，相对误差范围分别为-20.0%~-2.0%、-6.0%~4.0%、-5.0%~0%，相对误差最终值分别为-14.7%±7.0%~-7.0%±6.0%、-4.4%±2.0%~1.1%±2.0%、-3.2%±1.0%~-0.9%±1.0%。

使用圆盘固相萃取法时，相对误差范围分别为-18.0%~8.0%、-6.0%~2.0%、-4.2%~0.4%，相对误差最终值分别为-14.3%±4.6%~-5.3%±8.2%、-4.6%±3.0%~0.3%±2.4%、-2.9%±2.0%~-0.4%±1.2%。

6 家实验室对含硝基酚类化合物加标浓度为 15.0 µg/L 的地表水、地下水、生活污水三种不同类型实际样品，进行了 6 次重复测定：

使用液液萃取法时，加标回收率范围分别为 67.3%~82.0%、68.0%~84.0%、67.1%~82.8%，加标回收率最终值分别为 69.8%±3.8%~79.0%±3.2%、69.8%±2.9%~81.4%±3.1%、68.7%±2.3%~81.2%±2.3%。

使用柱固相萃取法时，加标回收率范围分别为 72.0%~83.3%、68.0%~80.7%、66.0%~87.4%，加标回收率最终值分别为 75.2%±3.5%~81.1%±2.3%、70.6%±4.3%~76.9%±5.2%、70.1%±2.0%~85.6%±2.8%。

使用圆盘固相萃取法时，加标回收率范围分别为 70.7%~84.0%、74.0%~83.3%、74.6%~86.1%，加标回收率最终值分别为 71.4%±1.6%~79.7%±3.7%、76.1%±2.0%~81.4%±3.3%、76.8%±2.7%~84.4%±3.9%。

实验室内对加标浓度为 15.0 µg/L 的海水、工业废水样品进行了 6 次重复测定，使用液液萃取法时，加标回收率范围为 73.3%~83.1%、73.3%~83.7%；使用柱固相萃取法时，加标回收率范围为 76.9%~84.6%、76.9%~84.3%；使用圆盘固相萃取法时，加标回收率范围为 72.2%~86.3%、72.6%~86.5%。

方法准确度汇总数据参见附录 C。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

每 20 个样品或每批次（≤20 个/批）至少做 1 个实验室空白，测定结果应低于方法检出限。

10.2 校准

标准系列至少需 5 个浓度，目标化合物相对响应因子的 RSD 应 $\leq 20\%$ ，或标准曲线相关系数应 ≥ 0.995 。

每 20 个样品或每批次（ ≤ 20 个/批）应测定一个标准系列中间浓度点，其测定结果与标准系列该点浓度的相对误差应在 $\pm 20\%$ 以内。

10.3 平行样测定

每 20 个样品或每批次（ ≤ 20 个/批）应至少测定 1 个平行样，平行样测定结果的相对偏差应 $\leq 25\%$ 。

10.4 基体加标回收率测定

每 20 个样品或每批次（ ≤ 20 个/批）应至少测定 1 个基体加标样品，基体加标回收率应在 $65\% \sim 110\%$ 之间。

11 废物处理

实验中产生的废物应分类收集，统一保管，并做好相应标识，依法委托有资质的单位进行处理。

附录 A
 (规范性附录)
 方法检出限和测定下限

表 A.1 方法检出限和测定下限

序号	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 ($\mu\text{g/L}$)
1	2-硝基酚	2	8	0.5	2.0	0.6	2.4
2	3-甲基-2-硝基酚	0.7	2.8	0.3	1.2	0.7	2.8
3	4-甲基-2-硝基酚	0.8	3.2	0.3	1.2	0.6	2.4
4	5-甲基-2-硝基酚	0.7	2.8	0.3	1.2	0.6	2.4
5	2,5-二硝基酚	1	4	0.2	0.8	0.9	3.6
6	3-硝基酚	2	8	0.4	1.6	0.7	2.8
7	2,4-二硝基酚	0.7	2.8	0.2	0.8	0.9	3.6
8	4-硝基酚	2	8	0.3	1.2	0.8	3.2
9	2,6-二硝基酚	0.8	3.2	0.2	0.8	0.9	3.6
10	3-甲基-4-硝基酚	0.7	2.8	0.3	1.2	0.6	2.4
11	6-甲基-2,4-二硝基酚	0.5	2.0	0.2	0.8	0.9	3.6
12	2,6-二甲基-4-硝基酚	0.8	3.2	0.3	1.2	0.6	2.4

附录 B
(资料性附录)
方法精密度数据汇总

表B.1 方法的精密度—液液萃取

化合物名称	样品类型	加标浓度 (µg/L)	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 (µg/L)	再现性限 (µg/L)
2-硝基酚	空白加标	5.0	4.4	4.2~6.6	3.8	1	1
		15.0	14.4	2.2~5.2	1.1	2	2
		50.0	49.0	1.0~1.9	0.9	2	2
	地表水	15.0	11.8	7.4~12	2.1	3	4
	地下水	15.0	12.1	9.4~13	1.6	4	4
	生活污水	15.0	22.2	1.6~3.5	0.8	2	2
3-甲基-2-硝基酚	空白加标	5.0	4.6	8.0~14	0.8	1.4	1.6
		15.0	14.3	2.4~5.0	1.4	1.6	1.6
		50.0	48.6	1.3~2.2	0.5	2.6	2.8
	地表水	15.0	11.1	4.3~16	3.3	2.7	2.7
	地下水	15.0	11.6	5.7~11	4.3	2.9	3.0
	生活污水	15.0	14.5	1.3~4.8	1.5	1.3	1.3
4-甲基-2-硝基酚	空白加标	5.0	4.9	7.8~11	6.0	1.3	1.4
		15.0	14.6	3.4~12	2.4	2.8	2.9
		50.0	49.4	0.4~2.4	1.0	1.7	2.1
	地表水	15.0	11.2	4.9~10	2.3	2.1	2.2
	地下水	15.0	11.6	4.7~13	3.7	2.8	3.0
	生活污水	15.0	21.5	1.6~4.4	1.7	2.1	2.2
5-甲基-2-硝基酚	空白加标	5.0	4.6	3.1~12	2.6	1.0	1.0
		15.0	14.5	1.0~6.3	1.7	1.5	1.5
		50.0	48.8	0.7~2.1	1.8	2.0	3.1
	地表水	15.0	10.5	1.2~6.7	2.8	1.3	1.3
	地下水	15.0	10.5	2.3~5.7	2.1	1.1	1.2
	生活污水	15.0	10.5	1.4~6.7	3.0	1.2	1.3

