

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 759-2015

环境空气 挥发性有机物的测定 罐采样/气相色谱-质谱法

Ambient air-Determination of volatile organic compounds- Collected by
specially-prepared canisters and analyzed by gas chromatography/mass spectrometry

(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。

2015-10-22 发布

2015-12-01 实施

环 境 保 护 部 发布

北京豫维科技有限公司 联系人：水先生 电话：18911849923

网址：www.yuweichina.com Email：water1102@163.com

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.....	6
9 精密度和准确度.....	7
10 质量保证和质量控制.....	7
11 注意事项.....	8
附录 A（规范性附录）方法检出限和测定下限.....	9
附录 B（资料性附录）方法精密度和准确度.....	11
附录 C（资料性附录）内标物与目标化合物的对应关系.....	27
附录 D（资料性附录）挥发性有机物总离子流图.....	29

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国大气污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范环境空气中挥发性有机物的监测方法，制定本标准。

本标准规定了测定环境空气中挥发性有机物的罐采样/气相色谱-质谱方法。

本标准首次发布。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B~附录 D 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：江苏省环境监测中心。

本标准验证单位：苏州市环境监测中心站、常州市环境监测中心站、泰州市环境监测中心站、无锡市环境监测中心站、镇江市环境监测中心站、呼伦贝尔市环境监测站。

本标准环境保护部 2015 年 10 月 22 日批准。

本标准自 2015 年 12 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

环境空气 挥发性有机物的测定

罐采样/气相色谱-质谱法

警告：实验中所使用标准品为易挥发的有毒化学品，应在通风条件下使用，操作应按规定要求佩戴防护器具，避免吸入或接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定环境空气中挥发性有机物的罐采样/气相色谱-质谱法。

本标准适用于环境空气中丙烯等 67 种挥发性有机物的测定。其它挥发性有机物如果通过方法适用性验证，也可采用本标准测定。

当取样量为 400 ml 时，全扫描模式下，本方法的检出限为 $0.2 \mu\text{g}/\text{m}^3 \sim 2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ，测定下限为 $0.8 \mu\text{g}/\text{m}^3 \sim 8.0 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。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。

HJ/T 194 环境空气质量手工监测技术规范

3 方法原理

用内壁惰性化处理的不锈钢罐采集环境空气样品，经冷阱浓缩、热解析后，进入气相色谱分离，用质谱检测器进行检测。通过与标准物质质谱图和保留时间比较定性，内标法定量。

4 试剂和材料

4.1 标准气：浓度为 $1 \mu\text{mol}/\text{mol}$ 。高压钢瓶保存，钢瓶压力不低于 1.0 MPa，可保存 1 年（或参见标气证书的相关说明）。可根据实际工作需要，购买有证标准气体或在有资质单位定制合适的混合标准气体。

4.2 标准使用气：使用气体稀释装置（5.6），将标准气（4.1），用高纯氮气（4.8）稀释至 $10 \text{ nmol}/\text{mol}$ 浓度，可保存 20 d。

4.3 内标标准气（有证标准物质）：组分为：一溴一氯甲烷、1,2-二氟苯、氯苯-d5。浓度为 $1 \mu\text{mol}/\text{mol}$ 。高压钢瓶保存，钢瓶压力不低于 1.0 MPa。可保存 1 年（或参见标气证书的相关说明）。本标准推荐使用上述 1~3 种内标物，也可采用其他物质作为内标物。

- 4.4 内标标准使用气：使用气体稀释装置（5.6），将内标标准气（4.3），用高纯氮气（4.8）稀释至 100 nmol/mol 浓度，可保存 20 d。
- 4.5 4-溴氟苯标准气：浓度为 1 $\mu\text{mol/mol}$ ，与内标标准气（4.3）混合在一起，高压钢瓶保存，钢瓶压力不低于 1.0 MPa，可保存 1 年（或参见标气证书的相关说明）。
- 4.6 4-溴氟苯标准使用气体：使用气体稀释装置（5.6），将 4-溴氟苯标准气体（4.5），用高纯氮气（4.8）稀释至 100 nmol/mol 浓度，可保存 20 d。
- 4.7 氦气： $\geq 99.999\%$ 。
- 4.8 高纯氮气： $\geq 99.999\%$ ，带除烃装置。
- 4.9 高纯空气： $\geq 99.999\%$ ，带除烃装置。
- 4.10 液氮。

