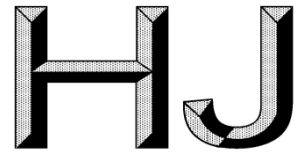


附件4



中华人民共和国国家生态环境标准

HJ □□□-202□

水质 苯甲醚和甲基叔丁基醚的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法

Water quality—Determination of Anisole and Methyl tert-butyl ether—

Purge and trap/gas chromatography-mass spectrometer

(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 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 样品.....	3
7 分析步骤.....	3
8 结果计算与表示.....	5
9 准确度.....	7
10 质量保证和质量控制.....	8
11 废物处置.....	9
12 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，规范水中苯甲醚和甲基叔丁基醚的测定方法，制定本标准。

本标准规定了地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中苯甲醚和甲基叔丁基醚的吹扫捕集/气相色谱-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：辽宁省大连生态环境监测中心。

本标准验证单位：海南省生态环境监测中心、辽宁省生态环境监测中心、辽宁省鞍山生态环境监测中心、四川省生态环境监测总站、河南省生态环境监测中心、黑龙江省哈尔滨生态环境监测中心。

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 苯甲醚和甲基叔丁基醚的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法

警告：实验中使用的有机溶剂和标准物质均为易挥发的有毒化合物，应在通风橱内配制试剂，操作时应按要求佩戴防护器具，避免吸入或接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中苯甲醚和甲基叔丁基醚的吹扫捕集/气相色谱-质谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中苯甲醚和甲基叔丁基醚的测定。

当取样量为 5 ml 时，苯甲醚的方法检出限为 0.4 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 1.6 $\mu\text{g/L}$ ，甲基叔丁基醚的方法检出限为 0.3 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 1.2 $\mu\text{g/L}$ 。

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文件，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）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

HJ 91.1 污水监测技术规范

HJ 91.2 地表水环境质量监测技术规范

HJ 164 地下水环境监测技术规范

HJ 442.3 近岸海域环境监测技术规范 第三部分 近岸海域水质监测

3 方法原理

样品中的目标化合物经氦气（或氮气）吹扫后吸附于捕集管中，将捕集管加热并以氦气（或氮气）反吹，被热脱附出来的目标化合物经气相色谱分离，质谱检测。通过保留时间和特征离子丰度比定性，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，实验用水为新制备不含目标化合物的纯水。

4.1 盐酸： $\rho=1.18\text{ g/ml}$ ， $w\in[36\%, 38\%]$ ，优级纯。

4.2 甲醇（ CH_3OH ）：液相色谱纯。

4.3 抗坏血酸（ $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ）。

4.4 余氯试纸：可购买市售余氯检测试纸。

4.5 盐酸溶液。

用盐酸（4.1）和水以 1:1 的体积比混合。

4.6 苯甲醚标准贮备液： $\rho(\text{C}_7\text{H}_8\text{O})=2000 \mu\text{g/ml}$ 。

可购买市售有证标准溶液，或用标准物质配制于甲醇（4.2）中，按照说明书要求保存。

4.7 苯甲醚标准使用液： $\rho(\text{C}_7\text{H}_8\text{O})=100 \mu\text{g/ml}$ 。

用甲醇（4.2）稀释标准贮备液（4.6），保存时间为30 d。

4.8 甲基叔丁基醚标准贮备液： $\rho(\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O})=2000 \mu\text{g/ml}$ 。

可购买市售有证标准溶液，或用标准物质配制于甲醇（4.2）中，按照说明书要求保存。

4.9 甲基叔丁基醚标准使用液： $\rho(\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O})=100 \mu\text{g/ml}$ 。

