

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□-201□

水质 酚类化合物的测定
液液萃取-气相色谱法

Water quality-Determination of phenols-
Liquid-liquid extraction-gas chromatography

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

前 言	I
警告	1
1 适用范围.....	1
2 方法原理.....	1
3 干扰与消除.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	3
6 样品	3
7 分析步骤.....	4
8 结果计算与表示.....	6
9 精密度和准确度.....	6
10 质量保证和质量控制.....	7
11 废物处理.....	7
附录 A（资料性附录） 目标化合物及保留时间	8
附录 B（资料性附录） 方法的精密度和准确度	9

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中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、生活污水和工业废水中酚类化合物的液液萃取-气相色谱法。

本标准为首次发布。

本标准附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：宁波市环境监测中心、环境保护部环境标准研究所。

本标准验证单位：浙江舟山海洋生态环境监测站、杭州市环境监测中心站、台州市环境监测中心站、嘉兴市环境保护监测站、湖州市环境保护监测中心站和金华市环境监测中心站。

本标准环境保护部 201□年□□月□□日批准。

本标准自 201□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 酚类化合物的测定 液液萃取—气相色谱法

警告：试验中所使用的溶剂和试剂都具有一定的毒性，对健康具有潜在的危害，请尽量减少与这些化学品的直接接触。样品前处理过程应在通风橱中进行，操作时应按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中酚类化合物的液液萃取—气相色谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中酚类化合物的测定。目标化合物包括苯酚、2-氯酚、间甲酚、2-硝基酚、2,4-二甲酚、2,4-二氯酚、4-氯酚、对氯间甲酚、2,4,6-三氯酚、2,4-二硝基酚、4-硝基酚、2-甲基-4,6-二硝基酚和五氯酚。

当取样量为 500ml 时，本方法的检出限和测定下限，见表 1。

表 1 方法检出限及测定下限 单位：μg/L

化合物名称	检出限	测定下限	化合物名称	检出限	测定下限
苯酚	0.5	2.0	对氯间甲酚	0.8	3.2
2-氯酚	1.0	4.0	2,4,6-三氯酚	1.2	4.8
间甲酚	0.5	2.0	2,4-二硝基酚	3.4	13.6
2-硝基酚	1.0	4.0	4-硝基酚	1.2	4.8
2,4-二甲酚	0.7	2.8	2-甲基-4,6-二硝基酚	3.1	12.4
2,4-二氯酚	1.2	4.8	五氯酚	1.1	4.4
4-氯酚	1.4	5.6			

2 方法原理

在酸性条件下（pH<3），将水样中的酚类化合物用二氯甲烷与乙酸乙酯混合溶剂液液萃取进入有机相，有机相萃取液，经毛细管色谱柱分离，用气相色谱-氢火焰检测器法测定，根据保留时间定性，外标法定量。

对存在其它有机物干扰的生活污水或工业废水样品，可将有机相萃取液以二氯甲烷与正己烷混合溶剂稀释后，用碱性水溶液反萃取，利用酚类化合物在碱性水溶液中转变成水溶性酚盐的特性，弃去含杂质有机相部分，保留水相部分，随后调节成酸性用二氯甲烷与乙酸乙酯混合溶剂再次萃取水中酚类化合物，浓缩定容后测定。

3 干扰与消除

水样中可能共存在氢火焰检测器上有响应的有机物干扰测定，通过在样品前处理阶段对有机相萃取液进行酸碱分配净化，以去除大多数不溶于碱性水溶液的有机物干扰；还可通过改变色谱条件，使酚类化合物与其它干扰物分离，必要时可采用双柱分析做定性确认。