5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱-质谱联用仪：气相部分具有电子流量控制器，柱温箱具有程序升温功能，可配备柱温箱冷却装置。质谱部分具有 70 eV 电子轰击(EI)离子源，有全扫描/选择离子(SIM)扫描、自动/手动调谐、谱库检索等功能。
- 5.2 毛细管色谱柱，60 m \times 0.25 mm，1.4 μm 膜厚（6%腈丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷固定液），或其他等效毛细管色谱柱。
- 5.3 气体冷阱浓缩仪：具有自动定量取样及自动添加标准气体、内标的功能。至少具有二级冷阱：其中第一级冷阱能冷却到-180 $^{\circ}\text{C}$ ，第二级冷阱能冷却到-50 $^{\circ}\text{C}$ ；若具有冷冻聚焦功能的第三级冷阱（能冷却到-180 $^{\circ}\text{C}$ ），效果更好。气体浓缩仪与气相色谱-质谱联用仪连接管路均使用惰性化材质，并能在 50 $^{\circ}\text{C}$ ~150 $^{\circ}\text{C}$ 范围加热。
- 5.4 浓缩仪自动进样器：可实现采样罐样品自动进样。
- 5.5 罐清洗装置：能将采样罐抽至真空（ $< 10 \text{ Pa}$ ），具有加温、加湿、加压清洗功能。
- 5.6 气体稀释装置：最大稀释倍数可达 1000 倍。
- 5.7 采样罐：内壁惰性化处理的不锈钢采样罐，容积 3L、6 L 等规格。耐压值 $> 241 \text{ kPa}$ 。
- 5.8 液氮罐：不锈钢材质，容积为 100 L~200 L。
- 5.9 流量控制器：与采样罐配套使用，使用前用标准流量计校准。
- 5.10 校准流量计：在 0.5 ml/min~10.0 ml/min 或 10 ml/min~500 ml/min 范围精确测定流量。
- 5.11 真空压力表：精度要求 $\leq 7 \text{ kPa}$ (1 psi),压力范围：-101 kPa~202 kPa。
- 5.12 过滤器：孔径 $\leq 10 \mu\text{m}$ 。

6 样品

6.1 采样前准备

罐清洗：使用罐清洗装置（5.5）对采样罐进行清洗，清洗过程可按罐清洗装置说明书进行操作。清洗过程中可对采样罐进行加湿，降低罐体活性吸附。必要时可对采样罐在 50 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 进行加温清洗。

清洗完毕后，将采样罐抽至真空（<10 Pa），待用。

每清洗 20 只采样罐应至少取一只罐注入高纯氮气分析，确定清洗过程是否清洁。每个被测高浓度样品的真空罐在清洗后，在下次使用前均应进行本底污染的分析。

6.2 样品采集

样品采集可采用瞬时采样和恒定流量采样两种方式。采样需加装过滤器（5.12），以去除空气中的颗粒物。

瞬时采样：将清洗后并抽成真空的采样罐（5.7）带至采样点，安装过滤器（5.12）后，打开采样罐阀门，开始采样。待罐内压力与采样点大气压力一致后，关闭阀门，用密封帽密封。记录采样时间、地点、温度、湿度、大气压，具体参见 HJ/T 194。

恒定流量采样：将清洗后并抽成真空的采样罐（5.7），带至采样点，安装流量控制器（5.9）和过滤器（5.12）后，打开采样罐阀门，开始恒流采样，在设定的恒定流量所对应的采样时间达到后，关闭阀门，用密封帽密封。记录采样时间、地点、温度、湿度、大气压，具体参见 HJ/T 194。采样罐（5.7）容积为 3.2 L 和 6 L 时，不同恒定流量对应的采样时间见表 1。