用甲醇（4.2）稀释甲基叔丁基醚标准贮备液（4.8），保存时间为30 d。

4.10 氟苯内标标准贮备液： $\rho=2000 \mu\text{g/ml}$

可购买市售有证标准溶液，或用标准物质配制于甲醇（4.2）中。

4.11 氟苯内标标准使用液： $\rho=25 \mu\text{g/ml}$ 。

用甲醇（4.2）稀释氟苯内标标准贮备液（4.10）。

4.12 甲苯- d_8 替代物标准贮备液： $\rho=2000 \mu\text{g/ml}$ 。

可购买市售有证标准溶液，或用标准物质配制于甲醇（4.2）中。

4.13 甲苯- d_8 替代物标准使用液： $\rho=25 \mu\text{g/ml}$ 。

用甲醇（4.2）稀释甲苯- d_8 替代物标准贮备液（4.12）。

4.14 4-溴氟苯（BFB）标准贮备液： $\rho=2000 \mu\text{g/ml}$

可购买市售有证标准溶液，或用标准物质配制于甲醇（4.2）中。

4.15 4-溴氟苯（BFB）溶液： $\rho=25 \mu\text{g/ml}$ 。

用甲醇（4.2）稀释4-溴氟苯（BFB）标准贮备液（4.14）。

4.16 氦气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

4.17 氮气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5 仪器和设备

5.1 样品瓶：40 ml 棕色玻璃瓶，具硅橡胶-聚四氟乙烯衬垫螺旋盖。

5.2 气相色谱-质谱仪：色谱部分具分流/不分流进样口，质谱部分具70 eV 电子轰击（EI）电离源。

5.3 吹扫捕集装置：吹扫装置能直接连接到色谱部分，并能自动启动色谱，应带有5 ml 的吹扫管。捕集管使用1/3 2,6-二苯吡喃多孔聚合物、1/3 硅胶、1/3 活性炭混合吸附剂或其他等效吸附剂。

5.4 色谱柱：30 m（柱长） \times 0.25 mm（内径） \times 1.4 μm （膜厚），固定相为6%腈丙苯基/94%二甲基聚硅氧烷，或其他等效毛细管柱。

5.5 微量注射器：5 μl 、10 μl 、50 μl 、250 μl 和 1000 μl 。

5.6 棕色玻璃瓶：2 ml，具聚四氟乙烯-硅胶衬垫螺旋盖。

5.7 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品采集

按照 GB 17378.3、HJ 91.2、HJ 91.1、HJ 164 和 HJ 442.3 的要求采集样品。所有样品均采集平行双样，每批样品应带 1 个全程序空白。

采样时，水样呈中性时向每个样品瓶（5.1）中加入 0.5 ml 盐酸溶液（4.5），使样品 pH \leq 2，拧紧瓶盖；水样呈碱性时应加入适量盐酸溶液（4.5）使样品 pH \leq 2。采集样品时，应使水样在样品瓶（5.1）中溢流而不留液上空间。取样时应尽量避免或减少样品在空气中的暴露时间。

当水样加盐酸溶液（4.5）后产生大量气泡时，应弃去该样品，重新采集样品。重新采集的样品不应加盐酸溶液（4.5）。

注：若水样中含有余氯，采样前，应向每个样品瓶（5.1）中加入抗坏血酸（4.3），每 40 ml 样品需加入 25 mg 的抗坏血酸（4.3）。水样中余氯含量超过 5 mg/L，应按比例增加抗坏血酸（4.3）的加入量。在 40 ml 样品瓶（5.1）中，余氯含量每增加 5 mg/L，需多加 25 mg 的抗坏血酸（4.3）。

6.2 样品的保存

样品采集后应于 4 °C 以下冷藏、避光运输，及时分析。若不能及时分析，应置于 4 °C 以下冷藏避光保存，保存期为 14 d。样品存放区域应无有机物干扰。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 吹扫捕集参考条件

取样体积：5.0 ml；吹扫温度：室温；吹扫流速：40 ml/min；吹扫时间：11 min；干吹扫时间：1 min；脱附温度：190 °C；脱附时间：2 min；烘烤温度：200 °C；烘烤时间：6 min。其余参数参照仪器使用说明设定。

7.1.2 气相色谱参考条件

进样口温度：220 °C；载气：氦气（4.16）；进样模式：分流进样（分流比 30:1）；柱流量（恒流）：1.0 ml/min；程序升温：35 °C 保持 2 min，以 5 °C/min 升至 120 °C，再以 10 °C/min 升至 220 °C，保持 2 min。

7.1.3 质谱参考条件

离子源：电子轰击（EI）电离源；离子化能量：70 eV；离子源温度：230 °C；传输线温度：280 °C；扫描方式：全扫描（Scan）；扫描范围：35 u~270 u；溶剂延迟时间：2.0 min。

注：优先选用全扫描（Scan）模式，也可以使用选择离子扫描（SIM）模式。

7.2 校准

7.2.1 仪器性能检查

分析样品前，用微量注射器（5.5）移取 2 μl 的 4-溴氟苯溶液（4.15）通过气相色谱进样口直接进样，或配制浓度为 50.0 μg/L 的 4-溴氟苯溶液通过吹扫捕集装置进样，按照仪器参考条件（7.1）用气相色谱-质谱仪分析。4-溴氟苯的关键离子丰度应满足表 1 中规定的要求，否则应调整质谱仪的参数进行或者考虑清洗离子源。