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化学试剂，实验用水为空白试剂水（4.1）。

4.1 空白试剂水

二次蒸馏水、市售纯净水或通过纯水设备制备的无有机物水。使用前应经过空白试验检验,确认在目标化合物的保留时间区间内没有干扰色谱峰出现或其中的目标化合物低于检出限。

4.2 氢氧化钠 (NaOH)。

4.3 浓盐酸 (HCl): $\omega=36\%\sim 38\%$ 。

4.4 氢氧化钠水溶液: $c(\text{NaOH})=5\text{mol/L}$

称取 20g 氢氧化钠固体 (4.2), 用水溶解冷却后定容至 100ml。

4.5 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=3\text{mol/L}$

量取 125ml 浓盐酸 (4.3), 稀释至 500ml。

4.6 二氯甲烷 (CH_2Cl_2): 农残级。

4.7 乙酸乙酯 ($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$): 农残级。

4.8 正己烷 (C_6H_{12}): 农残级。

4.9 甲醇 (CH_3OH): 农残级。

4.10 二氯甲烷与乙酸乙酯混合溶剂: 1+1

用二氯甲烷 (4.6) 与乙酸乙酯 (4.7) 按 1 : 1 的体积比混合。

4.11 二氯甲烷与正己烷混合溶剂: 2+1

用二氯甲烷 (4.6) 与正己烷 (4.8) 按 2 : 1 的体积比混合。

4.12 氯化钠

在马弗炉中 400℃ 烘烤 4h, 自然冷却至室温, 装入棕色磨口玻璃瓶中, 于干燥器中保存。

4.13 无水硫酸钠

在马弗炉中 400℃ 烘烤 4h, 自然冷却至室温, 装入棕色磨口玻璃瓶中, 于干燥器中保存。

4.14 酚类化合物标准贮备液: $\rho=500\sim 2500\text{mg/L}$

含 13 种酚类化合物的甲醇溶液, 包括苯酚、2-氯酚、间甲酚、2-硝基酚、2,4-二甲酚、2,4-二氯酚、4-氯酚、对氯间甲酚、2,4,6-三氯酚、2,4-二硝基酚、4-硝基酚、2-甲基-4,6-二硝基酚、五氯酚。该标准贮备液于 4℃ 以下冷藏保存。

5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱仪：具备毛细管柱分流/不分流进样口，可程序升温，带氢火焰检测器（FID）。
- 5.2 非极性毛细管色谱柱：30m×320μm×0.25μm，固定相为 5%苯基-95%甲基聚硅氧烷的色谱柱或其他等效色谱柱；中等极性毛细管色谱柱：30m×250μm×0.25μm，固定相为 50%苯基-50%甲基聚硅氧烷的色谱柱或其他等效色谱柱。
- 5.3 旋转蒸发器。
- 5.4 氮吹仪。
- 5.5 天平：精度为 0.1 g 的天平。
- 5.6 无水硫酸钠干燥柱：玻璃干燥柱，带筛板或在底部填充少量玻璃棉，装填一定量的无水硫酸钠（4.13），填充高度在 5cm 左右，使用前用 10ml 二氯甲烷淋洗以净化干燥柱。
- 5.7 分液漏斗：100ml、500ml 或 1L。
- 5.8 微量注射器：10μL、50μL、100μL 等若干。
- 5.9 样品瓶：1000ml，棕色具塞磨口玻璃瓶。
- 5.10 一般实验室常用仪器设备。

6 样品

6.1 样品采集与保存

用 1000ml 棕色硬质玻璃样品瓶采集样品。采样后，加入盐酸溶液（4.5）调节 pH<3，水样应充满样品瓶并加盖密封。水样采集后在 4℃ 下避光保存。若水样不能及时测定，则应在 7d 内萃取，萃取液在 4℃ 下避光保存，在 20d 内分析完毕。

6.2 试样的制备

6.2.1 萃取

摇匀样品，准确量取 500.0ml（目标化合物含量较高时，酌情少取）置于 1000ml 分液漏斗中，加入 30g 氯化钠（4.12），振摇溶解后，加入 60ml 二氯甲烷与乙酸乙酯混合溶剂（4.10），振摇，放出气体，再振摇萃取 5~10min，静置 10min 以上，至有机相与水相充分分离，收集有机相。重复萃取 1~2 次，合并有机相，过无水硫酸钠柱（5.6）脱水干燥，收集萃取液。

注 1：在萃取过程中出现乳化现象时，可采用搅动、离心、冷冻、用玻璃棉过滤等方法破乳。

6.2.2 净化

6.2.2.1 碱性反萃取

将上述萃取液（6.2.1）经旋转蒸发、氮吹浓缩至 1.0ml 后，用二氯甲烷与正己烷混合溶剂（4.11）稀释至 30ml，倒入 100 ml 的分液漏斗，加入 60 ml 事先用氢氧化钠溶液（4.4）调节的 pH>12 的碱性水溶液。密封并振摇分液漏斗约 3~5min，并注意放气。放置至少 10min 以上，让有机相与水相充分分离。分离水相并转移至一个 125 ml 的锥形瓶。用 60 ml pH>12 的碱性水溶液重复萃取有机相 1 次，合并水相萃取液，此时酚类化合物在水相萃取液中。