续表

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
2,5-二 硝基酚	空白加标	5.0	4.5	4.2~8.9	6.2	1	1
		15.0	14.9	1.6~5.3	2.2	1	2
		50.0	49.1	0.6~2.5	1.1	2	2
	地表水	15.0	10.7	0.7~8.1	3.9	2	2
	地下水	15.0	11.8	6.6~14	4.3	4	4
	生活污水	15.0	11.9	4.8~8.9	2.7	2	2
3-硝基 酚	空白加标	5.0	4.7	6.0~9.4	3.5	1	1
		15.0	14.5	1.4~7.0	1.3	2	2
		50.0	49.3	0.6~3.0	0.7	3	3
	地表水	15.0	10.8	3.8~7.7	2.3	2	2
	地下水	15.0	11.5	3.7~13	1.5	3	3
	生活污水	15.0	11.4	4.9~9.1	1.3	2	3
2,4-二 硝基酚	空白加标	5.0	4.6	4.2~11	5.2	0.9	1.0
		15.0	14.6	0.7~3.9	1.5	1.0	1.1
		50.0	48.9	0.8~2.0	0.8	2.2	2.3
	地表水	15.0	11.4	6.2~16	1.6	3.4	3.6
	地下水	15.0	11.6	6.0~12	3.6	2.8	3.0
	生活污水	15.0	17.4	1.7~6.4	1.0	1.9	2.0
4-硝基 酚	空白加标	5.0	4.6	5.2~10	6.3	1	1
		15.0	14.3	3.4~6.3	0.8	2	2
		50.0	49.5	0.6~1.9	0.6	2	2
	地表水	15.0	10.5	2.2~8.2	1.9	1	1
	地下水	15.0	11.8	2.0~18	2.8	4	4
	生活污水	15.0	23.2	1.2~4.6	0.7	2	2

续表

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
2,6-二 硝基酚	空白加标	5.0	4.6	3.7~7.5	3.0	0.8	0.8
		15.0	15.1	1.6~5.0	1.3	1.6	1.6
		50.0	49.1	0.9~1.8	0.9	2.0	2.2
	地表水	15.0	10.7	2.6~9.2	4.5	1.7	1.8
	地下水	15.0	12.2	7.9~13	1.9	4.1	4.4
	生活污水	15.0	12.2	3.4~9.3	1.4	2.2	2.3
3-甲基 -4-硝基 酚	空白加标	5.0	4.7	3.6~7.8	5.9	0.9	1.1
		15.0	14.4	2.2~9.0	0.8	1.9	2.1
		50.0	49.0	0.5~2.3	1.1	2.2	2.5
	地表水	15.0	10.7	3.7~5.4	2.2	1.4	1.4
	地下水	15.0	11.6	6.2~16	1.7	3.7	4.0
	生活污水	15.0	10.8	2.4~9.1	2.3	1.9	2.0
6-甲基 -2,4-二 硝基酚	空白加标	5.0	4.5	6.5~12	2.1	1.2	1.2
		15.0	14.5	1.0~7.9	1.7	1.5	1.6
		50.0	49.0	0.4~2.2	1.2	2.1	2.5
	地表水	15.0	11.4	3.8~12	2.0	2.5	2.7
	地下水	15.0	12.1	6.3~13	1.7	3.7	3.9
	生活污水	15.0	11.6	4.9~8.3	2.4	2.4	2.5
2,6-二 甲基-4- 硝基酚	空白加标	5.0	4.5	6.2~12	2.0	1.1	1.1
		15.0	14.6	2.1~4.6	1.5	1.3	1.4
		50.0	48.7	0.6~2.1	1.3	2.0	2.5
	地表水	15.0	11.0	2.0~12	2.2	2.1	2.1
	地下水	15.0	11.8	7.2~16	3.8	3.7	3.8
	生活污水	15.0	22.5	0.9~4.1	1.0	1.4	1.5

表B.2 方法的精密度—柱固相萃取

化合物名称	样品类型	加标浓度 (µg/L)	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 (µg/L)	再现性限 (µg/L)
2-硝基酚	空白加标	5.0	4.5	6.5~12	1.8	1.2	1.3
		15.0	14.4	2.4~7.0	1.3	1.8	1.9
		50.0	49.0	1.0~1.9	0.9	2.0	2.2
	地表水	15.0	11.5	4.8~12	1.9	2.7	2.8
	地下水	15.0	10.7	1.4~17	3.8	3.2	3.3
	生活污水	15.0	22.3	1.2~2.9	0.7	1.5	1.6
3-甲基-2-硝基酚	空白加标	5.0	4.5	1.7~9.7	5.0	0.7	0.9
		15.0	14.3	1.0~6.4	1.0	1.6	1.7
		50.0	48.6	1.3~2.2	0.5	2.6	2.8
	地表水	15.0	11.5	5.5~9.8	3.6	2.7	2.8
	地下水	15.0	10.8	3.8~8.0	2.0	2.0	2.1
	生活污水	15.0	16.2	1.6~4.4	1.7	1.7	1.7
4-甲基-2-硝基酚	空白加标	5.0	4.5	4.4~10	3.0	1.0	1.0
		15.0	15.2	1.3~3.9	1.0	1.1	1.1
		50.0	49.4	0.4~2.4	1.0	1.7	2.1
	地表水	15.0	11.6	5.0~13	2.7	3.0	3.1
	地下水	15.0	11.4	6.9~10	2.0	2.9	3.0
	生活污水	15.0	22.7	0.7~1.7	0.5	0.9	0.9
5-甲基-2-硝基酚	空白加标	5.0	4.4	3.0~7.8	1.3	0.7	0.8
		15.0	14.6	2.4~7.6	1.6	2.2	2.3
		50.0	48.8	0.7~2.1	1.8	2.0	3.1
	地表水	15.0	11.7	4.5~13	3.4	2.9	2.9
	地下水	15.0	11.2	7.3~10	1.9	2.9	3.0
	生活污水	15.0	12.4	2.6~4.8	1.7	1.4	1.4

续表

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
2,5-二 硝基酚	空白加标	5.0	4.6	5.5~9.8	2.3	0.9	1.0
		15.0	14.6	0.9~5.8	3.8	1.7	2.2
		50.0	49.1	0.6~2.5	1.1	2.0	2.4
	地表水	15.0	11.3	2.6~11	2.3	2.2	2.3
	地下水	15.0	11.5	5.3~14	3.4	3.2	3.3
	生活污水	15.0	11.5	7.2~10	1.5	2.7	2.9
3-硝基 酚	空白加标	5.0	4.6	8.7~14	3.4	1.3	1.4
		15.0	14.7	2.6~4.4	1.5	1.5	1.5
		50.0	49.3	0.6~3.0	0.7	2.7	2.7
	地表水	15.0	11.4	5.2~8.6	1.3	2.3	2.4
	地下水	15.0	10.6	2.5~11	3.0	2.1	2.2
	生活污水	15.0	10.5	3.2~7.4	1.4	1.4	1.4
2,4-二 硝基酚	空白加标	5.0	4.5	4.2~11	4.1	0.9	1.0
		15.0	14.5	0.9~3.5	1.8	1.1	1.3
		50.0	48.9	0.8~2.0	0.8	2.2	2.3
	地表水	15.0	11.8	5.1~11	2.8	2.6	2.7
	地下水	15.0	11.4	6.6~10	1.3	2.8	3.0
	生活污水	15.0	16.5	5.4~5.7	1.4	2.1	2.2
4-硝基 酚	空白加标	5.0	4.3	9.6~15	4.5	1.3	1.3
		15.0	14.5	2.4~5.2	1.8	1.4	1.5
		50.0	49.5	0.6~1.9	0.6	1.6	1.7
	地表水	15.0	12.2	7.0~11	1.4	3.0	3.3
	地下水	15.0	10.8	3.9~9.7	2.4	1.9	1.9
	生活污水	15.0	22.1	1.4~4.3	2.7	1.7	1.7