表 1 4-溴氟苯的关键离子丰度标准

质量	离子丰度标准	质量	离子丰度标准
50	质量 95 的 15%~40%	174	大于质量 95 的 50%
95	基峰，100%相对丰度	175	质量 174 的 5%~9%
96	质量 95 的 5%~9%	176	质量 174 的 95%~105%
173	小于质量 174 的 2%	177	质量 176 的 5%~10%

7.2.2 校准曲线的建立

7.2.2.1 标准系列的配制和测定

用微量注射器（5.5）分别移取一定量的苯甲醚标准使用液（4.7）、甲基叔丁基醚标准使用液（4.9）和替代物标准使用液（4.13）快速加到装有实验用水的容量瓶中，并定容至标线，配制成低、高 2 种浓度系列。低浓度系列目标化合物和替代物浓度系列为 0 μg/L、2.0 μg/L、5.0 μg/L、10.0 μg/L、15.0 μg/L 和 20.0 μg/L；高浓度系列目标化合物和替代物浓度系列为 20.0 μg/L、40.0 μg/L、80 μg/L、120 μg/L、160 μg/L 和 200 μg/L。取 5.0 ml 标准系列溶液，加入 10.0 μl 的氟苯内标标准使用液（4.11）后，按照仪器参考条件（7.1），从低浓度到高浓度依次进样分析，记录标准系列目标化合物和相对应内标的保留时间、定量离子和辅助离子的峰面积。

可采用平均相对响应因子法或校准曲线法绘制校准曲线。

7.2.2.2 平均相对响应因子法

标准系列第 i 点中目标化合物（或替代物）的相对响应因子，按照公式（1）计算。

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

式中：RRF _{i} ——标准系列中第 i 点目标化合物（或替代物）的相对响应因子；

A_i ——标准系列中第 i 点目标化合物（或替代物）定量离子的峰面积；

$A_{\text{IS},i}$ ——标准系列中第 i 点与目标化合物（或替代物）相对应内标化合物定量离子的峰面积；

ρ_{IS} ——标准系列中内标化合物的质量浓度，μg/L；

ρ_i ——标准系列中第 i 点目标化合物（或替代物）的质量浓度，μg/L。

目标化合物（或替代物）的平均相对响应因子，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（或替代物）的平均相对响应因子；

RRF_i ——标准系列中第 i 点目标化合物（或替代物）的相对响应因子；

n ——标准系列点数。

RRF 的标准偏差，按照公式（3）计算。

$$\text{SD} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\text{RRF}_i - \overline{\text{RRF}})^2}{n-1}} \quad (3)$$

式中： SD ——RRF 的标准偏差；

RRF_i ——标准系列中第 i 点目标化合物（或替代物）的相对响应因子；

$\overline{\text{RRF}}$ ——目标化合物（或替代物）的平均相对响应因子；

n ——标准系列点数。

RRF 的相对标准偏差，按照公式（4）计算。

$$\text{RSD} = \frac{\text{SD}}{\overline{\text{RRF}}} \quad (4)$$

式中： RSD ——目标化合物（或替代物）的平均相对响应因子的相对标准偏差；

SD ——目标化合物（或替代物）的平均相对响应因子的标准偏差；

$\overline{\text{RRF}}$ ——目标化合物（或替代物）的平均相对响应因子。

7.2.2.3 校准曲线法

以目标化合物质量浓度为横坐标，目标化合物定量离子的峰面积与内标化合物定量离子峰面积比值和内标化合物浓度的乘积为纵坐标，用最小二乘法绘制校准曲线。

7.3 试样的测定

待样品恢复至室温后，取 5.0 ml 样品，分别加入 10.0 μl 的氟苯内标标准使用液（4.11）和甲苯- d_8 替代物标准使用液（4.13）后，按照与校准曲线的建立（7.2.2）相同的条件测定试样。