6.2.2.2 酸性萃取

将上述水相萃取液（6.2.2.1）转移至一个干净的 100 ml 分液漏斗中，用盐酸溶液（4.5）调节 pH<3，加入 40 ml 的二氯甲烷和乙酸乙酯混合溶剂（4.10），密封并振摇分液漏斗约 3~

5min, 并注意放气。放置至少 10min 以上, 让有机相与水相充分分离。分离有机相并转移至一个干净的 125 ml 锥形瓶。用 40 ml 的二氯甲烷和乙酸乙酯混合溶剂 (4.10) 重复萃取水相 1 次, 合并有机相萃取液, 过无水硫酸钠柱 (5.6) 脱水干燥。

注 2: 对基质干扰严重的生活污水或工业废水样品, 水样萃取后需要进行净化处理。

6.2.3 浓缩

脱水干燥后的萃取液, 经旋转蒸发、氮吹浓缩后用二氯甲烷和乙酸乙酯混合溶剂 (4.10) 定容至 1.0ml, 待分析。

注 3: 对高浓度生活污水和工业废水样品, 应减少萃取样品体积或不经浓缩直接进样。

6.3 空白试样的制备

用实验用水代替实际样品, 按与试样的制备 (6.2) 相同步骤制备空白试样。

7 分析步骤

7.1 色谱分析参考条件

不同型号气相色谱仪的最佳工作条件不同, 应按照仪器使用说明书进行操作。本标准给出了色谱分析参考条件。

7.1.1 非极性毛细管色谱柱分析参考条件

柱箱升温程序: 50°C (5min), 6°C/min 升温到 150°C (0min), 20°C/min 升温到 280°C (0min), 30°C/min 升温到 300°C (2min); 进样口温度: 250°C; FID 检测器温度: 300°C; 载气流速: 1.5ml/min; 氢气流量: 40.0ml/min; 空气流量: 450.0ml/min; 尾吹气流量: 30.0ml/min; 进样方式: 不分流进样, 进样 1.0min 后吹扫, 吹扫气流量 30.0 ml/min; 进样量: 1.0 μ l。

7.1.2 中等极性毛细管色谱柱分析参考条件

柱箱升温程序: 50°C (1min), 10°C/min 升温到 250°C (4min); 进样口温度: 250°C; FID 检测器温度: 300°C; 载气流速: 1.0ml/min; 氢气流量: 40.0ml/min; 空气流量: 450.0ml/min; 尾吹气流量: 30.0ml/min; 进样方式: 不分流进样, 进样 1.0min 后吹扫, 吹扫气流量 30.0 ml/min; 进样量: 1.0 μ l。

7.2 校准

7.2.1 校准曲线的绘制

取一定量酚类化合物标准贮备液 (4.14) 于二氯甲烷与乙酸乙酯混和溶剂 (4.10) 中, 制备 6 个浓度点的校准系列, 各目标化合物的校准系列见表 2。按照色谱分析参考条件 (7.1.1), 分别取校准系列溶液 1.0 μ l 由低浓度到高浓度依次进样分析, 以峰面积或峰高为纵坐标, 目标化合物浓度 (mg/L) 为横坐标, 绘制校准曲线。

表 2 校准曲线的配制

单位: mg/L

序号	标液名称	浓度 1	浓度 2	浓度 3	浓度 4	浓度 5	浓度 6
1	苯酚	1.0	2.5	5.0	12.5	25.0	50.0
2	2-氯酚	2.0	5.0	10.0	25.0	50.0	100
3	间甲酚	1.0	2.5	5.0	12.5	25.0	50.0
4	2-硝基酚	2.0	5.0	10.0	25.0	50.0	100
5	2,4-二甲酚	1.0	2.5	5.0	12.5	25.0	50.0

