

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 741-2015

土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱法

Soil and sediment—Determination of volatile organic compounds
—Headspace gas chromatography

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2015-05-04 发布

2015-07-01 实施

环 境 保 护 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.....	2
7 分析步骤.....	4
8 结果计算与表示.....	4
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
12 注意事项.....	7
附录 A（规范性附录）方法的检出限和测定下限.....	8
附录 B（资料性附录）方法的精密度和准确度.....	9
附录 C（资料性附录）聚乙二醇-20M 色谱柱分析目标物的色谱图.....	13

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范土壤和沉积物中挥发性有机物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了土壤和沉积物中挥发性有机物的顶空/气相色谱法。

本标准为首次发布。

本标准附录 A 为规范性附录，附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：鞍山市环境监测中心站。

本标准验证单位：辽宁省环境监测实验中心、沈阳市环境监测中心站、大连市环境监测中心、哈尔滨市环境监测中心、抚顺市环境监测中心站和辽阳市环境监测中心站。

本标准环境保护部 2015 年 5 月 4 日批准。

本标准自 2015 年 7 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

土壤和沉积物 挥发性有机物的测定

顶空/气相色谱法

警告：试验中所使用的有机试剂和标准溶液为易挥发的有毒化合物，操作过程应在通风柜中进行操作，应按规定要求佩带防护器具，避免接触皮肤和衣服。

1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中 37 种挥发性有机物的顶空/气相色谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中 37 种挥发性有机物的测定。其它挥发性有机物若通过验证也可适用于本标准。

当土壤和沉积物样品量为 2 g 时，37 种挥发性有机物的方法检出限为 0.005 mg/kg~0.03 mg/kg，测定下限为 0.02 mg/kg ~0.12 mg/kg，详见附录 A。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分：样品采集储存与运输

GB 17378.5 海洋监测规范 第 5 部分：沉积物分析

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

3 方法原理

在一定的温度下，顶空瓶内样品中挥发性有机物向液上空间挥发，在气液固三相达到热力学动态平衡后。气相中的挥发性有机物经气相色谱分离，用火焰离子化检测器检测。以保留时间定性，外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 实验用水：二次蒸馏水或通过纯水设备制备的水。

使用前需经过空白试验，确认在目标化合物的保留时间区间内无干扰色谱峰出现或者其中的目标化合物浓度低于方法检出限。

4.2 甲醇（CH₃OH）：色谱纯。

使用前，需通过检验，确认无目标化合物或目标化合物浓度低于方法检出限。

4.3 氯化钠（NaCl）：优级纯。

在马弗炉中 400 °C 下烘烤 4 h，置于干燥器中冷却至室温，转移至磨口玻璃瓶中保存。

4.4 磷酸（H₃PO₄）：优级纯。

4.5 饱和氯化钠溶液。

量取 500 ml 实验用水（4.1），滴加几滴磷酸（4.4）调节 pH≤2，加入 180 g 氯化钠（4.3），溶解并混匀。于 4 °C 下保存，可保存 6 个月。

4.6 标准贮备液： $\rho=1000\text{ mg/L}\sim 5000\text{ mg/L}$ 。

可直接购买有证标准溶液，也可用标准物质配制。

4.7 标准使用液： $\rho=10\text{ mg/L}\sim 100\text{ mg/L}$ 。

目标化合物的标准使用液保存于密实瓶中保存期为 30 d，或参照制造商说明配制。

4.8 石英砂（ SiO_2 ）：分析纯，20 目~50 目。

使用前需通过检验，确认无目标化合物或目标化合物浓度低于方法检出限。

4.9 载气：高纯氮气（ $\geq 99.999\%$ ），经脱氧剂脱氧、分子筛脱水。

4.10 燃气：高纯氢气（ $\geq 99.999\%$ ），经分子筛脱水。

4.11 助燃气：空气，经硅胶脱水、活性炭脱有机物。

注 1：以上所有标准溶液均以甲醇为溶剂，配制或开封后的标准溶液应置于密实瓶中，4℃以下避光保存，保存期一般为 30 d。使用前应恢复至室温、混匀。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪：具有毛细管分流/不分流进样口，可程序升温，具氢火焰离子化检测器（FID）。

5.2 色谱柱：石英毛细管柱。柱 1： $60\text{ m}\times 0.25\text{ mm}$ ，膜厚 $1.4\text{ }\mu\text{m}$ （6%腈丙苯基、94%二甲基聚硅氧烷固定液），也可使用其它等效毛细柱。柱 2： $30\text{ m}\times 0.32\text{ mm}$ ，膜厚 $0.25\text{ }\mu\text{m}$ （聚乙二醇-20M），也可使用其它等效毛细柱。

5.3 自动顶空进样器：顶空瓶（22 ml）、密封垫（聚四氟乙烯/硅氧烷材料）、瓶盖（螺旋盖或一次使用的压盖）。

5.4 往复式振荡器：振荡频率 150 次/min，可固定顶空瓶。

5.5 天平：精度为 0.01 g。

5.6 微量注射器：5 μl 、10 μl 、25 μl 、100 μl 、500 μl 。

5.7 采样器材：铁铲或不锈钢药勺。

5.8 便携式冷藏箱：容积 20L，温度 4℃以下。

5.9 棕色密实瓶：2 ml，具聚四氟乙烯衬垫和实芯螺旋盖。

5.10 采样瓶：具聚四氟乙烯-硅胶衬垫螺旋盖的 60 或 200 ml 的螺纹棕色广口玻璃瓶。

5.11 一次性巴斯德玻璃吸液管。

5.12 马弗炉。

5.13 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品的采集和保存

根据 HJ/T 166、GB 17378.3 的相关要求进行土壤和沉积物样品的采集和保存。采集样品的工具应用金属制品，用前应经过清洗。所有样品均应至少采集 3 份代表性样品。