7.4 空白试验

以实验用水代替样品，按照与试样测定（7.3）相同的条件测定空白试样。

8 结果计算与表示

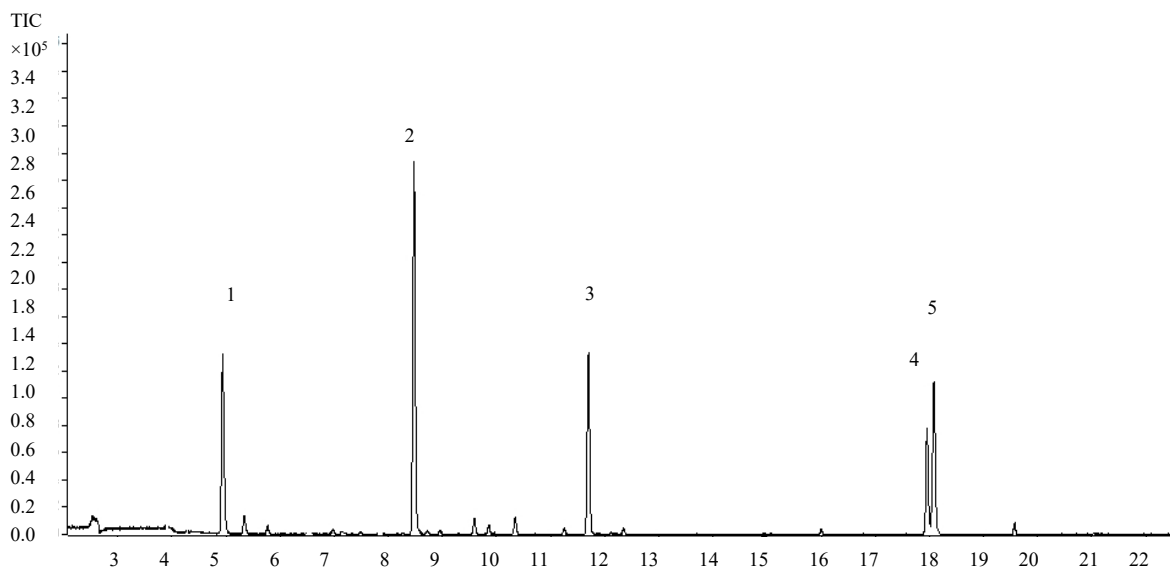
8.1 目标化合物的定性分析

根据样品中目标化合物的保留时间、质谱图、碎片离子质荷比及其丰度等信息与标准物质比较定性。

应多次分析校准溶液得到目标物的保留时间均值，以平均保留时间±3倍的标准偏差为保留时间，样品中目标化合物的保留时间应在其范围内。

目标化合物标准质谱图中相对丰度高于 30%的所有离子应在样品质谱图中存在，而且样品质谱图中的相对丰度与标准质谱图中的相对丰度的绝对值偏差应小于 20%。

在本标准规定的色谱条件下，目标化合物的总离子色谱图见图 1。



1——甲基叔丁基醚；2——氟苯（内标化合物）；3——甲苯-*d*₈（替代物）；4——苯甲醚；5——4-溴氟苯。

图 1 目标化合物的总离子色谱图（20.0 μg/L）

8.2 目标化合物的定量分析

目标化合物经定性鉴别后，根据定量离子的峰面积，用内标法计算。目标化合物的定量离子和辅助离子见表 2。

表 2 化合物的定量离子和辅助离子一览表

序号	目标物	类型	定量离子	辅助离子
1	甲基叔丁基醚	目标化合物	73	57, 43
2	氟苯	内标化合物	96	70
3	甲苯- <i>d</i> ₈	替代物	98	100, 70
4	苯甲醚	目标化合物	108	78, 65

8.2.1 用平均相对响应因子法计算

采用平均相对响应因子计算时，样品中目标化合物（或替代物）的质量浓度按公式（5）计算。

$$\rho_x = \frac{A_x \times \rho_{IS} \times D}{A_{IS} \times \overline{RRF}} \quad (5)$$

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

A_x ——目标化合物（或替代物）定量离子的峰面积；

ρ_{IS} ——内标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

D ——稀释倍数；

A_{IS} ——内标化合物定量离子的峰面积；

\overline{RRF} ——校准曲线中目标化合物（或替代物）的平均相对响应因子。

8.2.2 用校准曲线计算

采用校准曲线法计算时，根据目标化合物的定量离子响应值，从校准曲线上直接得到目标化合物的质量浓度，样品中目标化合物的质量浓度按公式（6）计算。

$$\rho_x = \rho_1 \times D \quad (6)$$

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

ρ_1 ——由校准曲线得到的目标化合物（或替代物）浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

D ——稀释倍数。

8.3 结果表示

测定结果最多保留3位有效数字，小数点后位数与检出限一致。

9 准确度

9.1 精密度

6个实验室分别重复测定目标化合物加标浓度为2.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 和180 $\mu\text{g/L}$ 的空白加标样品6次，甲基叔丁基醚实验室内相对标准偏差范围分别为：3.2%~8.0%、1.7%~5.3%和1.0%~4.6%。苯甲醚实验室内相对标准偏差范围分别为：2.3%~9.1%、1.6%~4.5%和1.6%~5.5%。