续表

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
2,6-二 硝基酚	空白加标	5.0	4.7	7.9~14	2.1	1.5	1.6
		15.0	14.6	0.6~7.1	2.2	1.7	1.8
		50.0	49.1	0.9~1.8	0.9	2.0	2.2
	地表水	15.0	11.8	5.2~11	2.9	2.9	2.9
	地下水	15.0	10.8	5.2~11	1.6	2.3	2.4
	生活污水	15.0	11.5	3.0~11	1.3	2.8	3.0
3-甲基 -4-硝基 酚	空白加标	5.0	4.5	5.8~10	2.6	0.9	0.9
		15.0	14.5	0.8~5.5	1.8	1.3	1.4
		50.0	49.0	0.5~2.3	1.1	2.2	2.4
	地表水	15.0	12.1	6.5~12	3.2	3.1	3.2
	地下水	15.0	11.5	10~13	1.9	3.9	4.2
	生活污水	15.0	12.4	2.3~8.0	1.5	1.6	1.6
6-甲基 -2,4-二 硝基酚	空白加标	5.0	4.4	1.8~11	5.6	0.9	1.1
		15.0	14.5	0.8~2.2	1.7	0.6	0.7
		50.0	49.0	0.4~2.2	1.2	2.1	2.5
	地表水	15.0	11.6	5.4~13	1.2	2.7	2.9
	地下水	15.0	11.1	5.8~11	2.3	2.5	2.7
	生活污水	15.0	12.2	2.9~6.6	2.0	1.9	1.9
2,6-二 甲基-4- 硝基酚	空白加标	5.0	4.6	3.2~11	3.2	1.0	1.0
		15.0	14.4	0.7~5.2	1.9	1.3	1.4
		50.0	48.7	0.6~2.1	1.3	2.0	2.5
	地表水	15.0	11.9	5.8~14	2.8	2.9	3.0
	地下水	15.0	11.5	7.4~15	3.6	3.2	3.2
	生活污水	15.0	24.4	1.5~2.4	0.8	1.3	1.3

表B.3 方法的精密度—圆盘固相萃取

化合物名称	样品类型	加标浓度 (µg/L)	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 (µg/L)	再现性限 (µg/L)
2-硝基酚	空白加标	5.0	4.7	5.7~8.7	2.7	0.9	0.9
		15.0	14.4	3.9~7.5	1.0	2.0	2.1
		50.0	49.2	0.9~2.2	0.9	2.2	2.4
	地表水	15.0	11.8	6.6~12	3.2	3.1	3.1
	地下水	15.0	12.2	4.8~12	1.7	3.5	3.7
	生活污水	15.0	23.2	1.5~4.0	0.7	1.7	1.8
3-甲基-2-硝基酚	空白加标	5.0	4.6	4.2~13	5.7	1.0	1.2
		15.0	15.0	0.8~5.3	1.2	1.5	1.6
		50.0	48.8	0.5~2.9	1.2	3.0	3.2
	地表水	15.0	11.7	7.6~15	3.2	3.5	3.6
	地下水	15.0	11.9	6.4~13	3.2	3.4	3.5
	生活污水	15.0	16.4	1.5~5.4	2.0	1.7	1.8
4-甲基-2-硝基酚	空白加标	5.0	4.7	4.4~9.8	3.8	1.0	1.0
		15.0	14.3	2.4~6.2	1.6	1.6	1.6
		50.0	48.6	1.1~2.3	1.0	2.5	2.6
	地表水	15.0	11.5	4.7~10	2.8	2.4	2.4
	地下水	15.0	12.1	4.8~12	1.1	3.3	3.5
	生活污水	15.0	22.9	1.6~4.1	1.8	1.8	1.8
5-甲基-2-硝基酚	空白加标	5.0	4.5	4.2~11	4.3	1.0	1.1
		15.0	14.4	1.0~6.4	1.6	1.5	1.5
		50.0	48.7	1.4~2.6	0.5	2.6	2.7
	地表水	15.0	11.4	5.4~11	3.3	2.6	2.6
	地下水	15.0	11.6	3.9~11	2.7	2.6	2.7
	生活污水	15.0	12.4	2.6~4.5	1.2	1.4	1.4

续表

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
2,5-二 硝基酚	空白加标	5.0	4.5	7.0~11	3.0	1.1	1.2
		15.0	14.4	0.8~5.5	1.8	1.6	1.6
		50.0	49.1	0.9~1.8	0.9	2.0	2.2
	地表水	15.0	12.0	3.8~11	2.3	2.6	2.7
	地下水	15.0	11.8	6.2~13	2.9	2.9	3.0
	生活污水	15.0	12.3	3.2~7.5	0.7	1.9	2.0
3-硝基 酚	空白加标	5.0	4.7	4.3~9.5	5.5	0.9	1.1
		15.0	14.6	0.9~5.6	1.6	1.8	1.8
		50.0	48.9	1.3~2.1	1.3	2.5	2.9
	地表水	15.0	11.4	5.1~10	1.3	2.2	2.3
	地下水	15.0	11.5	4.2~12	2.8	2.7	2.8
	生活污水	15.0	12.2	3.1~7.0	1.8	1.8	1.8
2,4-二 硝基酚	空白加标	5.0	4.7	8.1~14	7.1	1.5	1.6
		15.0	14.5	2.4~6.8	0.7	1.6	1.7
		50.0	49.1	0.6~2.5	1.1	2.0	2.4
	地表水	15.0	11.8	3.2~12	4.1	3.1	3.2
	地下水	15.0	11.6	2.8~15	1.5	3.1	3.4
	生活污水	15.0	17.4	3.6~6.1	0.7	2.3	2.5
4-硝基 酚	空白加标	5.0	4.6	4.4~11	5.7	1.0	1.2
		15.0	14.5	1.8~5.0	0.9	1.5	1.6
		50.0	48.7	1.4~2.2	0.7	2.7	2.7
	地表水	15.0	11.6	4.1~15	2.5	2.7	2.9
	地下水	15.0	11.5	7.2~13	2.8	3.0	3.1
	生活污水	15.0	23.2	2.5~4.4	0.8	2.2	2.3