6.1.1 样品采集时加饱和氯化钠溶液

22 ml 顶空瓶中加入 10.0 ml 饱和氯化钠溶液（4.5），称重（精确至 0.01 g）后，带到现场。用采样器采集约 2 g 的土壤或沉积物样品于顶空瓶中，立即密封，置于冷藏箱内，带回实验室。

6.1.2 样品采集时未加饱和氯化钠溶液

用铁铲或药勺将样品尽快采集到采样瓶（5.10）中，并尽量填满。快速清除掉采样瓶螺纹及外表面上黏附的样品，密封采样瓶。置于便携式冷藏箱内，带回实验室。采样瓶中的样品用于土壤中干物质含量、沉积物含水率和高含量样品的测定。

注 2：可在采样现场使用用于挥发性有机物测定的便携式仪器对样品进行浓度高低的初筛。当样品中挥发性有机物浓度大于 1000 $\mu\text{g/kg}$ 时，视该样品为高含量样品。

注 3：样品采集时切勿搅动土壤及沉积物，以免造成土壤及沉积物中有机物的挥发。

样品运回实验室后应尽快分析。若不能立即分析，应在 4℃ 以下密封保存，保存期限不超过 7 d。样品存放区域应无挥发性有机物干扰。

6.2 试样的制备

6.2.1 低含量试样

6.1.1 步骤采集到样品的制备：在实验室内取出装有样品的顶空瓶（6.1.1），待恢复至室温后，称重，精确至 0.01 g。在振荡器上以 150 次/min 的频率振荡 10 min，待测。

6.1.2 步骤采集到样品的制备：在实验室内取出装有样品的样品瓶（6.1.2），待恢复至室温后，称取 2 g（精确至 0.01 g）样品置于顶空瓶中，迅速加入 10.0 ml 饱和氯化钠溶液（4.5），立即密封，在振荡器上以 150 次/min 的频率振荡 10 min，待测。

6.2.2 高含量试样

如果现场初步筛选挥发性有机物为高含量或低含量样品测定结果大于 1000 $\mu\text{g/kg}$ 时应视为高含量试样。

取出装有高含量样品的样品瓶（6.1.2），待其恢复至室温。称取 2 g（精确至 0.01 g）样品置于顶空瓶中，迅速加入 10.0 ml 甲醇（4.2），密封，在振荡器上以 150 次/min 的频率振荡 10 min。静置沉降后，用一次性巴斯德玻璃吸管移取约 1 ml 甲醇提取液至 2 ml 棕色密实瓶（5.9）中。该提取液可冷冻密封避光保存，保存期为 14 d。若甲醇提取液中目标化合物浓度较高，可通过加入甲醇进行适当稀释。

然后，向空的顶空瓶中依次加入 2 g（精确至 0.01 g）石英砂（4.8）、10.0 ml 饱和氯化钠溶液（4.5）和 10 μl ~100 μl （5.6）上述甲醇提取液，立即密封，在振荡器上以 150 次/min 的频率振荡 10 min，待测。

注 4：若用高含量方法分析浓度值过低或未检出，应采用低含量方法重新分析样品。

6.3 空白试样的制备

6.3.1 运输空白

采样前在实验室将 10.0 ml 饱和氯化钠溶液和 2 g（精确至 0.01 g）石英砂放入顶空瓶中密封，将其带到采样现场。采样时不开封，之后随样品运回实验室。在振荡器上以 150 次/min 的频率振荡 10 min，待测。用于检查样品运输过程中是否受到污染。

6.3.2 低含量空白试样

称取 2 g（精确至 0.01 g）石英砂（4.8）代替样品，置于顶空瓶内，加入 10.0 ml 饱和氯化钠溶液（4.5），立即密封，在振荡器上以 150 次/min 的频率振荡 10 min，待测。

6.3.3 高含量空白试样

以 2 g（精确至 0.01 g）石英砂（4.8）代替高含量样品，按照 6.2.2 步骤进行制备。

6.4 土壤干物质含量及沉积物含水率的测定

按照 HJ 613 测定土壤中干物质含量；按照 GB 17378.5 测定沉积物样品的含水率。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

不同型号顶空进样器和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。本标准给出的仪器参考条件如下。

7.1.1 顶空自动进样器参考条件

加热平衡温度 85 °C；加热平衡时间 50 min；取样针温度 100 °C；传输线温度 110 °C；传输线为经过惰性处理，内径 0.32 mm 的石英毛细管柱；压力化平衡时间 1 min；进样时间 0.2 min；拨针时间 0.4 min。

注 5：也可以采用其它进样方式。

7.1.2 气相色谱仪参考条件

升温程序：40 °C（保持 5 min） $\xrightarrow{8\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 100 °C（保持 5 min） $\xrightarrow{6\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 200 °C（保持 10 min）。进样口温度：220 °C。检测器温度：240 °C。载气：氮气；载气流量：1 ml/min；氢气流量：45 ml/min；空气流量：450 ml/min。进样方式：分流进样；分流比：10:1。

7.2 校准曲线绘制

向 5 支顶空瓶中依次加入 2.00 g 石英砂（4.8）、10.0 ml 饱和氯化钠溶液（4.5）和一定量的标准使用液（4.7），立即密封，配置目标化合物分别为 0.10 µg、0.20 µg、0.50 µg、1.00 µg 和 2.00 µg 的 5 点不同浓度系列的校准曲线系列。将配置好的标准系列样品在振荡器（5.4）上以 150 次/min 的频率振荡 10 min，按照仪器参考条件（7.1）依次进样分析，以峰面积或峰高为纵坐标，质量（µg）为横坐标，绘制校准曲线。