6	2,4-二氯酚	2.0	5.0	10.0	25.0	50.0	100
7	4-氯酚	2.0	5.0	10.0	25.0	50.0	100
8	对氯间甲酚	1.0	2.5	5.0	12.5	25.0	50.0
9	2,4,6-三氯酚	2.0	5.0	10.0	25.0	50.0	100
10	2,4-二硝基酚	5.0	12.5	25.0	62.5	125	250
11	4-硝基酚	2.0	5.0	10.0	25.0	50.0	100
12	2-甲基-4,6-二硝基酚	5.0	12.5	25.0	62.5	125	250
13	五氯酚	2.0	5.0	10.0	25.0	50.0	100

7.2.2 标准参考色谱图

在本标准给出的色谱分析条件下,各酚类化合物在非极性毛细管色谱柱上的标准色谱图见图 1, 在中等极性毛细管色谱柱上的标准色谱图见图 2。

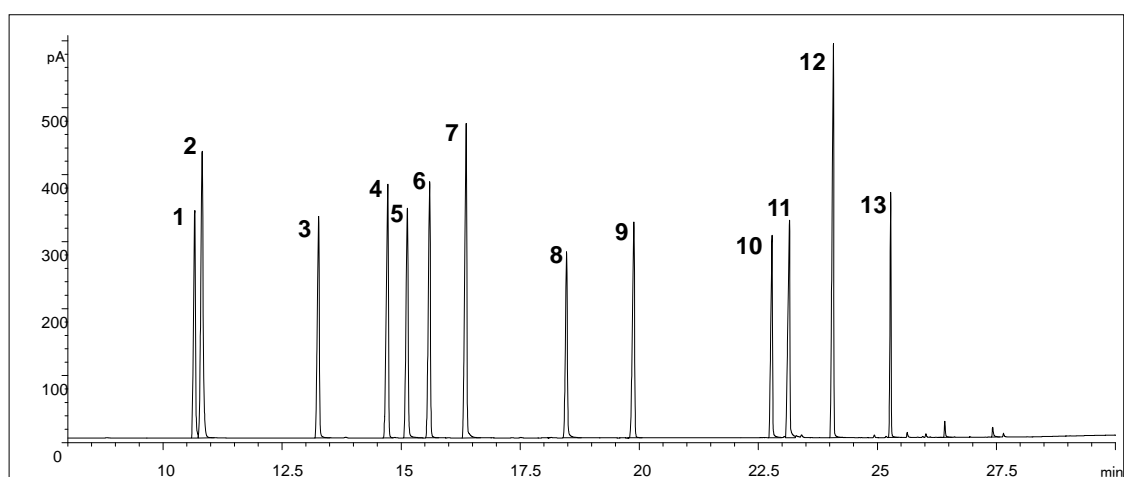


图 1 非极性毛细管色谱柱上酚类化合物的标准色谱图

1—2-苯酚、2—2-氯酚、3—间甲酚、4—2-硝基酚、5—2,4-二甲酚、6—2,4-二氯酚、7—4-氯酚、8—对氯间甲酚、9—2,4,6-三氯酚、10—2,4-二硝基酚、11—4-硝基酚、12—2-甲基-4,6-二硝基酚、13—五氯酚。