续表

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
2,6-二 硝基酚	空白加标	5.0	4.5	7.7~11	1.3	1.2	1.3
		15.0	14.6	2.4~6.2	1.9	1.6	1.7
		50.0	48.7	0.4~2.5	1.0	2.4	2.6
	地表水	15.0	11.6	6.9~14	2.6	3.5	3.6
	地下水	15.0	12.2	6.2~12	2.0	3.3	3.5
	生活污水	15.0	11.8	4.7~7.9	2.0	2.3	2.4
3-甲基 -4-硝基 酚	空白加标	5.0	4.6	4.3~11	4.5	1.0	1.1
		15.0	14.6	3.0~7.6	1.2	2.3	2.4
		50.0	49.4	0.8~1.8	0.7	1.6	1.8
	地表水	15.0	10.9	1.4~4.5	2.1	1.0	1.0
	地下水	15.0	11.7	4.8~9.7	2.5	2.3	2.4
	生活污水	15.0	12.1	3.3~5.7	2.1	1.6	1.6
6-甲基 -2,4-二 硝基酚	空白加标	5.0	4.5	5.0~9.3	1.2	1.0	1.1
		15.0	14.7	1.7~5.4	1.9	1.9	1.9
		50.0	48.7	1.0~2.2	0.7	2.0	2.1
	地表水	15.0	10.7	1.1~5.2	1.1	1.0	1.0
	地下水	15.0	11.4	5.5~11	1.3	2.5	2.7
	生活污水	15.0	11.5	3.2~7.4	1.8	2.0	2.1
2,6-二 甲基-4- 硝基酚	空白加标	5.0	4.3	2.3~15	3.0	1.1	1.2
		15.0	14.4	0.8~8.9	1.1	2.0	2.1
		50.0	49.8	0.5~1.6	0.6	1.9	2.0
	地表水	15.0	11.3	2.7~11	1.8	2.4	2.6
	地下水	15.0	11.5	5.1~12	3.5	3.0	3.1
	生活污水	15.0	24.1	1.7~3.8	1.1	2.1	2.2

表B.4 方法的精密度—海水

化合物名称	液液萃取			柱固相萃取			圆盘固相萃取		
	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	<i>S</i> ($\mu\text{g/L}$)	<i>RSD</i> (%)	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	<i>S</i> ($\mu\text{g/L}$)	<i>RSD</i> (%)	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	<i>S</i> ($\mu\text{g/L}$)	<i>RSD</i> (%)
2-硝基酚	12.5	1.9	15.4	12.0	1.6	13.3	12.2	1.6	13.3
3-甲基-2-硝基酚	11.3	1.4	12.4	11.5	1.4	12.1	12.3	1.4	11.0
4-甲基-2-硝基酚	11.8	1.0	8.3	12.1	1.6	13.5	11.5	1.0	8.6
5-甲基-2-硝基酚	11.5	1.2	10.9	12.3	1.3	10.5	12.9	1.7	13.3
2,5-二硝基酚	11.8	1.3	10.7	12.1	1.3	10.8	12.2	1.7	13.6
3-硝基酚	11.0	0.9	8.6	12.1	1.1	9.1	11.7	1.2	10.7
2,4-二硝基酚	12.0	1.2	10.0	11.9	1.1	9.3	12.4	1.4	11.5
4-硝基酚	11.7	1.1	9.1	12.7	2.0	15.6	11.6	1.1	9.2
2,6-二硝基酚	11.8	1.0	8.5	11.8	1.5	12.8	11.3	1.2	10.8
3-甲基-4-硝基酚	11.2	1.2	10.6	12.3	2.1	17.3	10.8	0.7	6.2
6-甲基-2,4-二硝基酚	12.4	1.0	8.1	11.8	1.1	9.7	10.9	0.5	5.0
2,6-二甲基-4-硝基酚	11.2	1.3	11.7	12.0	0.9	7.9	11.1	0.8	7.3

表B.5 方法的精密度—工业废水

化合物名称	液液萃取			柱固相萃取			圆盘固相萃取		
	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	<i>S</i> ($\mu\text{g/L}$)	<i>RSD</i> (%)	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	<i>S</i> ($\mu\text{g/L}$)	<i>RSD</i> (%)	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	<i>S</i> ($\mu\text{g/L}$)	<i>RSD</i> (%)
2-硝基酚	12.1	1.8	14.6	12.1	1.9	15.4	12.2	1.7	14.0
3-甲基-2-硝基酚	11.4	1.3	11.6	11.5	1.0	8.7	12.4	0.7	5.8
4-甲基-2-硝基酚	11.5	1.2	10.4	12.1	1.7	14.3	11.5	1.0	8.9
5-甲基-2-硝基酚	11.5	1.3	10.9	12.3	1.7	13.5	13.0	1.1	8.7
2,5-二硝基酚	11.6	1.3	10.9	12.1	1.4	11.8	12.2	1.8	15.1
3-硝基酚	11.0	0.9	7.8	12.1	1.1	8.8	11.8	1.0	8.3
2,4-二硝基酚	12.0	1.1	9.3	12.0	1.0	8.4	12.4	1.3	10.5
4-硝基酚	11.3	0.7	6.4	12.6	2.1	16.5	11.6	1.0	8.7
2,6-二硝基酚	11.9	1.1	9.0	11.8	1.4	12.1	11.3	1.0	8.6
3-甲基-4-硝基酚	11.3	1.2	10.2	12.2	1.8	15.1	10.9	0.4	3.7
6-甲基-2,4-二硝基酚	12.6	0.9	6.8	11.8	1.0	8.2	10.9	0.8	7.2
2,6-二甲基-4-硝基酚	11.4	1.3	11.2	12.0	0.9	7.9	11.2	0.9	8.2