7.3 测定

将制备好的试样（6.2）置于顶空进样器上，按照仪器参考条件（7.1）进行测定。如果挥发性有机物有检出，应用色谱柱 2 辅助定性予以确认。

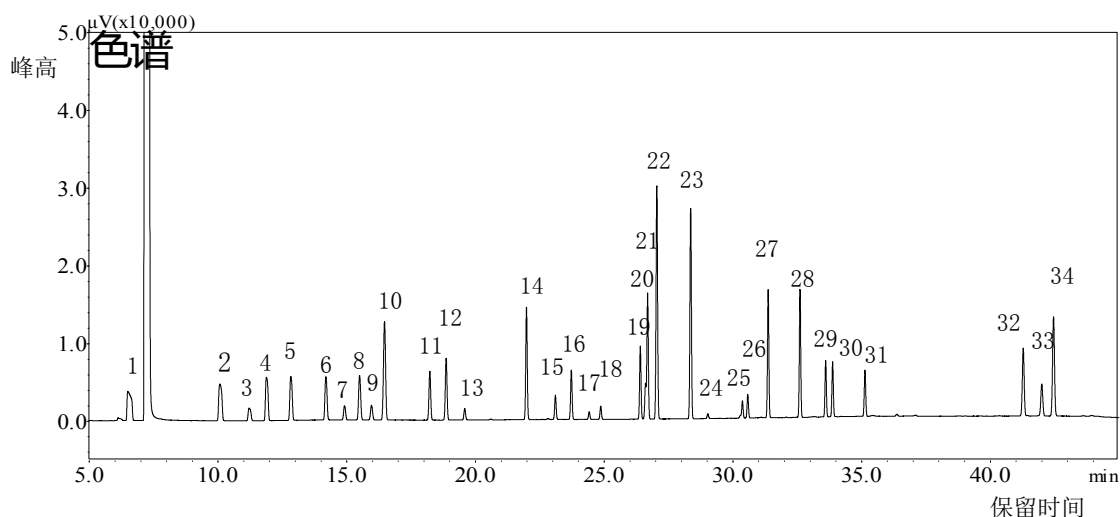
7.4 空白试验

将制备好的空白试样（6.3）置于自动顶空进样器（5.3）上，按照仪器参考条件（7.1）进行测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

配制挥发性有机物浓度为 0.200 mg/L 的标准溶液，使用色谱柱 1 进行分离，按照顶空自动进样器和气相色谱仪参考条件进行测定，以保留时间定性。当使用本方法无法定性时，用色谱柱 2 或 GC-MS 等其它方式辅助定性。色谱柱 1 分析挥发性有机物的标准色谱图见图 1。色谱柱 2 分析挥发性有机物的标准色谱图见附录 C。



1—氯乙烯；2—1,1-二氯乙烯；3—二氯甲烷；4—反-1,2-二氯乙烯；5—1,1-二氯乙烷；6—顺-1,2-二氯乙烯；7—氯仿；8—1,1,1-三氯乙烷；9—四氯化碳；10—1,2-二氯乙烷+苯；11—三氯乙烯；12—1,2-二氯丙烷；13—溴二氯甲烷；14—甲苯；15—1,1,2-三氯乙烷；16—四氯乙烯；17—二溴一氯甲烷；18—1,2-二溴乙烷；19—氯苯；20—1,1,1,2-四氯乙烷；21—乙苯；22—间-二甲苯+对-二甲苯；23—邻-二甲苯+苯乙烯；24—溴仿；25—1,1,2,2-四氯乙烷；26—1,2,3-三氯丙烷；27—1,3,5-三甲基苯；28—1,2,4-三甲基苯；29—1,3-二氯苯；30—1,4-二氯苯；31—1,2-二氯苯；32—1,2,4-三氯苯；33—六氯丁二烯；34—萘

图1 柱1分析37种挥发性有机物标准色谱图

8.2 土壤样品结果计算

8.2.1 低含量样品中挥发性有机物的含量 (mg/kg)，按照公式 (1) 进行计算。

$$\omega = \frac{m_0}{m_1 \times W_{dm}} \quad (1)$$

式中： ω —— 样品中挥发性有机物的含量，mg/kg；

m_0 —— 校准曲线计算目标物的含量， μg ；

m_1 —— 样品量 (湿重)，g；

W_{dm} —— 样品的干物质含量，%。

8.2.2 高含量样品中挥发性有机物的含量 (mg/kg)，按照公式 (2) 进行计算。

$$\omega = \frac{m_0 \times 10 \times f}{m_1 \times W_{dm} \times V_s} \quad (2)$$

式中： ω —— 样品中挥发性有机物的含量，mg/kg；

m_0 —— 校准曲线计算目标物的浓度， μg ；

10 —— 提取样品加入的甲醇量，ml；

m_1 —— 样品量 (湿重)，g；

V_s —— 用于顶空测定的甲醇提取液体积，ml；

W_{dm} —— 样品的干物质含量，%；

f —— 提取液的稀释倍数。

8.3 沉积物样品结果计算

8.3.1 低含量样品中挥发性有机物的含量 (mg/kg)，按照公式 (1) 进行计算。

$$\omega = \frac{m_0}{m_1 \times (1 - w_{H_2O})} \quad (3)$$

式中： ω —— 样品中目标物的含量，mg/kg；

m_0 —— 根据校准曲线计算目标物的浓度， μg ；

m_1 —— 样品量 (湿重)，g；

w_{H_2O} —— 样品的含水率，%。

8.3.2 高含量样品中挥发性有机物的含量 (mg/kg)，按照公式 (2) 进行计算。

$$\omega = \frac{m_0 \times 10 \times f}{m_1 \times (1 - w_{H_2O}) \times V_s} \quad (4)$$