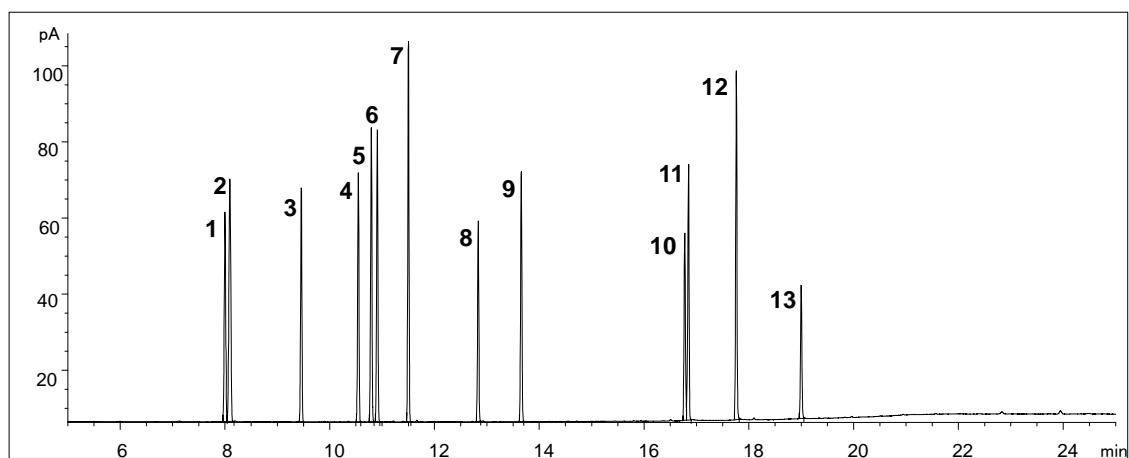


图 2 中等极性毛细管色谱柱上酚类化合物的标准色谱图

1—2-苯酚、2—2-氯酚、3—间甲酚、4—2,4-二甲酚、5—2-硝基酚、6—2,4-二氯酚、7—4-氯酚、8—对

氯间甲酚、9—2,4,6-三氯酚、10—2,4-二硝基酚、11—4-硝基酚、12—2-甲基-4,6-二硝基酚、13—五氯酚。

7.3 测定

通过自动进样器或微量注射器取 1.0 μ l 试样 (6.2.3), 注入气相色谱仪中, 在与校准曲线相同的色谱分析条件下进行测定, 记录色谱峰的保留时间和峰面积 (或峰高)。

7.4 空白试验

在同批样品测定时做空白试验。通过自动进样器或微量注射器取 1.0 μ l 空白试样 (6.3) 按与样品测定相同步骤进行测定。

8 结果计算与表示

8.1 目标化合物定性

根据谱图组分保留时间 (Rt) 对目标化合物进行定性, 非极性毛细管色谱柱分离参考保留时间见附录 A。

8.2 结果计算

样品中酚类化合物的浓度 ρ_i (mg/L), 按照公式 (1) 计算。

$$\rho_i = \frac{\rho_{\text{标}} \times V_1}{V_2} \quad (1)$$

式中:

ρ_i —— 样品中目标化合物的浓度, mg/L;

$\rho_{\text{标}}$ —— 由校准曲线计算所得的目标化合物浓度, mg/L;

V_1 —— 萃取液浓缩后的定容体积, ml;

V_2 —— 萃取水样的取样体积, ml。

8.3 结果表示

当样品含量小于 1.0 mg/L 时, 结果保留到小数点后三位; 当样品含量大于等于 1.0 mg/L 时, 结果保留三位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

6 家实验室对加标浓度分别为 0.010~0.050mg/L、0.040~0.200mg/L、0.200~1.00mg/L 的空白加标样品进行了测定, 实验室内相对标准偏差分别为: 1.0~13.7%, 0.6~10.2%, 1.6~7.6%; 实验室间相对标准偏差分别为: 9.4~18.5%, 4.8~16.7%, 8.8~18.6%; 重复性限为: 0.0018~0.0098 mg/L, 0.0053~0.0307 mg/L, 0.0207~0.2092 mg/L; 再现性限为: 0.0038~0.0178 mg/L, 0.0092~0.0474 mg/L, 0.0541~0.2420 mg/L。

6 家实验室对加标浓度分别为 0.010~0.050mg/L、0.400~2.00mg/L 的地表水和废水实际加标样品进行了测定, 实验室内相对标准偏差分别为: 1.8~20.7%, 2.0~20.6%; 实验室间相对标准偏差分别为: 5.8~21.1%, 7.6~20.1%; 重复性限为: 0.0018~0.0115mg/L, 0.0488~0.3816 mg/L; 再现性限为: 0.0019~0.0272 mg/L, 0.0555~0.8650 mg/L。

9.2 准确度

6 家实验室对加标浓度分别为 0.010~0.050mg/L、0.040~0.200mg/L、0.200~1.00mg/L

的空白加标样品进行了加标回收率测定，平均加标回收率分别为：80.4~94.4%，79.0~94.8%，81.2~92.2%。

6家实验室对加标浓度分别为0.010~0.050mg/L和0.400~2.00mg/L地表水和工业废水实际加标样品进行了加标回收率测定，平均加标回收率分别为：79.4~93.2%，64.8~84.4%。

具体的精密度和准确度数据，见附录B。

10 质量保证和质量控制

10.1 定性分析

样品分析前，应建立保留时间窗 $t \pm 3S$ 。 t 为初次校准时各浓度级别标准物质的保留时间的平均值， S 为初次校准时各浓度级别标准物质的保留时间的标准偏差。当样品分析时，待测物保留时间应在保留时间窗内。对于定性有疑问的样品可选择两种不同极性色谱柱进行分离测定。