表 1 不同恒定流量对应的采样时间

3.2 L		6 L	
采样流量 (ml/min)	对应采样时间	采样流量 (ml/min)	对应采样时间
48 ml/min	1 小时	90 ml/min	1 小时
6.2 ml/min	8 小时	12 ml/min	8 小时
2.1 ml/min	24 小时	3.8 ml/min	24 小时

6.3 样品保存

样品在常温下保存，采样后尽快分析，20 天内分析完毕。

6.4 样品制备

实际样品分析前，须使用真空压力表（5.11）测定罐内压力。若罐压力小于 83 kPa，必须用高纯氮气加压至 101 kPa，并按式（1）计算稀释倍数。

$$f = \frac{Y_a}{X_a} \quad (1)$$

式中：f — 稀释倍数，无量纲；

X_a — 稀释前的罐压力，kPa；

Y_a — 稀释后的罐压力，kPa。

6.5 空白制备

6.5.1 实验室空白

将预先清洗好并抽至真空的采样罐（5.7）连在气体稀释装置（5.6）上，打开高纯氮气（4.8）或高纯空气（4.9）阀门。待采样罐压力达到预设值（一般为 101 kPa）后，关闭采样罐阀门以及钢瓶气阀门。

6.5.2 运输空白

将高纯氮气（4.8）或者高纯空气（4.9）注入预先清洗好并抽至真空的采样罐（5.7）带至采样现场，与同批次采集样品后的采样罐（5.7）一起送回实验室分析。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 冷阱浓缩仪参考条件

取样体积 400 ml（根据样品中目标化合物浓度，取样体积可在 50 ml~1000 ml 范围调整）。

一级冷阱：捕集温度：-150 °C；捕集流速：100 ml/min；解析温度：10 °C；阀温：100 °C；烘烤温度：150 °C；烘烤时间：15 min。

二级冷阱：捕集温度：-15 °C；捕集流速：10 ml/min；捕集时间：5 min；解析温度：180 °C；解析时间：3.5 min；烘烤温度：190 °C；烘烤时间：15 min。

三级聚焦：聚焦温度：-160 °C；解析时间：2.5 min；烘烤温度：200 °C；烘烤时间：5 min。

传输线温度：120 °C。

7.1.2 气相色谱参考分析条件：

程序升温：初始温度 35 °C，保持 5 min 后以 5 °C/min 速度升温至 150 °C，保持 7 min 后以 10 °C/min 速度升温至 200 °C，保持 4 min。

进样口温度：140 °C。

溶剂延迟时间：5.6 min。

载气流速：1.0 ml/min。

7.1.3 质谱参考分析条件

接口温度：250 °C。

离子源温度：230 °C。

扫描方式：EI（全扫描）或选择离子扫描（SIM）。

扫描范围：35 amu~300 amu。

注：不同型号仪器的最佳工作条件不同，应按照仪器使用说明书进行操作。本标准给出了仪器参考条件。

7.2 仪器性能检查

在分析样品前，需要检查 GC/MS 仪器性能。将 4-溴氟苯标准使用气体（4.6）经大气浓缩仪进样 50.0 ml。得到的 BFB 关键离子丰度必须符合表 2 中的标准。

表 2 4-溴氟苯关键离子丰度标准

质量	离子丰度标准	质量	离子丰度标准
50	质量 95 的 8%~40%	174	质量 95 的 50%~120%
75	质量 95 的 30%~66%	175	质量 174 的 4%~9%
95	基峰，100%相对丰度	176	质量 174 的 93%~101%

96	质量 95 的 5%~9%	177	质量 176 的 5%~9%
173	小于质量 174 的 2%		

7.3 校准

7.3.1 标准使用气体配制

标准使用气体浓度为 10 nmol/mol：将标准气（4.1）的钢瓶及高纯氮气（4.8）钢瓶与气体稀释装置（5.6）连接，设定稀释倍数，打开钢瓶阀门调好两种气体的流速，待流速稳定后取预先清洗好并抽好真空的采样罐（5.7）连在气体稀释装置（5.6）上，打开采样罐阀门开始配制。待罐压达到预设值（一般为 172 kPa）后，关闭采样罐阀门以及钢瓶气阀门。