式中： ω —— 样品中目标物的含量，mg/kg；

m_0 —— 根据校准曲线计算目标物的浓度， μg ；

10 —— 提取样品加入的甲醇量，ml；

m_1 —— 样品量 (湿重)，g；

V_s —— 用于顶空测定的甲醇提取液体积，ml；

w_{H_2O} —— 样品的含水率，%；

f —— 提取液的稀释倍数。

8.4 结果表示

测定结果小数位数与方法检出限一致，最多保留三位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

六家实验室分别对浓度水平 0.25 mg/kg (0.1 mg/kg) 和 1.0 mg/kg (0.5 mg/kg) 的土壤样品进行了精密度测定：实验室内相对标准偏差范围分别为 1.7%~14.4%、1.0%~11.7%；实验室间相对标准偏差范围分别为 4.8%~20.1%、1.7%~15.1%；重复性限范围分别为 0.013 mg/kg~0.05 mg/kg、0.041 mg/kg~0.15 mg/kg；再现性限范围分别为 0.020 mg/kg~0.07 mg/kg、0.044 mg/kg~0.30 mg/kg。

六家实验室分别对浓度水平 0.25 mg/kg (0.1 mg/kg) 和 1.0 mg/kg (0.5 mg/kg) 的沉积物样品进行了精密度测定：实验室内相对标准偏差范围分别为 0.8%~15.6%、0.7%~24.7%；实验室间相对标准偏差范围分别为 7.2%~15.9%、2.5%~16.6%；重复性限范围分别为 0.012 mg/kg~0.06 mg/kg、0.045 mg/kg~0.29 mg/kg；再现性限范围分别为 0.033 mg/kg~0.14 mg/kg、0.071 mg/kg~0.46 mg/kg。

9.2 准确度

六家实验室对土壤基体加标样品进行了测定，土壤样品加标浓度为 0.10 mg/kg (0.25 mg/kg)，37 种挥发性有机物的加标回收率范围为 22.4%~113%；土壤样品加标浓度为 0.50 mg/kg (1.00 mg/kg)，37 种挥发性有机物的加标回收率范围为 40.7%~94.7%。

六家实验室对沉积物基体加标样品进行了测定，沉积物样品加标浓度为 0.10 mg/kg (0.25 mg/kg)，37 种挥发性有机物的加标回收率范围为 52.5%~131%；沉积物样品加标浓度为 0.50 mg/kg (1.00 mg/kg)，37 种挥发性有机物的加标回收率范围为 65.1%~116%。

精密度和准确度汇总数据参见附录 B。

10 质量保证和质量控制

10.1 目标化合物的校准曲线，其相关系数应大于 0.99，若不能满足要求，应查找原因，重新绘制校准曲线。

10.2 校准确认

每批样品分析之前或 24 h 之内，需测定校准曲线中间浓度点，与校准曲线该浓度点响应值比较，保留时间的变化不超过 ± 2 s，其测定值与标准值的相对误差应 $\leq 20\%$ ，否则应采取校正措施。若校正措施无效，则应重新绘制校准曲线。

10.3 实验室空白试验分析结果中所有待测目标化合物浓度均应低于方法检出限。否则，需查明原因，及时消除，至实验室空白测定结果合格后，才可继续进行样品分析。

10.4 每批样品至少应采集一个运输空白。其分析结果应小于方法检出限，否则需查找原因，排除干扰后重新采集样品分析。

10.5 每一批样品（最多 20 个）应测定一个空白加标样品、基体加标样品和基体加标平行样品，实验室空白加标回收率在 80.0%~120%之间。若样品回收率较低，说明样品存在基体效应，但平行加标样品回收率相对偏差不得超过 25%。

11 废物处理

实验产生的含挥发性有机物的危险废物应分类收集、保管，委托有资质单位进行处理。

12 注意事项

12.1 为了防止通过采样工具污染，采样工具在使用前要用甲醇、纯净水充分洗净。在采集其他样品时，要注意更换采样工具和清洗采样工具，以防止交叉污染。

12.2 样品的保存和运输过程中，要避免沾污，样品应放在密闭、避光的便携式冷藏箱（5.6）中冷藏贮存。

12.3 在分析过程中必要的器具、材料、药品等事先分析确认其是否含有对分析测定有干扰目标物测定的物质。器具、材料可采用甲醇清洗。通过空白检验是否有干扰物质。

附录 A
(规范性附录)
方法的检出限和测定下限

当土壤和沉积物样品量为 2 g 时，37 种目标物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 单位: mg/kg