10.2 空白试验

每批样品至少做1个空白样品和1个空白加标样品，空白和空白加标样品与实际样品使用相同分析方法测定。空白样品中目标化合物浓度应低于方法检出限。空白样品加标回收率应控制在70%~120%。

10.3 平行样测定

每批样品应测定10%的平行样品，单次平行试验结果的相对标准偏差在 $\pm 20\%$ 以内。

10.4 实际样品加标

每批样品应至少做1个加标样品，加标浓度为样品浓度的1~3倍，实际样品加标回收率应控制在60%~130%。

10.5 校准曲线相关系数应 ≥ 0.995 ，否则应重新绘制校准曲线。

10.6 连续校准

每个工作日应进行曲线连续校准，检验浓度为曲线的中间点。其测定结果与初始曲线该点测定浓度的相对偏差应 $\leq 20\%$ ，否则应重新绘制校准曲线。

11 废物处理

实验过程中产生了所用试剂及分析后的样品应委托相关有资质的单位进行处理。

附录 A
(资料性附录)
目标化合物及保留时间

可用于本标准测定的目标酚类化合物名单及定性保留时间见附表 A.1。

附表 A.1 目标化合物及保留时间

序号	组分名称	英文名称	CAS 号	保留时间(min)
1	苯酚	Phenol	108-95-2	10.67
2	2-氯酚	2-Chlorophenol	95-57-8	10.82
3	间甲酚	3-Methylphenol	108-39-4	13.27
4	2-硝基酚	2-Nitrophenol	88-75-5	14.72
5	2,4-二甲酚	2,4-Dimethylphenol	105-67-9	15.13
6	2,4-二氯酚	2,4-Dichlorophenol	120-83-2	15.60
7	4-氯酚	4-Chlorophenol	106-48-9	16.36
8	对氯间甲酚	4-Chloro-3-methylphenol	59-50-7	18.47
9	2,4,6-三氯酚	2,4,6-Trichlorophenol	88-06-2	19.89
10	2,4-二硝基酚	2,4-Dinitrophenol	51-28-5	22.79
11	4-硝基酚	4-Nitrophenol	100-02-7	23.15
12	2-甲基-4,6-二硝基酚	2-Methyl-4,6-dinitrophenol	534-52-1	24.07
13	五氯酚	Pentachlorophenol	87-86-5	25.28

附录 B
(资料性附录)

方法的精密度和准确度

6 家实验室分别对 3 个统一加标浓度的空白加标样品进行了方法精密度测定。空白加标样品的精密度数据见附表 B.1。

附表 B.1 空白加标样品的精密度

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/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 (mg/L)	再现性限 R (mg/L)
1	苯酚	0.010	1.8~7.4	17.0	0.0018	0.0040
		0.040	1.6~10.1	10.4	0.0057	0.0092
		0.200	3.1~7.3	12.9	0.0236	0.0608
2	2-氯酚	0.020	2.1~8.9	18.1	0.0030	0.0086
		0.080	0.7~8.0	10.7	0.0106	0.0205
		0.400	2.3~7.3	10.7	0.2092	0.0988
3	间甲酚	0.010	1.4~7.5	17.5	0.0018	0.0041
		0.040	1.5~8.7	10.2	0.0053	0.0098
		0.200	2.7~6.9	11.5	0.0234	0.0541
4	2-硝基酚	0.020	1.1~8.7	17.4	0.0023	0.0079
		0.080	0.7~9.8	12.0	0.0111	0.0220
		0.400	2.4~7.6	10.4	0.0474	0.0971
5	2,4-二甲酚	0.010	1.5~8.9	16.9	0.0018	0.0038
		0.040	2.5~9.9	16.2	0.0056	0.0146
		0.200	3.0~7.5	12.4	0.0233	0.0563
6	2,4-二氯酚	0.020	1.4~9.7	17.7	0.0030	0.0081
		0.080	0.7~9.5	12.2	0.0098	0.0234
		0.400	2.5~6.7	11.1	0.0439	0.1050
7	4-氯酚	0.020	1.0~9.6	18.5	0.0030	0.0088
		0.080	1.0~8.9	10.6	0.0109	0.0210
		0.400	3.2~5.2	12.3	0.0419	0.1183
8	对氯间甲酚	0.010	1.2~10.0	16.1	0.0018	0.0041
		0.040	0.9~9.9	16.7	0.0072	0.0172
		0.200	2.6~5.5	18.6	0.0207	0.0949
9	2,4,6-三氯酚	0.020	1.3~10.2	15.7	0.0036	0.0078
		0.080	0.9~9.5	10.8	0.0109	0.0219
		0.400	1.6~5.6	10.9	0.0404	0.1077
10	2,4-二硝基酚	0.050	2.2~13.7	12.9	0.0098	0.0170
		0.200	1.5~6.2	9.1	0.0243	0.0474
		1.000	2.7~7.1	9.5	0.1265	0.2420
11	4-硝基酚	0.020	2.0~9.7	17.0	0.0024	0.0080
		0.080	1.4~9.3	4.8	0.0119	0.0099
		0.400	2.2~6.7	9.4	0.0435	0.0935