附录 C
(资料性附录)
方法准确度数据汇总

表C.1 空白加标的准确度—液液萃取

化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定浓度 ($\mu\text{g/L}$)	\overline{RE} (%)	S_{RE} (%)	相对误差范围 (%)	相对误差最终 值 (%)
2-硝基酚	5.0	4.4	-11.3	3.5	-16.0~-6.0	-11.3 \pm 7.0
	15.0	14.4	-4.1	1.1	-5.3~-2.7	-4.1 \pm 2.2
	50.0	49.1	-1.9	0.8	-3.4~-1.0	-1.9 \pm 1.6
3-甲基-2-硝基 酚	5.0	4.6	-7.7	0.8	-8.0~-6.0	-7.7 \pm 1.6
	15.0	14.3	-4.6	1.4	-6.0~-2.7	-4.6 \pm 2.8
	50.0	48.6	-2.9	0.5	-3.6~-2.2	-2.9 \pm 1.0
4-甲基-2-硝基 酚	5.0	4.9	-1.3	5.9	-10.0~6.0	-1.3 \pm 11.8
	15.0	14.6	-2.4	2.4	-4.7~1.3	-2.4 \pm 4.8
	50.0	49.4	-1.3	1.0	-3.2~-0.4	-1.3 \pm 2.0
5-甲基-2-硝基 酚	5.0	4.6	-7.3	2.1	-10.0~-4.0	-7.3 \pm 4.2
	15.0	14.5	-3.4	1.7	-6.0~-1.3	-3.4 \pm 3.4
	50.0	48.8	-2.4	1.8	-5.0~-0.6	-2.4 \pm 3.6
2,5-二硝基酚	5.0	4.5	-11.0	5.5	-18.0~-6.0	-11.0 \pm 11.0
	15.0	14.9	-0.8	2.1	-3.3~2.0	-0.8 \pm 4.2
	50.0	49.1	-1.8	1.1	-3.0~-0.6	-1.8 \pm 2.2
3-硝基酚	5.0	4.7	-5.7	3.7	-8.0~0	-5.7 \pm 7.4
	15.0	14.5	-3.1	1.3	-5.3~-1.3	-3.1 \pm 2.6
	50.0	49.3	-1.4	0.7	-2.8~-0.8	-1.4 \pm 1.4

续表

化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定浓度 ($\mu\text{g/L}$)	\overline{RE} (%)	$S_{\overline{RE}}$ (%)	相对误差范围 (%)	相对误差最终 值 (%)
2,4-二硝基酚	5.0	4.6	-8.7	4.8	-16.0~-2.0	-8.7 \pm 9.6
	15.0	14.6	-2.7	1.5	-4.7~-0.7	-2.7 \pm 3.0
	50.0	48.9	-2.3	0.8	-3.2~-1.0	-2.3 \pm 1.6
4-硝基酚	5.0	4.6	-7.3	5.5	-14.0~-2.0	-7.3 \pm 11.0
	15.0	14.4	-4.3	0.8	-5.3~-3.3	-4.3 \pm 1.6
	50.0	49.5	-1.1	0.6	-2.2~-0.6	-1.1 \pm 1.2
2,6-二硝基酚	5.0	4.6	-9.0	3.0	-14.0~-6.0	-9.0 \pm 6.0
	15.0	15.1	0.6	1.4	-1.3~2.0	0.6 \pm 2.8
	50.0	49.1	-1.9	0.9	-3.4~-1.0	-1.9 \pm 1.8
3-甲基-4-硝基酚	5.0	4.5	-9.3	1.0	-10.0~-8.0	-9.3 \pm 2.0
	15.0	14.4	-4.1	0.7	-4.7~-3.3	-4.1 \pm 1.4
	50.0	49.0	-2.1	1.0	-3.4~-0.6	-2.1 \pm 2.0
6-甲基-2,4-二硝基酚	5.0	4.5	-9.3	1.6	-12.0~-8.0	-9.3 \pm 3.2
	15.0	14.5	-3.1	1.7	-5.3~-0.7	-3.1 \pm 3.4
	50.0	49.0	-2.0	1.1	-3.2~-0.6	-2.0 \pm 2.2
2,6-二甲基-4-硝基酚	5.0	4.5	-10.0	1.3	-12.0~-8.0	-10.0 \pm 2.6
	15.0	14.6	-2.8	1.4	-4.7~-0.7	-2.8 \pm 2.8
	50.0	48.7	-2.6	1.3	-4.2~-0.8	-2.6 \pm 2.6

表C.2 空白加标的准确度—柱固相萃取

化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定浓度 ($\mu\text{g/L}$)	\overline{RE} (%)	$S_{\overline{RE}}$ (%)	相对误差范围 (%)	相对误差最终 值 (%)
2-硝基酚	5.0	4.5	-10.7	1.6	-12.0~-8.0	-10.7 \pm 3.2
	15.0	14.4	-4.1	1.2	-5.3~-2.7	-4.1 \pm 2.4
	50.0	49.4	-1.2	0.6	-2.2~-0.4	-1.2 \pm 1.2
3-甲基-2-硝基 酚	5.0	4.5	-10.7	4.8	-16.0~-2.0	-10.7 \pm 9.6
	15.0	14.3	-4.4	1.0	-6.0~-3.3	-4.4 \pm 2.0
	50.0	48.4	-3.2	0.5	-3.8~-2.4	-3.2 \pm 1.0
4-甲基-2-硝基 酚	5.0	4.6	-9.0	2.8	-12.0~-4.0	-9.0 \pm 5.6
	15.0	15.2	1.1	1.0	-0.7~2.0	1.1 \pm 2.0
	50.0	49.5	-1.1	0.4	-1.8~-0.8	-1.1 \pm 0.8
5-甲基-2-硝基 酚	5.0	4.5	-10.7	1.6	-12.0~-8.0	-10.7 \pm 3.2
	15.0	14.6	-2.8	1.5	-5.3~-0.7	-2.8 \pm 3.0
	50.0	48.7	-2.7	0.5	-3.4~-2.0	-2.7 \pm 1.0
2,5-二硝基酚	5.0	4.6	-7.7	2.0	-10.0~-6.0	-7.7 \pm 4.0
	15.0	14.6	-2.7	3.7	-6.0~4.0	-2.7 \pm 7.4
	50.0	48.9	-2.2	1.1	-3.0~0	-2.2 \pm 2.2
3-硝基酚	5.0	4.6	-8.0	3.3	-12.0~-2.0	-8.0 \pm 6.6
	15.0	14.7	-2.1	1.5	-4.7~-0.7	-2.1 \pm 3.0
	50.0	48.7	-2.6	0.5	-3.4~-2.0	-2.6 \pm 1.0
2,4-二硝基酚	5.0	4.5	-9.7	3.4	-14.0~-4.0	-9.7 \pm 6.8
	15.0	14.5	-3.1	1.7	-5.3~-0.7	-3.1 \pm 3.4
	50.0	49.2	-1.7	1.3	-3.2~0	-1.7 \pm 2.6