序号	化合物名称	CAS号	检出限	测定下限
1	氯乙烯	75-01-4	0.02	0.08
2	1,1-二氯乙烯	75-35-4	0.01	0.04
3	二氯甲烷	75-09-2	0.02	0.08
4	反-1,2-二氯乙烯	156-60-5	0.02	0.08
5	1,1-二氯乙烷	75-34-3	0.02	0.08
6	顺-1,2-二氯乙烯	156-59-2	0.008	0.032
7	氯仿	67-66-3	0.02	0.08
8	1,1,1-三氯乙烷	71-55-6	0.02	0.08
9	四氯化碳	56-23-5	0.03	0.12
10	1,2-二氯乙烷+苯	107-06-2/ 71-43-2	0.01	0.04
11	三氯乙烯	79-01-6	0.009	0.036
12	1,2-二氯丙烷	78-87-5	0.008	0.032
13	溴二氯甲烷	75-27-4	0.03	0.12
14	甲苯	108-88-3	0.006	0.024
15	1,1,2-三氯乙烷	79-00-5	0.02	0.08
16	四氯乙烯	127-18-4	0.02	0.08
17	二溴一氯甲烷	124-48-1	0.03	0.12
18	1,2-二溴乙烷	106-93-4	0.02	0.08
19	氯苯	108-90-7	0.005	0.02
20	1,1,1,2-四氯乙烷	79-34-5	0.02	0.08
21	乙苯	100-41-4	0.006	0.024
22	间+对-二甲苯	108-38-3/ 106-42-3	0.009	0.036
23	邻-二甲苯+苯乙烯	95-47-6/ 100-42-5	0.02	0.08
24	溴仿	75-25-2	0.03	0.12
25	1,1,2,2-四氯乙烷	79-34-5	0.02	0.08
26	1,2,3-三氯丙烷	96-18-4	0.02	0.08
27	1,3,5-三甲基苯	108-67-8	0.007	0.028
28	1,2,4-三甲基苯	95-63-6	0.008	0.032
29	1,3-二氯苯	541-73-1	0.007	0.028
30	1,4-二氯苯	106-46-7	0.008	0.032
31	1,2-二氯苯	95-50-1	0.02	0.08
32	1,2,4-三氯苯	120-82-1	0.005	0.02
33	六氯丁二烯	87-68-3	0.02	0.08
34	萘	91-20-3	0.007	0.028

附录 B
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

表B.1、表B.2中给出了方法的重复性限、再现性限和加标回收率等精密度和准确度指标。

表 B.1 方法的精密度

化合物名称	含量 (mg/kg)		实验室内相对标准 偏差 (%)		实验室间相对标准 偏差 (%)		重复性限 (mg/kg)		再现性限 (mg/kg)	
	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物
氯乙烯	0.25	0.25	1.7~9.2	2.3~8.9	8.4	9.3	0.04	0.04	0.07	0.08
	0.91	1.06	2.4~6.6	1.2~5.2	1.8	3.1	0.11	0.08	0.11	0.12
1,1-二氯乙烯	0.25	0.26	1.8~7.3	1.4~7.7	7.9	8.1	0.03	0.04	0.06	0.07
	0.85	1.07	2.7~7.0	1.4~7.0	2.8	4.2	0.12	0.11	0.13	0.16
二氯甲烷	0.21	0.24	4.1~8.1	1.2~5.6	5.3	7.5	0.03	0.02	0.04	0.05
	0.89	1.03	1.9~5.3	1.6~4.2	4.9	2.7	0.10	0.09	0.15	0.11
反-1,2-二氯乙烯	0.21	0.24	3.2~8.8	1.5~7.1	6.6	9.5	0.04	0.03	0.05	0.07
	0.81	1.02	2.0~6.3	0.7~6.4	1.7	4.0	0.09	0.09	0.09	0.14
1,1-二氯乙烷	0.23	0.24	2.8~5.4	1.2~7.2	6.9	8.1	0.03	0.03	0.05	0.06
	0.85	1.05	2.2~5.5	0.9~7.5	1.9	4.8	0.10	0.11	0.10	0.17
顺-1,2-二氯乙烯	0.196	0.233	3.3~7.9	1.8~6.6	7.3	8.3	0.035	0.02	0.05	0.06
	0.810	1.02	1.0~5.6	0.9~6.0	2.3	4.1	0.071	0.09	0.08	0.14
氯仿	0.22	0.24	3.4~7.0	1.7~6.7	6.4	8.2	0.04	0.03	0.05	0.06
	0.84	1.04	2.4~6.3	0.8~6.1	2.0	4.3	0.10	0.10	0.10	0.15
1,1,1-三氯乙烷	0.24	0.26	2.0~6.5	1.7~8.4	7.5	8.6	0.03	0.04	0.06	0.07
	0.80	1.07	2.9~8.2	1.4~8.8	3.2	5.3	0.14	0.13	0.15	0.20
四氯化碳	0.24	0.23	2.9~6.9	2.0~10.4	8.4	17.2	0.04	0.05	0.07	0.12
	0.79	1.07	2.9~9.2	1.6~8.6	3.4	4.8	0.14	0.14	0.15	0.19
1,2-二氯乙烷+苯	0.30	0.36	3.5~6.1	0.8~8.6	6.0	12.2	0.04	0.05	0.06	0.13
	1.30	1.60	1.9~6.2	2.1~5.1	2.8	3.3	0.13	0.18	0.16	0.22
三氯乙烯	0.211	0.245	3.4~7.6	1.7~8.0	6.7	8.9	0.033	0.032	0.049	0.068
	0.766	1.04	2.2~7.0	1.2~7.9	2.3	4.7	0.106	0.113	0.108	0.173
1,2-二氯丙烷	0.208	0.235	3.3~6.6	1.2~7.1	6.5	8.3	0.031	0.026	0.047	0.059
	0.832	1.04	2.6~5.4	0.7~6.8	3.4	4.7	0.097	0.109	0.119	0.169
溴二氯甲烷	0.50	0.23	2.3~7.1	1.9~6.0	7.0	8.0	0.03	0.03	0.05	0.06
	0.82	1.03	2.5~5.9	0.9~6.1	5.3	4.6	0.10	0.11	0.16	0.17
甲苯	0.084	0.105	3.5~7.7	1.2~9.7	7.5	15.4	0.014	0.017	0.022	0.048
	0.408	0.531	1.2~6.5	2.1~5.7	1.7	3.8	0.045	0.058	0.045	0.078
1,1,2-三氯乙烷	0.19	0.23	3.9~6.5	1.9~7.3	5.6	9.8	0.03	0.03	0.04	0.07
	0.82	1.03	2.9~8.4	2.6~5.4	8.7	4.1	0.14	0.12	0.24	0.16
四氯乙烯	0.22	0.25	3.9~6.9	1.5~8.3	6.8	9.3	0.03	0.03	0.05	0.07
	0.74	1.04	2.3~7.1	1.5~8.5	3.3	4.5	0.12	0.13	0.13	0.18
二溴一氯甲烷	0.18	0.23	5.6~9.1	3.2~7.8	4.8	8.2	0.04	0.03	0.04	0.06
	0.81	1.03	2.2~7.8	1.2~5.3	8.1	3.8	0.12	0.11	0.21	0.15