附表 B.1 空白加标样品的精密度

续

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/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 (mg/L)	再现性限 R (mg/L)
12	2-甲基-4,6-二硝基酚	0.050	2.6~11.5	14.8	0.0088	0.0178
		0.200	0.6~10.2	7.6	0.0307	0.0400
		1.000	2.7~5.8	8.8	0.1120	0.2278
13	五氯酚	0.020	3.5~11.0	9.4	0.0039	0.0045
		0.080	1.2~10.0	8.7	0.0126	0.0188
		0.400	1.9~6.9	9.8	0.0455	0.0985

6家实验室分别对2个统一加标浓度的地表水和工业废水加标样品进行了方法精密度测定。实际加标样品的精密度数据见附表 B.2。

附表 B.2 实际加标样品的精密度

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/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 (mg/L)	再现性限 R (mg/L)
1	苯酚	0.400	4.6~10.7	8.4	0.0018	0.0019
		2.00	2.3~14.9	9.6	0.0636	0.0730
2	2-氯酚	0.400	2.7~10.6	10.7	0.0035	0.0050
		2.00	2.0~13.5	12.0	0.1444	0.1906
3	间甲酚	0.400	4.2~9.9	8.4	0.0018	0.0020
		2.00	2.1~10.8	13.2	0.0488	0.1049
4	2-硝基酚	0.400	2.8~14.4	9.2	0.0042	0.0043
		2.00	2.0~15.3	13.2	0.1607	0.2111
5	2,4-二甲酚	0.400	5.8~12.9	13.8	0.0021	0.0031
		2.00	2.0~20.6	7.6	0.0728	0.0555
6	2,4-二氯酚	0.400	2.6~11.6	9.9	0.0035	0.0047
		2.00	2.2~11.7	16.7	0.1389	0.2786
7	4-氯酚	0.400	3.2~9.4	7.2	0.0033	0.0036
		2.00	2.1~11.8	11.9	0.1235	0.1987
8	对氯间甲酚	0.400	3.6~14.0	10.4	0.0018	0.0025
		2.00	2.1~12.5	10.7	0.0592	0.0879
9	2,4,6-三氯酚	0.400	3.2~20.7	5.8	0.0056	0.0030
		2.00	2.0~11.8	18.5	0.1431	0.3502
10	2,4-二硝基酚	0.400	2.9~15.4	21.1	0.0115	0.0272
		2.00	3.8~12.2	17.2	0.3816	0.7197
11	4-硝基酚	0.400	1.9~9.0	12.3	0.0030	0.0057
		2.00	2.2~17.7	17.9	0.1779	0.3056
12	2-甲基-4,6-二硝基酚	0.400	1.8~11.0	7.8	0.0080	0.0096
		2.00	3.5~12.2	20.1	0.3715	0.8650
13	五氯酚	0.400	2.1~11.9	10.0	0.0038	0.0049
		2.00	2.3~10.9	18.3	0.1535	0.3408