7.3.2 内标使用气配制

内标使用气体浓度为 100 nmol/mol。将内标标准气（4.3）按 7.3.1 步骤配制而成。

7.3.3 绘制校准曲线

分别抽取 50.0 ml、100 ml、200 ml、400 ml、600 ml、800 ml 标准使用气（4.2），同时加入 50.0 ml 内标标准使用气（4.4），配制目标物浓度分别为 1.25 nmol/mol、2.5 nmol/mol、5.0 nmol/mol、10.0 nmol/mol、15.0 nmol/mol、20.0 nmol/mol（可根据实际样品情况调整）的标准系列，内标物浓度为 12.5 nmol/mol。按照仪器参考条件，依次从低浓度到高浓度进行测定。按照公式（2）计算目标物的相对响应因子（RRF），按公式（3）计算目标物全部标准浓度点的平均相对响应因子（ \overline{RRF} ）。

$$RRF = \frac{A_x}{A_{is}} \times \frac{\varphi_{is}}{\varphi_x} \quad (2)$$

式中： RRF —目标物的相对响应因子，无量纲；

A_x —目标化合物定量离子峰面积；

A_{is} —内标化合物定量离子峰面积；

φ_{is} —内标化合物的摩尔分数，nmol/mol；

φ_x —目标化合物的摩尔分数，nmol/mol。

$$\overline{RRF} = \frac{\sum_i^n RRF_i}{n} \quad (3)$$

式中： \overline{RRF} —目标物的平均相对响应因子，无量纲；

RRF_i —标准系列中第 i 点目标物的相对响应因子，无量纲；

n —标准系列点数。

7.3.4 总离子流图（TIC）

目标化合物总离子流图参见附录 D。

7.4 样品测定

将制备好的样品（6.4）连接至气体冷阱浓缩仪（5.3），取 400 ml 样品浓缩分析，同时加入 50.0 ml 内标标准使用气（4.4），按照仪器参考条件（7.1）进行测定。

7.5 空白样品测定

按照与样品测定相同的操作步骤进行实验室空白（6.5.1）和运输空白（6.5.2）的测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

以全扫描方式进行测定，以样品中目标物的相对保留时间、辅助定性离子和定量离子间的丰度比与标准中目标物对比来定性。样品中目标化合物的相对保留时间与校准系列中该化合物的相对保留时间的偏差应在±3.0%内。样品中目标化合物的辅助定性离子和定量离子峰面积比（ $Q_{\text{样品}}$ ）与标准系列目标化合物的辅助定性离子和定量离子峰面积比（ $Q_{\text{标准}}$ ）的相对偏差控制在±30%以内。

按公式（4）计算相对保留时间 RRT

$$RRT = \frac{RT_c}{RT_{is}} \quad (4)$$

式中：RRT ——目标化合物相对保留时间，无量纲；

RT_c ——目标化合物的保留时间，min；

RT_{is} ——内标物的保留时间，min。

按公式（5）计算平均相对保留时间（ \overline{RRT} ）：标准系列中同一目标化合物的相对保留时间平均值。

$$\overline{RRT} = \frac{\sum_i^n RRT_i}{n} \quad (5)$$

式中： \overline{RRT} ——目标物的平均相对保留时间，无量纲；

RRT_i ——标准系列中第*i*点目标物的相对保留时间，无量纲；

n ——标准系列点数。

按公式（6）计算辅助定性离子和定量离子峰面积比

$$Q = \frac{A_q}{A_t} \quad (6)$$

式中：Q ——辅助定性离子和定量离子峰面积比；

A_t ——定量离子峰面积；

A_q ——辅助定性离子峰面积。

8.2 定量分析

采用平均相对响应因子进行定量计算，目标物的定量离子以及各个目标物与内标物的对应关系参照附录 C。样品中目标物的含量（ $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ）按照公式（7）进行计算。

$$\rho = \frac{A_x}{A_{is}} \times \frac{\varphi_{is}}{RRF} \times \frac{M}{22.4} \times f \quad (7)$$