6个实验室分别重复测定目标化合物加标浓度为2.0 $\mu\text{g/L}$ 的地表水和地下水样品6次，甲基叔丁基醚实验室内相对标准偏差范围分别为：4.9%~11%和4.4%~9.1%。苯甲醚实验室内相对标准偏差范围分别为：3.1%~8.7%和3.5%~12%。

6个实验室分别重复测定目标化合物加标浓度为2.0 $\mu\text{g/L}$ 的统一海水样品6次，甲基叔丁基醚实验室内相对标准偏差为：4.6%~9.2%；实验室间相对标准偏差为：16%；重复性限为：0.4 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限为：0.9 $\mu\text{g/L}$ 。苯甲醚实验室内相对标准偏差为：4.7%~8.8%；实验室间相对标准偏差为：14%；重复性限为：0.4 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限为：0.8 $\mu\text{g/L}$ 。

6个实验室分别重复测定目标化合物加标浓度为50.0 $\mu\text{g/L}$ 的生活污水样品6次，甲基叔丁基醚实验室内相对标准偏差范围为：1.4%~7.5%。苯甲醚实验室内相对标准偏差范围为：1.6%~8.3%。

6 个实验室分别重复测定目标化合物加标浓度为 100 $\mu\text{g/L}$ 的统一工业废水样品 6 次, 甲基叔丁基醚实验室内相对标准偏差为: 2.3%~4.7%; 实验室间相对标准偏差为: 4.8%; 重复性限为: 10 $\mu\text{g/L}$; 再现性限为: 17 $\mu\text{g/L}$ 。苯甲醚实验室内相对标准偏差为: 1.9%~3.7%; 实验室间相对标准偏差为: 7.1%; 重复性限为: 12 $\mu\text{g/L}$; 再现性限为: 31 $\mu\text{g/L}$ 。

9.2 正确度

6 个实验室分别测定目标化合物加标浓度为 2.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 和 180 $\mu\text{g/L}$ 的空白加标样品, 甲基叔丁基醚加标回收率范围分别为: 80.0%~115%、93.6%~105%和 97.2%~107%。苯甲醚加标回收率范围分别为: 85.0%~115%、80.8%~97.6%和 93.9%~106%。

6 个实验室分别重复测定目标化合物浓度为 2.0 $\mu\text{g/L}$ 的地表水和地下水加标样品, 甲基叔丁基醚加标回收率范围分别为: 83.3%~111%和 80.0%~101%。苯甲醚加标回收率范围分别为: 85.0%~104%和 70.0%~96.9%。

6 个实验室分别重复测定目标化合物加标浓度为 2.0 $\mu\text{g/L}$ 的统一海水样品, 甲基叔丁基醚加标回收率为: 75.0%~113%; 加标回收率最终值为: 96.1% \pm 29.0%。苯甲醚加标回收率为: 75.0%~111%; 加标回收率最终值为: 97.9% \pm 25.2%。

6 个实验室分别重复测定目标化合物浓度为 50.0 $\mu\text{g/L}$ 的生活污水加标样品, 甲基叔丁基醚加标回收率范围为: 93.0%~110%。苯甲醚加标回收率范围为: 86.6%~98.9%。

6 个实验室分别重复测定加标浓度为 100 $\mu\text{g/L}$ 的统一工业废水样品, 甲基叔丁基醚加标回收率为: 94.3%~107%; 加标回收率最终值为: 101% \pm 9.8%。苯甲醚加标回收率为: 83.7%~102%; 加标回收率最终值为: 94.6% \pm 13.0%。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

每批样品 (≤ 20 个) 应做 1 个空白试验, 测定结果应低于方法检出限。全程序空白样品测定结果应低于方法检出限。

10.2 校准

10.2.1 目标化合物相对响应因子 (RRF) 的相对标准偏差 (RSD) 应 $\leq 20\%$, 校准曲线相关系数 $r \geq 0.995$, 否则应重新绘制校准曲线。

10.2.2 每批样品 (≤ 20 个) 应测定 1 个曲线中间校核点, 其测定结果与校准曲线相应点浓度的相对误差应在 $\pm 20\%$ 以内, 否则应建立新的校准曲线。