6家实验室分别对3个统一加标浓度的空白加标样品进行了加标回收率测定。空白加标样品的准确度数据见附表B.3。

附表 B.3 空白加标样品的准确度

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	加标回收率 (%)	加标回收最终值 (%)
1	苯酚	0.010	71.9~110.0	84.1±28.6
		0.040	77.5~98.8	83.4±16.5
		0.200	69.0~99.0	84.1±21.7
2	2-氯酚	0.020	71.0~110.0	84.7±30.7
		0.080	75.0~100.2	84.8±18.3
		0.400	73.8~95.0	82.5±17.6
3	间甲酚	0.010	69.0~110.0	83.8±29.3
		0.040	75.0~100.0	86.0±17.5
		0.200	71.5~97.0	83.9±19.3
4	2-硝基酚	0.020	68.7~105.0	80.7±28.1
		0.080	72.5~99.2	84.3±19.7
		0.400	74.8~96.0	83.2±17.3
5	2,4-二甲酚	0.010	62.0~100.0	80.4±27.1
		0.040	62.5~100.8	79.0±26.1
		0.200	71.5~96.5	81.2±20.1
6	2,4-二氯酚	0.020	71.0~110.0	82.2±29.1
		0.080	71.3~101.3	85.7±20.9
		0.400	72.8~96.8	84.2±18.7
7	4-氯酚	0.020	70.0~115.0	85.2±31.5
		0.080	77.5~102.5	88.5±18.7
		0.400	74.0~100.8	86.2±21.1
8	对氯间甲酚	0.010	77.0~110.0	91.8±29.5
		0.040	77.5~120.0	91.9±30.8
		0.200	73.5~121.0	91.0±33.9
9	2,4,6-三氯酚	0.020	76.0~115.0	88.4±27.7
		0.080	78.8~103.8	90.1±19.5
		0.400	77.0~100.8	88.3±19.2
10	2,4-二硝基酚	0.050	74.0~106.0	94.4±24.3
		0.200	80.5~101.5	93.1±16.9
		1.000	76.5~99.4	90.9±17.3
11	4-硝基酚	0.020	70.0~110.0	84.3±28.6
		0.080	86.3~97.6	91.9±8.8
		0.400	77.5~99.5	89.2±16.7
12	2-甲基-4,6-二硝基酚	0.050	65.6~102.0	85.9±25.4
		0.200	87.0~103.5	94.2±14.3
		1.000	77.7~101.4	92.2±16.3
13	五氯酚	0.020	75.0~95.0	85.6±16.1
		0.080	85.0~105.0	94.8±16.8
		0.400	75.8~101.0	90.2±17.6

6家实验室分别对2个统一加标浓度的地表水和工业废水样品进行了加标回收率测定。实际加标样品的准确度数据见附表B.4。

附表 B.4 实际样品的准确度

序号	化合物名称	加标浓度 (mg/L)	加标回收率 (%)	加标回收最终值 (%)
1	苯酚	0.010	75.0~91.7	82.6±13.9
		0.400	60.5~77.5	67.8±13.0
2	2-氯酚	0.020	72.3~96.7	82.6±17.7
		0.800	61.1~84.6	70.7±17.0
3	间甲酚	0.010	80.0~98.3	86.1±14.4
		0.400	60.8~83.5	71.2±18.7
4	2-硝基酚	0.020	71.7~93.3	83.9±15.5
		0.800	61.1~84.8	71.6±18.9
5	2,4-二甲酚	0.010	64.7~95.0	79.4±22.0
		0.400	60.4~73.0	64.8±9.9
6	2,4-二氯酚	0.020	74.2~98.3	85.0±16.9
		0.800	62.0~92.7	74.7±24.9
7	4-氯酚	0.020	82.8~100.0	89.2±12.9
		0.800	63.2~88.8	74.5±17.7
8	对氯间甲酚	0.010	75.0~101.7	85.9±17.9
		0.400	63.3~81.8	73.4±15.7
9	2,4,6-三氯酚	0.020	85.8~100.0	93.2±10.7
		0.800	64.4~108.5	84.4±31.3
10	2,4-二硝基酚	0.050	72.7~121.0	91.8±38.8
		2.00	60.8~91.0	74.4±25.9
11	4-硝基酚	0.020	70.0~95.8	82.2±20.2
		0.800	63.6~99.4	75.8±27.6
12	2-甲基-4,6-二硝基酚	0.050	76.5~95.7	87.7±13.7
		2.00	60.6~99.6	77.0±31.0
13	五氯酚	0.020	73.3~100.8	88.1±17.7
		0.800	62.6~108.4	83.0±30.4