式中： ρ ——样品中目标物的浓度， $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ；

A_x ——样品中目标物的定量离子峰面积；

A_{is} ——样品中内标物的定量离子峰面积；

φ_{i_s} —样品中内标物的摩尔分数，nmol/mol；

\overline{RRF} —目标物的平均相对响应因子，无量纲；

f —稀释倍数，无量纲；

M —目标物的摩尔质量，g/mol，见附录 C；

22.4 —标态状态下（273.15 K，101.325 kPa 下）气体的摩尔体积，L/mol。

8.3 结果表示

当测定结果小于 100 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 时，保留小数点后一位；当测定结果大于等于 100 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 时，保留 3 位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

6 家实验室分别对 0.5 nmol/mol、2.5 nmol/mol、5.0 nmol/mol、20.0 nmol/mol 四个浓度统一样品进行了 6 次重复测定，实验室内相对标准偏差分别为：1.2%~13.1%，0.6%~9.6%，0.6%~8.6%，0.5%~7.7%；实验室间相对标准偏差分别为：2.4%~14.0%，4.0%~12.9%，1.7%~8.9%，1.3%~9.7%；重复性限分别为：0.13 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ~0.90 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，0.71 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ~3.29 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，0.52 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ~3.31 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，1.60 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ~18.1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ；再现性限分别为：0.26 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ~1.49 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，1.32 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ~6.18 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，0.95 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ~9.28 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，6.03 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ~24.2 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。详见附录 B。

9.2 准确度

6 家实验室分别对加标量 2.5 nmol/mol、5.0 nmol/mol、20.0 nmol/mol 环境空气样品重复进行 6 次加标回收率测定，加标回收率分别为：76.1%~105%，81.7%~110%，80.6%~109%。详见附录 B。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白

运输空白、实验室空白中目标物的浓度均应低于方法测定下限。否则应查找原因，并采取相应措施，消除干扰或污染。

10.1.1 实验室空白

以清洁采样罐中注入高纯氮气作为实验室空白，每批样品分析前必须进行实验室空白测试。

10.1.2 运输空白

每批样品至少分析一个运输空白。先将高纯氮气（4.8）或者高纯空气（4.9）注入真空的清洁采样罐，并带至采样现场。经过与样品相同的处理过程（包括现场暴露、运输、存放与实验室分析）和步骤。

10.2 平行样品的测定

每 10 个样品或每批次（少于 10 个样品/批）分析一个平行样。平行样中目标物的相对偏差应小于等于 30%，否则查找原因并重新分析。

10.3 内标物

样品中内标的保留时间与当天连续校准或者最近绘制的校准曲线中内标保留时间偏差应不超过 20 s，定量离子峰面积变化应在 60%~140%之间。

10.4 校准曲线

校准曲线至少需要 5 个浓度点，目标物相对响应因子的相对标准偏差（RSD）应小于等于 30%，否则应查找原因并重新绘制标准曲线。

10.5 连续校准

每 24 h 分析一次校准曲线中间浓度点或者次高点。其测定结果与初始浓度值相对偏差应小于等于 30%，否则应查找原因或重新绘制标准曲线。

11 注意事项

11.1 实验环境应远离有机溶剂，降低、消除有机溶剂和其它挥发性有机物的本底干扰。

11.2 进样系统、冷阱浓缩系统中气路连接材料挥发出的挥发性有机物会对分析造成干扰。适当升高、延长烘烤时间，将干扰降至最低。

11.3 所有样品经过的管路和接头均需进行惰性化处理，并保温以消除样品吸附、冷凝和交叉污染。

11.4 易挥发性有机物（尤其是二氯甲烷和氟碳化合物）在运输保存过程中可能会经阀门等部件扩散进入采样罐中污染样品。样品采集结束后，须确认阀门完全关闭，并用密封帽密封采样罐采样口，隔绝外界气体，可有效降低此类干扰。