化合物名称	含量 (mg/kg)		实验室内相对标准偏差 (%)		实验室间相对标准偏差 (%)		重复性限 (mg/kg)		再现性限 (mg/kg)	
	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物
1,2-二溴乙烷	0.16	0.23	7.2~11.5	1.8~7.7	5.7	11.1	0.04	0.03	0.05	0.08
	0.79	0.99	2.1~7.3	1.8~4.0	9.6	2.5	0.12	0.09	0.24	0.11
氯苯	0.069	0.097	5.3~8.6	1.2~8.3	7.9	13.7	0.014	0.014	0.020	0.039
	0.389	0.511	2.2~6.3	3.0~5.7	2.1	3.6	0.041	0.063	0.044	0.077
1,1,1,2-四氯乙烷	0.18	0.20	5.8~9.2	1.4~15.6	6.7	16.9	0.04	0.04	0.05	0.10
	0.76	1.02	2.7~10.7	2.4~8.9	5.1	6.2	0.14	0.16	0.17	0.23
乙苯	0.084	0.105	3.9~7.9	1.0~8.9	6.8	15.2	0.015	0.016	0.021	0.047
	0.390	0.526	1.6~5.8	2.4~5.6	2.7	4.1	0.047	0.054	0.052	0.078
间+对-二甲苯	0.168	0.215	4.2~8.0	1.1~7.5	6.8	14.0	0.029	0.029	0.041	0.088
	0.782	1.04	2.0~6.6	1.8~5.2	2.7	4.0	0.101	0.100	0.109	0.147
邻-二甲苯+苯乙烯	0.15	0.22	6.5~10.8	1.1~9.5	10.6	11.6	0.04	0.03	0.06	0.08
	0.79	1.01	2.8~7.8	2.1~4.7	2.3	2.9	0.10	0.10	0.11	0.12
溴仿	0.16	0.24	4.4~13.2	4.6~11.8	5.2	19.5	0.04	0.06	0.05	0.14
	0.80	1.04	3.6~9.3	2.5~5.4	10.1	2.8	0.15	0.12	0.26	0.14
1,1,2,2-四氯乙烷	0.18	0.21	4.3~14.0	4.3~9.0	6.4	15.1	0.05	0.04	0.06	0.10
	0.69	0.80	4.5~10.1	4.8~13.2	11.2	4.1	0.14	0.23	0.25	0.23
1,2,3-三氯丙烷	0.17	0.22	2.8~7.5	1.4~7.2	5.2	8.4	0.03	0.03	0.04	0.06
	0.79	1.02	1.4~10.6	2.4~5.4	11.9	2.6	0.15	0.12	0.30	0.13
1,3,5-三甲苯	0.083	0.106	5.6~7.3	1.1~7.2	7.5	13.4	0.015	0.013	0.022	0.042
	0.374	0.498	2.8~7.4	2.0~6.0	3.8	4.8	0.056	0.049	0.065	0.081
1,2,4-三甲苯	0.081	0.112	5.7~8.0	1.3~10.4	8.5	13.2	0.016	0.016	0.024	0.044
	0.379	0.496	3.0~7.3	2.0~5.0	3.0	4.4	0.058	0.045	0.062	0.074
1,3-二氯苯	0.059	0.088	5.6~9.7	1.5~7.5	12.8	14.7	0.013	0.012	0.024	0.038
	0.351	0.473	4.7~7.0	3.4~6.2	2.3	4.1	0.053	0.060	0.053	0.078
1,4-二氯苯	0.055	0.084	5.3~9.3	3.2~7.6	12.6	13.2	0.013	0.013	0.023	0.033
	0.350	0.465	4.9~7.0	3.6~5.9	2.3	3.5	0.054	0.059	0.054	0.071
1,2-二氯苯	0.05	0.08	7.6~9.9	2.4~7.2	12.8	14.6	0.01	0.01	0.02	0.04
	0.34	0.47	3.6~7.0	3.1~6.4	4.6	4.2	0.05	0.06	0.06	0.08
1,2,4-三氯苯	0.106	0.168	8.5~13.7	3.0~8.6	20.1	8.5	0.032	0.032	0.066	0.050
	0.536	0.790	5.4~8.7	3.0~12.4	2.9	7.6	0.104	0.147	0.104	0.215
六氯丁二烯	0.17	0.19	7.8~14.4	5.1~10.0	9.4	7.2	0.05	0.04	0.06	0.05
	0.57	0.80	4.1~10.3	3.4~24.7	6.8	16.6	0.12	0.29	0.16	0.46
萘	0.076	0.148	8.2~12.7	5.5~10.9	18.9	12.4	0.022	0.033	0.045	0.059
	0.507	0.779	6.9~11.7	2.5~6.6	15.1	4.0	0.123	0.100	0.242	0.126