10.3 平行样

每批样品 (≤ 20 个) 应至少测定 1 个平行样, 平行样测定结果的相对偏差应在 $\pm 30\%$ 以内。

10.4 基体加标

10.4.1 每批样品（ ≤ 20 个）至少测定 1 个基体加标样品，目标化合物加标回收率应在 70.0%~120% 之间。

10.4.2 替代物的回收率应在 70.0%~120% 之间。

10.5 内标化合物

样品中内标化合物的保留时间与当天校准或最近绘制的校准曲线中内标化合物保留时间偏差应不超过 0.5 min，定量离子峰面积变化应在 50%~150% 之间。

11 废物处置

实验过程中产生的废液和废物应分类收集，集中保管，并做好相应标识，依法处置。

12 注意事项

12.1 分析 1 个高浓度样品后，应分析 1 个或多个空白样品检查仪器残留。

12.2 浓度 $\leq 20.0 \mu\text{g/L}$ 时用低浓度曲线定量， $> 20.0 \mu\text{g/L}$ 时，用高浓度曲线定量。当样品浓度高于高浓度曲线上限时，样品应稀释后测定，稀释后样品浓度应 $> 20.0 \mu\text{g/L}$ 。

12.3 为避免甲醇加入量对测定结果的影响，在配制校准曲线或者做基体加标分析时，应注意标准使用液的体积不易超过 100 μl 。

12.4 校准曲线的相对响应因子（RRF）的相对标准偏差（RSD）和相关系数无法满足标准要求时，考虑清洗离子源。

附 录 A
(规范性附录)
方法的检出限和测定下限

苯甲醚和甲基叔丁基醚的方法检出限和测定下限见表 A.1。

表 A. 1 方法检出限和测定下限

序号	目标物中文名称	目标物英文名称	CAS No.	分子式	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)
1	甲基叔丁基醚	Methyl tert-butyl ether	1634-04-4	C ₅ H ₁₂ O	0.3	1.2
2	苯甲醚	Anisole	100-66-3	C ₇ H ₈ O	0.4	1.6

附 录 B
(资料性附录)
方法的准确度

方法的精密度和正确度汇总数据见表 B.1~表 B.2。

表 B.1 精密度数据汇总

序号	化合物名称	样品类型	浓度 (μg/L)	实验室内相对标准偏差范围 (%)	实验室间相对标准偏差范围 (%)	重复性限 (μg/L)	再现性限 (μg/L)
1	甲基叔丁基醚	空白加标	2.0	3.2~8.0	—	—	—
		空白加标	50.0	1.7~5.3	—	—	—
		空白加标	180	1.0~4.6	—	—	—
		地表水	2.0	4.9~11	—	—	—
		地下水	2.0	4.4~9.1	—	—	—
		海水	2.0	4.6~9.2	16	0.4	0.9
		生活污水	50.0	1.4~7.5	—	—	—
		工业废水	100	2.3~4.7	4.8	10	17
2	苯甲醚	空白加标	2.0	2.3~9.1	—	—	—
		空白加标	50.0	1.6~4.5	—	—	—
		空白加标	180	1.6~5.5	—	—	—
		地表水	2.0	3.1~8.7	—	—	—
		地下水	2.0	3.5~12	—	—	—
		海水	2.0	4.7~8.8	14	0.4	0.8
		生活污水	50.0	1.6~8.3	—	—	—
		工业废水	100	1.9~3.7	7.1	12	31

表 B.2 正确度汇总表

序号	化合物名称	样品类型	加标浓度 (μg/L)	加标回收率范围 (%)	\bar{P} (%)	$S_{\bar{P}}$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
1	甲基叔丁基醚	空白加标	2.0	80.0~115	—	—	—
		空白加标	50.0	93.6~105	—	—	—
		空白加标	180	97.2~107	—	—	—
		地表水	2.0	83.3~111	—	—	—
		地下水	2.0	80.0~101	—	—	—
		海水	2.0	75.0~113	96.1	14.5	96.1±29.0
		生活污水	50.0	93.0~110	—	—	—
		工业废水	100	94.3~107	101	4.9	101±9.8
2	苯甲醚	空白加标	2.0	85.0~115	—	—	—
		空白加标	50.0	80.8~97.6	—	—	—

序号	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} (%)	$S_{\bar{P}}$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
		空白加标	180	93.9~106	—	—	—
		地表水	2.0	85.0~104	—	—	—
		地下水	2.0	70.0~96.9	—	—	—
		海水	2.0	75.0~111	97.9	12.6	97.9 \pm 25.2
		生活污水	50.0	86.6~98.9	—	—	—
		工业废水	100	83.7~102	94.6	6.5	94.6 \pm 13.0