11.5 分析高浓度样品后，须增加空白分析，如发现分析系统有残留，可启用气体冷阱浓缩仪的烘烤程序，去除残留。

附录 A
 (规范性附录)
 方法检出限和测定下限

当取样量为400 ml时，全扫描模式下，方法检出限和测定下限见表A。

表 A 方法检出限和测定下限

序号	目标化合物	检出限 (µg/m ³)	测定下限 (µg/m ³)
1	丙烯	0.2	0.8
2	二氟二氯甲烷	0.5	2.0
3	1,1,2,2-四氟-1,2-二氯乙烷	0.6	2.4
4	一氯甲烷	0.3	1.2
5	氯乙烯	0.3	1.2
6	丁二烯	0.3	1.2
7	甲硫醇	0.3	1.2
8	一溴甲烷	0.5	2.0
9	氯乙烷	0.9	3.6
10	一氟三氯甲烷	0.7	2.8
11	丙烯醛	0.5	2.0
12	1,2,2-三氟-1,1,2-三氯乙烷	0.7	2.8
13	1,1-二氯乙烯	0.5	2.0
14	丙酮	0.7	2.8
15	甲硫醚	0.5	2.0
16	异丙醇	0.6	2.4
17	二硫化碳	0.4	1.2
18	二氯甲烷	0.5	2.0
19	顺 1,2-二氯乙烯	0.5	2.0
20	2-甲氧基-甲基丙烷	0.5	2.0
21	正己烷	0.3	1.2
22	亚乙基二氯 (1,1-二氯乙烷)	0.7	2.8
23	乙酸乙烯酯	0.5	2.0
24	2-丁酮	0.5	2.0
25	反 1,2-二氯乙烯	0.8	3.2
26	乙酸乙酯	0.6	2.4
27	四氢呋喃	0.7	2.8
28	氯仿	0.5	2.0
29	1,1,1-三氯乙烷	0.5	2.0
30	环己烷	0.6	2.4
31	四氯化碳	0.6	2.4

表 A(续)

序号	目标化合物	检出限 (µg/m ³)	测定下限 (µg/m ³)
32	苯	0.3	1.2
33	1,2-二氯乙烷	0.7	2.8
34	正庚烷	0.4	1.6
35	三氯乙烯	0.6	2.4
36	1,2-二氯丙烷	0.6	2.4
37	甲基丙烯酸甲酯	0.5	2.0
38	1,4-二恶烷	0.5	2.0
39	一溴二氯甲烷	0.6	2.4
40	顺式-1,3-二氯-1-丙烯	0.6	2.4
41	二甲二硫醚	0.6	2.4
42	4-甲基-2-戊酮	0.6	2.4
43	甲苯	0.5	2.0
44	反式-1,3-二氯-1-丙烯	0.5	2.0
45	1,1,2-三氯乙烷	0.5	2.0
46	四氯乙烯	1	4.0
47	2-己酮	0.9	3.6
48	二溴一氯甲烷	0.7	2.8
49	1,2-二溴乙烷	2	8.0
50	氯苯	0.7	2.8
51	乙苯	0.6	2.4
52/53	间/对二甲苯	0.6	2.4
54	邻二甲苯	0.6	2.4
55	苯乙烯	0.6	2.4
56	三溴甲烷	0.9	3.6
57	四氯乙烷	1	4.0
58	4-乙基甲苯	0.9	3.6
59	1,3,5-三甲苯	1	4.0
60	1,2,4-三甲苯	0.7	2.8
61	1,3-二氯苯	0.5	2.0
62	1,4-二氯苯	0.7	2.8
63	氯代甲苯	0.7	2.8
64	1,2-二氯苯	2	8.0
65	1,2,4-三氯苯	1	4.0
66	1,1,2,3,4,4-六氯-1,3-丁二烯	2	8.0
67	萘	0.7	2.8