表 B.2 方法的准确度

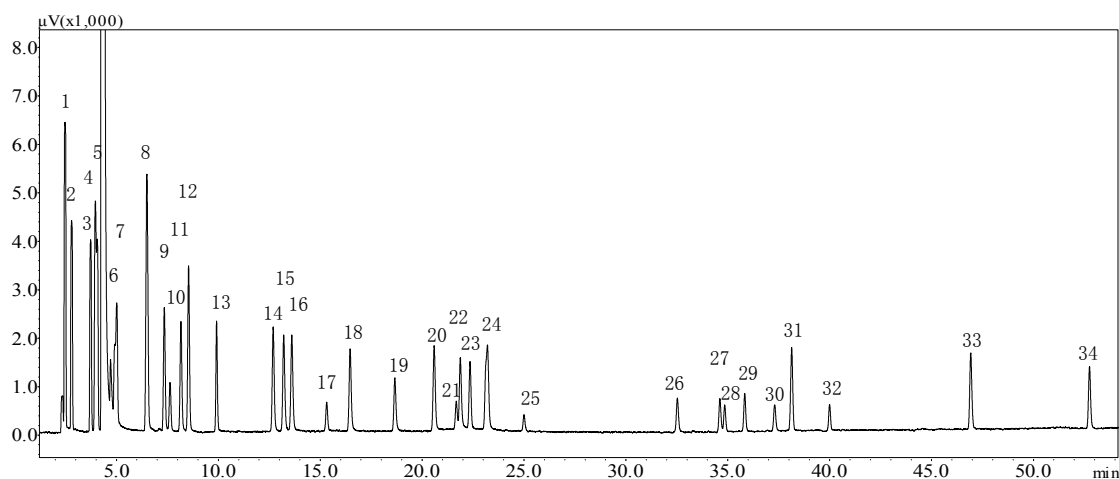
化合物名称	含量 (mg/kg)		P (%)		$S_{\bar{P}}$ (%)		加标回收率 (%) $P \pm 2S_{\bar{P}}$	
	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物
氯乙烯	0.25	0.25	101	101	8.5	9.4	101±16.9	101±18.8
	0.91	1.06	90.6	106	1.7	3.3	90.6±3.31	106±6.66
1,1-二氯乙烯	0.25	0.26	98.6	102	7.8	8.4	98.6±15.5	102±16.7
	0.85	1.07	84.6	107	2.3	4.5	84.6±4.68	107±8.91
二氯甲烷	0.21	0.24	85.5	95.3	4.5	7.2	85.5±9.06	95.3±14.3
	0.89	1.03	89.1	103	4.4	2.8	89.1±8.73	103±5.61
反-1,2-二氯乙烯	0.21	0.24	85.6	95.6	5.7	9.1	85.6±11.3	95.6±18.2
	0.81	1.02	82.4	102	1.4	4.0	82.4±2.81	102±8.08
1,1-二氯乙烷	0.23	0.24	92.7	97.1	6.4	7.9	92.7±12.8	97.1±15.8
	0.85	1.05	85.2	105	1.6	5.1	85.2±3.20	105±10.1
顺-1,2-二氯乙烯	0.196	0.233	78.4	93.3	5.7	7.8	78.4±11.4	93.3±15.6
	0.810	1.02	81.0	102	1.8	4.2	81.0±3.69	102±8.37
氯仿	0.22	0.24	87.2	95.8	5.6	7.9	87.2±11.2	95.8±15.8
	0.84	1.04	84.0	104	1.7	4.4	84.0±3.40	104±8.87
1,1,1-三氯乙烷	0.24	0.26	95.4	103	7.1	8.9	95.4±14.2	103±17.7
	0.80	1.07	80.2	107	2.6	5.7	80.2±5.10	107±11.3
四氯化碳	0.24	0.23	97.7	91.1	8.3	15.7	97.7±16.5	91.1±31.4
	0.79	1.07	78.9	107	2.7	5.1	78.9±5.33	107±10.2
1,2-二氯乙烷+苯	0.30	0.36	85.9	102	5.2	12.2	85.9±10.3	102±24.3
	1.30	1.60	86.6	106	2.4	3.5	86.6±4.87	106±6.97
三氯乙烯	0.211	0.245	84.5	98.1	5.7	8.7	84.5±11.3	98.1±17.4
	0.766	1.04	76.6	104	1.8	4.9	76.6±3.52	104±9.86
1,2-二氯丙烷	0.208	0.235	83.3	93.8	5.5	7.8	83.3±10.9	93.8±15.6
	0.832	1.04	83.2	104	2.8	4.9	83.2±5.68	104±9.80
溴二氯甲烷	0.50	0.23	77.9	92.3	5.5	7.4	77.9±11.0	92.3±14.7
	0.82	1.03	82.1	103	4.4	4.8	82.1±8.76	103±9.62
甲苯	0.084	0.105	83.9	105	6.3	16.1	83.9±12.6	105±32.2
	0.408	0.531	81.6	106	1.4	4.1	81.6±2.83	106±8.13
1,1,2-三氯乙烷	0.19	0.23	75.0	92.3	4.2	9.1	75.0±8.40	92.3±18.1
	0.82	1.03	82.3	103	7.2	4.3	82.3±14.3	103±8.50
四氯乙烯	0.22	0.25	86.8	99.4	6.0	9.3	86.8±11.9	99.4±18.5
	0.74	1.04	73.8	104	2.0	4.6	73.8±4.00	104±9.23
二溴一氯甲烷	0.18	0.23	72.0	93.5	3.5	7.7	72.0±6.92	93.5±15.4
	0.81	1.03	80.5	103	6.6	4.0	80.5±13.1	103±7.90
1,2-二溴乙烷	0.16	0.23	64.9	91.4	3.7	10.2	64.9±7.42	91.4±20.3
	0.79	0.99	79.2	99.4	7.6	2.4	79.2±15.2	99.4±4.88
氯苯	0.069	0.097	69.3	97.4	5.5	13.3	69.3±11.0	97.4±26.6
	0.389	0.511	77.8	102	1.6	3.7	77.8±3.29	102±7.30