续表

化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定浓度 ($\mu\text{g/L}$)	\overline{RE} (%)	$S_{\overline{RE}}$ (%)	相对误差范围 (%)	相对误差最终 值 (%)
4-硝基酚	5.0	4.3	-14.7	3.5	-20.0~-10.0	-14.7 \pm 7.0
	15.0	14.5	-3.2	1.8	-5.3~-0.7	-3.2 \pm 3.6
	50.0	49.5	-0.9	0.5	-1.6~-0.2	-0.9 \pm 1.0
2,6-二硝基酚	5.0	4.6	-8.3	3.4	-14.0~-4.0	-8.3 \pm 6.8
	15.0	14.6	-2.6	2.2	-4.7~-0.7	-2.6 \pm 4.4
	50.0	48.5	-3.1	1.3	-5.0~-1.8	-3.1 \pm 2.6
3-甲基-4-硝基 酚	5.0	4.5	-10.3	2.7	-14.0~-6.0	-10.3 \pm 5.4
	15.0	14.5	-3.6	1.7	-5.3~-0.7	-3.6 \pm 3.4
	50.0	49.5	-1.0	0.5	-1.6~-0.2	-1.0 \pm 1.0
6-甲基-2,4-二 硝基酚	5.0	4.4	-12.3	5.0	-20.0~-6.0	-12.3 \pm 10.0
	15.0	14.5	-3.4	1.7	-5.3~-0.7	-3.4 \pm 3.4
	50.0	49.4	-1.3	0.7	-2.4~-0.4	-1.3 \pm 1.4
2,6-二甲基-4- 硝基酚	5.0	4.7	-7.0	3.0	-12.0~-0.4	-7.0 \pm 6.0
	15.0	14.4	-3.8	1.8	-5.3~-0.7	-3.8 \pm 3.6
	50.0	48.5	-3.0	0.5	-3.6~-2.2	-3.0 \pm 1.0

表C.3 空白加标的准确度—圆盘固相萃取

化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定浓度 ($\mu\text{g/L}$)	\overline{RE} (%)	$S_{\overline{RE}}$ (%)	相对误差范围 (%)	相对误差最终 值 (%)
2-硝基酚	5.0	4.7	-6.3	2.3	-10.0~-4.0	-6.3 \pm 4.6
	15.0	14.4	-4.1	1.0	-5.3~-2.7	-4.1 \pm 2.0
	50.0	49.2	-1.6	0.9	-3.0~-0.8	-1.6 \pm 1.8
3-甲基-2-硝基 酚	5.0	4.6	-8.0	5.2	-16.0~-2.0	-8.0 \pm 10.4
	15.0	15.1	0.3	1.2	-0.7~2.0	0.3 \pm 2.4
	50.0	48.8	-2.3	1.2	-3.2~0	-2.3 \pm 2.4
4-甲基-2-硝基 酚	5.0	4.7	-5.3	4.1	-10.0~0	-5.3 \pm 8.2
	15.0	14.3	-4.6	1.5	-6.0~-2.7	-4.6 \pm 3.0
	50.0	48.6	-2.9	1.0	-3.8~-1.2	-2.9 \pm 2.0
5-甲基-2-硝基 酚	5.0	4.5	-10.0	4.4	-16.0~-4.0	-10.0 \pm 8.8
	15.0	14.4	-4.1	1.6	-6.0~-1.3	-4.1 \pm 3.2
	50.0	48.7	-2.6	0.5	-3.4~-2.0	-2.6 \pm 1.0
2,5-二硝基酚	5.0	4.5	-9.3	2.4	-12.0~-6.0	-9.3 \pm 4.8
	15.0	14.4	-4.0	1.8	-5.3~-0.7	-4.0 \pm 3.6
	50.0	49.1	-1.9	0.9	-3.4~-1.0	-1.9 \pm 1.4
3-硝基酚	5.0	4.7	-5.7	5.3	-10.0~2.0	-5.7 \pm 10.6
	15.0	14.6	-2.4	1.6	-4.7~-0.7	-2.4 \pm 3.2
	50.0	48.9	-2.1	1.3	-4.2~-1.0	-2.1 \pm 2.6
2,4-二硝基酚	5.0	4.7	-5.7	6.7	-10.0~8.0	-5.7 \pm 13.4
	15.0	14.5	-3.4	0.8	-4.7~-2.7	-3.4 \pm 1.6
	50.0	49.1	-1.8	1.1	-3.0~-0.6	-1.8 \pm 2.2

续表

化合物名称	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定浓度 ($\mu\text{g/L}$)	\overline{RE} (%)	$S_{\overline{RE}}$ (%)	相对误差范围 (%)	相对误差最终 值 (%)
4-硝基酚	5.0	4.6	-8.3	5.1	-12.0~0	-8.3 \pm 10.2
	15.0	14.5	-3.4	0.8	-4.7~-2.7	-3.4 \pm 1.6
	50.0	48.7	-2.7	0.7	-3.6~-1.6	-2.7 \pm 1.4
2,6-二硝基酚	5.0	4.5	-9.7	0.8	-10.0~-8.0	-9.7 \pm 1.6
	15.0	14.6	-2.8	1.9	-5.3~-0.7	-2.8 \pm 3.8
	50.0	48.8	-2.5	1.0	-3.4~-0.6	-2.5 \pm 2.0
3-甲基-4-硝基 酚	5.0	4.6	-8.7	3.7	-12.0~-4.0	-8.7 \pm 7.4
	15.0	14.6	-2.6	1.1	-4.0~-0.7	-2.6 \pm 2.2
	50.0	49.4	-1.3	0.7	-2.2~-0.4	-1.3 \pm 1.4
6-甲基-2,4-二 硝基酚	5.0	4.5	-10.7	1.0	-12.0~-10.0	-10.7 \pm 2.0
	15.0	14.7	-2.1	1.9	-4.7~0	-2.1 \pm 3.8
	50.0	48.8	-2.5	0.7	-3.0~-1.4	-2.5 \pm 1.4
2,6-二甲基-4- 硝基酚	5.0	4.3	-14.3	2.3	-18.0~-12.0	-14.3 \pm 4.6
	15.0	14.5	-3.1	2.1	-5.3~-0.7	-3.1 \pm 4.2
	50.0	49.8	-0.4	0.6	-1.4~0.4	-0.4 \pm 1.2

表C.4 样品的准确度—液液萃取

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率范 围 (%)	\overline{P} (%)	$S_{\overline{P}}$ (%)	$\overline{P} \pm 2S_{\overline{P}}$ (%)
2-硝基酚	地表水	15.0	77.3~82.0	79.0	1.6	79.0 \pm 3.2
	地下水	15.0	78.7~82.0	80.6	1.3	80.6 \pm 2.6
	生活污水	15.0	76.6~79.3	77.9	1.0	77.9 \pm 2.1
3-甲基-2-硝 基酚	地表水	15.0	70.7~77.3	73.8	2.4	73.8 \pm 4.9
	地下水	15.0	74.0~82.0	77.7	3.3	77.7 \pm 6.7