化合物名称	含量 (mg/kg)		P (%)		$S_{\bar{p}}$ (%)		加标回收率 (%) $P \pm 2S_{\bar{p}}$	
	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物	土壤	沉积物
1,1,1,2-四氯 乙烷	0.18	0.20	71.7	80.1	4.8	13.5	71.7±9.63	80.1±27.0
	0.76	1.02	76.5	102	3.9	6.4	76.5±7.81	102±12.8
乙 苯	0.084	0.105	84.4	105	5.8	15.9	84.4±11.5	105±31.8
	0.390	0.526	78.0	105	2.1	4.3	78.0±4.22	105±8.67
间+对-二甲 苯	0.168	0.215	83.8	107	5.7	15.1	83.8±11.3	107±30.1
	0.782	1.04	78.2	104	2.1	4.1	78.2±4.26	104±8.25
邻-二甲苯+苯 乙烯	0.15	0.22	73.9	111	7.9	13.0	73.9±15.7	111±25.9
	0.79	1.01	79.0	101	1.8	2.9	79.0±3.57	101±5.83
溴 仿	0.16	0.24	65.3	96.9	3.4	18.9	65.3±6.85	96.9±37.7
	0.80	1.04	79.6	104	8.0	2.9	79.6±16.0	104±5.77
1,1,2,2-四氯 乙烷	0.18	0.21	70.4	83.3	4.5	12.6	70.4±9.02	83.3±25.1
	0.69	0.80	68.7	89.9	7.7	3.7	68.7±15.4	89.9±7.32
1,2,3-三氯丙 烷	0.17	0.22	67.0	90.1	3.5	7.6	67.0±7.04	90.1±15.2
	0.79	1.02	78.6	102	9.4	2.6	78.6±18.7	102±5.27
1,3,5-三甲基 苯	0.083	0.106	82.9	106	6.3	14.2	82.9±12.5	106±28.4
	0.374	0.498	74.9	99.5	2.8	4.8	74.9±5.69	99.5±9.63
1,2,4-三甲基 苯	0.081	0.112	80.8	112	6.9	14.8	80.8±13.7	112±29.5
	0.379	0.496	75.8	99.1	2.3	4.4	75.8±4.51	99.1±8.70
1,3-二氯苯	0.059	0.088	58.9	87.7	7.5	12.9	58.9±15.0	87.7±25.8
	0.351	0.473	70.1	94.6	1.6	3.9	70.1±3.18	94.6±7.77
1,4-二氯苯	0.055	0.084	55.4	84.4	7.0	11.1	55.4±14.0	84.4±22.2
	0.350	0.465	70.0	93.0	1.6	3.2	70.0±3.21	93.0±6.46
1,2-二氯苯	0.05	0.08	51.7	85.1	6.7	12.4	51.7±13.3	85.1±24.8
	0.34	0.47	67.8	94.1	3.1	3.9	67.8±6.25	94.1±7.82
1,2,4-三氯苯	0.106	0.168	42.4	67.2	8.6	5.8	42.4±17.1	67.2±11.5
	0.536	0.790	53.6	79.0	1.5	6.0	53.6±3.09	79.0±12.0
六氯丁二烯	0.17	0.19	68.3	75.3	6.5	5.5	68.3±12.9	75.3±10.9
	0.57	0.80	58.6	80.0	4.0	13.3	58.6±7.93	80.0±26.6
萘	0.076	0.148	30.4	59.1	5.7	7.3	30.4±11.4	59.1±14.6
	0.507	0.779	50.7	77.9	7.7	3.1	50.7±15.3	77.9±6.26

附录 C
(资料性附录)

聚乙二醇-20M 色谱柱分析目标物的色谱图

37 种挥发性有机物在聚乙二醇-20 M (30 m × 0.32 mm , 膜厚 0.25 μm) 毛细柱上的色谱图见图 C.1。



1-氯乙烯; 2-顺-1,2-二氯乙烯+1,1-二氯乙烯; 3-反-1,2-二氯乙烯; 4-四氯化碳+1,1,1-三氯乙烷; 5-1,1-二氯乙烷; 6-二氯甲烷; 7-苯,8-三氯乙烯; 9-四氯乙烯; 10-氯仿; 11-甲苯; 12-1,2-二氯丙烷; 13-1,2-二氯乙烷; 14-乙苯; 15-对-二甲苯; 16-间-二甲苯; 17-溴二氯甲烷; 18-邻-二甲苯; 19-氯苯; 20-1,3,5-三甲基苯; 21-1,2-二溴乙烷; 22-苯乙烯; 23-1,1,1,2-四氯乙烷; 24-1,2,4-三甲基苯+1,1,2-三氯乙烷; 25-二溴一氯甲烷; 26-1,3-二氯苯; 27-1,4-二氯苯; 28-溴仿; 29-1,2,3-三氯丙烷; 30-1,2-二氯苯; 31-六氯丁二烯; 32-1,1,2,2-四氯乙烷; 33-1,2,4-三氯苯; 34-萘。

图 C.1 聚乙二醇-20M 毛细柱分析 37 种挥发性有机物色谱图