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率范 围 (%)	\bar{P} (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
	生活污水	15.0	67.1~70.1	68.7	1.1	68.7 \pm 2.3
4-甲基-2-硝 基酚	地表水	15.0	72.0~76.7	74.3	1.7	74.3 \pm 3.5
	地下水	15.0	74.7~81.3	77.4	2.8	77.4 \pm 5.7
	生活污水	15.0	70.9~78.9	74.2	2.7	74.2 \pm 5.3
5-甲基-2-硝 基酚	地表水	15.0	67.3~72.7	69.8	1.9	69.8 \pm 3.8
	地下水	15.0	68.0~72.0	69.8	1.4	69.8 \pm 2.9
	生活污水	15.0	68.0~74.0	70.1	2.1	70.1 \pm 4.3
2,5-二硝基酚	地表水	15.0	67.3~74.7	71.6	2.8	71.6 \pm 5.5
	地下水	15.0	74.7~83.3	78.3	3.4	78.3 \pm 6.7
	生活污水	15.0	76.7~81.3	79.6	2.1	79.6 \pm 4.3
3-硝基酚	地表水	15.0	70.0~74.7	71.9	1.7	71.9 \pm 3.3
	地下水	15.0	74.7~78.0	76.8	1.1	76.8 \pm 2.3
	生活污水	15.0	74.7~77.3	76.1	1.0	76.1 \pm 2.0
2,4-二硝基酚	地表水	15.0	74.7~78.0	76.3	1.2	76.3 \pm 2.5
	地下水	15.0	74.7~81.3	77.7	2.8	77.7 \pm 5.5
	生活污水	15.0	78.9~82.8	80.2	1.6	80.2 \pm 3.1

续表

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率范 围 (%)	\bar{P} (%)	S_p (%)	$\bar{P} \pm 2S_p$ (%)
4-硝基酚	地表水	15.0	68.0~71.3	70.1	1.3	70.1 \pm 2.6
	地下水	15.0	76.0~81.3	78.9	2.2	78.9 \pm 4.4
	生活污水	15.0	78.0~70.9	79.4	1.2	79.4 \pm 2.4
2,6-二硝基酚	地表水	15.0	68.0~76.7	71.1	3.2	71.1 \pm 6.3
	地下水	15.0	79.3~84.0	81.4	1.5	81.4 \pm 3.1
	生活污水	15.0	79.3~82.7	81.2	1.1	81.2 \pm 2.3
3-甲基-4-硝 基酚	地表水	15.0	70.0~74.0	71.4	1.6	71.4 \pm 3.2
	地下水	15.0	76.0~79.3	77.4	1.3	77.4 \pm 2.6
	生活污水	15.0	70.0~74.7	71.9	1.7	71.9 \pm 3.3
6-甲基-2,4-二 硝基酚	地表水	15.0	74.0~78.0	75.9	1.5	75.9 \pm 3.0
	地下水	15.0	78.7~82.0	80.7	1.4	80.7 \pm 2.8
	生活污水	15.0	75.3~70.7	77.1	1.9	77.1 \pm 3.7
2,6-二甲基-4- 硝基酚	地表水	15.0	70.7~74.7	73.1	1.6	73.1 \pm 3.2
	地下水	15.0	75.3~82.0	78.7	3.0	78.7 \pm 6.0
	生活污水	15.0	71.7~76.0	74.0	1.9	74.0 \pm 3.8

表C.5 样品的准确度—柱固相萃取

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率范 围 (%)	\bar{P} (%)	S_p (%)	$\bar{P} \pm 2S_p$ (%)
2-硝基酚	地表水	15.0	74.7~78.7	76.6	1.4	76.6 \pm 2.8
	地下水	15.0	68.0~74.7	71.4	2.7	71.4 \pm 5.4
	生活污水	15.0	77.4~83.3	80.0	2.1	80.0 \pm 4.1
3-甲基-2-硝 基酚	地表水	15.0	74.0~82.0	76.9	2.8	76.9 \pm 5.5
	地下水	15.0	70.7~74.7	72.1	1.4	72.1 \pm 2.8
	生活污水	15.0	76.6~81.3	78.5	2.0	78.5 \pm 3.9
4-甲基-2-硝 基酚	地表水	15.0	75.3~81.3	77.7	2.1	77.7 \pm 4.2
	地下水	15.0	74.0~78.0	76.1	1.5	76.1 \pm 3.1
	生活污水	15.0	79.9~83.3	81.4	1.3	81.4 \pm 2.5
5-甲基-2-硝 基酚	地表水	15.0	74.7~82.0	78.2	2.7	78.2 \pm 5.4
	地下水	15.0	72.7~76.7	74.9	1.4	74.9 \pm 2.9
	生活污水	15.0	81.3~84.7	82.9	1.4	82.9 \pm 2.8
2,5-二硝基酚	地表水	15.0	72.0~76.7	75.2	1.8	75.2 \pm 3.5
	地下水	15.0	74.0~80.7	76.9	2.6	76.9 \pm 5.2
	生活污水	15.0	74.7~78.0	76.6	1.1	76.6 \pm 2.3
3-硝基酚	地表水	15.0	74.7~77.3	76.1	1.0	76.1 \pm 2.0
	地下水	15.0	68.7~74.7	70.6	2.1	70.6 \pm 4.3
	生活污水	15.0	68.7~71.3	70.1	1.0	70.1 \pm 2.0
2,4-二硝基酚	地表水	15.0	76.0~81.3	78.3	2.2	78.3 \pm 4.4
	地下水	15.0	74.7~77.3	75.9	1.0	75.9 \pm 2.0
	生活污水	15.0	71.9~76.6	73.8	2.1	73.8 \pm 4.1

续表

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率范 围 (%)	\bar{P} (%)	S_p (%)	$\bar{P} \pm 2S_p$ (%)
4-硝基酚	地表水	15.0	79.3~82.7	81.1	1.2	81.1 \pm 2.3
	地下水	15.0	70.0~74.7	71.7	1.7	71.7 \pm 3.5
	生活污水	15.0	66.0~75.4	70.9	4.0	70.9 \pm 7.9
2,6-二硝基酚	地表水	15.0	76.0~82.0	78.6	2.3	78.6 \pm 4.6
	地下水	15.0	70.7~74.0	72.1	1.1	72.1 \pm 2.3
	生活污水	15.0	75.3~78.0	76.8	1.0	76.8 \pm 2.0
3-甲基-4-硝基 酚	地表水	15.0	76.0~83.3	80.4	2.6	80.4 \pm 5.1
	地下水	15.0	74.7~78.7	76.9	1.4	76.9 \pm 2.9
	生活污水	15.0	80.7~84.0	82.3	1.2	82.3 \pm 2.5
6-甲基-2,4-二 硝基酚	地表水	15.0	76.0~78.7	77.3	0.9	77.3 \pm 1.9
	地下水	15.0	72.0~76.7	74.2	1.7	74.2 \pm 3.4
	生活污水	15.0	79.3~84.0	81.7	1.6	81.7 \pm 3.2
2,6-二甲基-4- 硝基酚	地表水	15.0	76.7~82.0	79.1	2.2	79.1 \pm 4.4
	地下水	15.0	72.7~80.7	76.4	2.8	76.4 \pm 5.5
	生活污水	15.0	83.9~87.4	85.6	1.4	85.6 \pm 2.8

表C.6 样品的准确度—圆盘固相萃取

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率范 围 (%)	\bar{P} (%)	S_p (%)	$\bar{P} \pm 2S_p$ (%)
2-硝基酚	地表水	15.0	76.0~81.3	78.4	2.5	78.4 \pm 5.0
	地下水	15.0	79.3~83.3	81.4	1.4	81.4 \pm 2.7
	生活污水	15.0	81.2~86.1	84.4	2.0	84.4 \pm 3.9
3-甲基-2-硝基 酚	地表水	15.0	75.3~81.3	77.9	2.5	77.9 \pm 5.0
	地下水	15.0	76.0~82.0	79.2	2.5	79.2 \pm 5.0
	生活污水	15.0	74.6~80.1	78.3	1.9	78.3 \pm 3.9
4-甲基-2-硝基 酚	地表水	15.0	74.7~80.7	76.8	2.1	76.8 \pm 4.3
	地下水	15.0	79.3~82.0	80.9	0.9	80.9 \pm 1.8
	生活污水	15.0	77.3~84.8	82.0	2.8	82.0 \pm 5.7
5-甲基-2-硝基 酚	地表水	15.0	73.3~80.7	76.1	2.5	76.1 \pm 5.0
	地下水	15.0	75.3~81.3	77.4	2.1	77.4 \pm 4.3
	生活污水	15.0	81.3~84.0	82.8	1.0	82.8 \pm 2.0
2,5-二硝基酚	地表水	15.0	76.7~81.3	79.7	1.8	79.7 \pm 3.7
	地下水	15.0	76.0~81.3	78.4	2.3	78.4 \pm 4.6
	生活污水	15.0	81.3~82.7	81.8	0.5	81.8 \pm 1.1
3-硝基酚	地表水	15.0	74.7~77.3	76.1	1.0	76.1 \pm 2.0
	地下水	15.0	74.7~80.7	76.8	2.1	76.8 \pm 4.3
	生活污水	15.0	79.3~83.3	81.6	1.4	81.6 \pm 2.9
2,4-二硝基酚	地表水	15.0	74.7~84.0	78.8	3.3	78.8 \pm 6.5
	地下水	15.0	75.3~78.7	77.2	1.1	77.2 \pm 2.3
	生活污水	15.0	76.6~78.7	77.4	0.8	77.4 \pm 1.5

续表

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率范 围 (%)	\bar{P} (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
4-硝基酚	地表水	15.0	75.3~80.7	77.0	1.9	77.0 \pm 3.8
	地下水	15.0	74.7~80.7	76.8	2.1	76.8 \pm 4.3
	生活污水	15.0	74.7~78.8	77.6	1.9	77.6 \pm 3.7
2,6-二硝基酚	地表水	15.0	74.7~80.7	77.1	2.0	77.1 \pm 4.0
	地下水	15.0	78.7~83.3	81.4	1.7	81.4 \pm 3.3
	生活污水	15.0	76.7~80.7	78.3	1.6	78.3 \pm 3.1
3-甲基-4-硝基 酚	地表水	15.0	70.7~74.7	72.6	1.5	72.6 \pm 3.1
	地下水	15.0	75.3~80.7	77.9	1.9	77.9 \pm 3.8
	生活污水	15.0	78.7~83.3	80.9	1.7	80.9 \pm 3.4
6-甲基-2,4-二 硝基酚	地表水	15.0	70.7~72.7	71.4	0.8	71.4 \pm 1.6
	地下水	15.0	74.7~77.3	76.1	1.0	76.1 \pm 2.0
	生活污水	15.0	74.7~78.7	76.8	1.4	76.8 \pm 2.7
2,6-二甲基-4- 硝基酚	地表水	15.0	72.7~76.7	75.1	1.4	75.1 \pm 2.8
	地下水	15.0	74.0~81.3	76.7	2.7	76.7 \pm 5.4
	生活污水	15.0	80.7~85.9	83.1	1.9	83.1 \pm 3.7

表C.7 样品的准确度—海水

化合物名称	液液萃取		柱固相萃取		回盘固相萃取	
	加标量 15.0 µg/L		加标量 15.0 µg/L		加标量 15.0 µg/L	
	测定浓度 (µg/L)	回收率 (%)	测定浓度 (µg/L)	回收率 (%)	测定浓度 (µg/L)	回收率 (%)
2-硝基酚	12.5	83.1	12	80.1	12.2	81.4
3-甲基-2-硝基酚	11.3	75.4	11.5	76.9	12.3	82.3
4-甲基-2-硝基酚	11.8	78.8	12.1	80.7	11.5	76.6
5-甲基-2-硝基酚	11.5	76.4	12.3	82	12.9	86.3
2,5-二硝基酚	11.8	78.4	12.1	80.7	12.2	81.3
3-硝基酚	11	73.3	12.1	80.7	11.7	78
2,4-二硝基酚	12	80.2	11.9	79.4	12.4	82.6
4-硝基酚	11.7	77.9	12.7	84.6	11.6	77.3
2,6-二硝基酚	11.8	78.9	11.8	78.5	11.3	75.5
3-甲基-4-硝基酚	11.2	74.6	12.3	81.7	10.8	72.2
6-甲基-2,4-二硝基酚	12.4	82.3	11.8	78.6	10.9	72.4
2,6-二甲基-4-硝基酚	11.2	74.6	12	80	11.1	74.3

表C.8 样品的准确度—工业废水

化合物名称	液液萃取		柱固相萃取		回盘固相萃取	
	加标量 15.0 µg/L		加标量 15.0 µg/L		加标量 15.0 µg/L	
	测定浓度 (µg/L)	回收率 (%)	测定浓度 (µg/L)	回收率 (%)	测定浓度 (µg/L)	回收率 (%)
2-硝基酚	12.5	83.1	12	80.1	12.2	81.4
3-甲基-2-硝基酚	11.3	75.4	11.5	76.9	12.3	82.3
4-甲基-2-硝基酚	11.8	78.8	12.1	80.7	11.5	76.6
5-甲基-2-硝基酚	11.5	76.4	12.3	82	12.9	86.3
2,5-二硝基酚	11.8	78.4	12.1	80.7	12.2	81.3
3-硝基酚	11	73.3	12.1	80.7	11.7	78
2,4-二硝基酚	12	80.2	11.9	79.4	12.4	82.6
4-硝基酚	11.7	77.9	12.7	84.6	11.6	77.3
2,6-二硝基酚	11.8	78.9	11.8	78.5	11.3	75.5
3-甲基-4-硝基酚	11.2	74.6	12.3	81.7	10.8	72.2
6-甲基-2,4-二硝基酚	12.4	82.3	11.8	78.6	10.9	72.4
2,6-二甲基-4-硝基酚	11.2	74.6	12	80	11.1	74.3