附录 B
 (资料性附录)
 方法精密度和准确度

表B.1中给出了方法精密度、重复性和再现性指标。表B.2中给出了方法准确度指标。

表 B.1 方法精密度、重复性和再现性

序号	化合物名称	加标浓度 (nmol/mol)	总平均值 (nmol/mol)	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 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	再现性限 R ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
1	丙烯	0.5	0.5	2.5~7.4	9.4	0.2	0.3
		2.5	2.4	2.5~9.6	7.9	1.0	1.4
		5.0	5.1	1.7~4.0	7.2	0.8	2.1
		20.0	19.8	1.0~5.7	7.3	3.1	8.2
2	二氟二氯甲烷	0.5	0.5	1.9~4.8	4.8	0.3	0.4
		2.5	2.6	4.0~7.1	4.8	2.2	2.7
		5.0	4.7	1.5~2.2	4.7	1.4	3.6
		20.0	19.0	0.5~4.0	2.7	6.8	9.9
3	1,1,2,2-四氟-1,2-二氯乙烷	0.5	0.4	3.0~5.5	7.3	0.4	0.8
		2.5	2.7	3.6~6.0	4.9	2.8	3.8
		5.0	4.5	1.2~2.2	4.9	1.6	4.9
		20.0	18.3	0.8~2.1	5.7	9.6	23.7
4	一氯甲烷	0.5	0.5	1.9~6.0	8.6	0.2	0.3
		2.5	2.7	2.4~5.8	8.7	0.8	1.7
		5.0	4.8	1.7~6.6	5.3	0.9	1.8
		20.0	18.9	1.2~1.4	7.2	1.6	8.7
5	氯乙烯	0.5	0.5	4.5~5.6	6.2	0.2	0.3
		2.5	2.8	3.0~5.4	8.5	1.0	2.1
		5.0	4.8	1.7~4.3	4.5	1.6	2.2
		20.0	19.3	0.7~3.4	5.5	3.0	8.6

表 B.1 (续一)

序号	化合物名称	加标浓度 (nmol/mol)	总平均值 (nmol/mol)	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 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	再现性限 R ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
6	丁二烯	0.5	0.5	2.5~5.8	7.3	0.2	0.3
		2.5	2.8	1.8~5.8	9.1	0.9	1.9
		5.0	4.8	1.8~4.7	4.8	1.0	1.8
		20.0	19.3	0.9~5.5	4.3	3.6	6.5
7	甲硫醇	0.5	0.5	4.2~7.8	9.5	0.2	0.4
		2.5	2.5	1.9~5.6	9.7	0.8	1.6
		5.0	4.9	0.9~4.9	6.6	0.9	2.1
		20.0	19.5	0.8~5.3	4.6	3.1	6.1
8	一溴甲烷	0.5	0.5	3.9~6.7	9.4	0.3	0.6
		2.5	2.4	1.8~5.4	10.1	1.3	3.1
		5.0	4.9	1.2~3.4	2.5	1.6	2.1
		20.0	19.5	0.6~3.6	4.3	5.5	11.0
9	氯乙烷	0.5	0.5	2.9~8.4	8.1	0.3	0.4
		2.5	2.8	0.6~5.1	10.1	0.9	2.4
		5.0	4.9	0.6~3.0	3.5	0.9	1.6
		20.0	19.7	0.8~6.0	3.0	4.5	6.3
10	一氟三氯甲烷	0.5	0.5	2.7~5.5	5.9	0.4	0.6
		2.5	2.4	1.1~5.3	6.4	1.6	3.1
		5.0	4.7	1.4~3.6	3.6	2.2	3.6
		20.0	20.2	1.5~2.7	5.6	6.8	20.3
11	丙烯醛	0.5	0.5	5.1~11.6	11.2	0.3	0.5
		2.5	2.5	2.0~6.9	8.5	0.9	1.7
		5.0	4.7	4.5~7.8	8.9	1.9	3.5
		20.0	18.9	1.3~7.1	9.7	6.3	14.1
12	1,2,2-三氟-1,1,2-三氯乙烷	0.5	0.5	3.1~5.3	4.6	0.5	0.7
		2.5	2.5	1.2~5.1	6.6	2.2	4.3
		5.0	4.7	0.6~4.5	4.3	2.6	5.3
		20.0	17.8	0.8~3.9	3.3	8.0	15.4

表 B.1 (续二)

序号	化合物名称	加标浓度 (nmol/mol)	总平均值 (nmol/mol)	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 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	再现性限 R ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
13	1,1-二氯乙烷	0.5	0.5	3.3~7.4	6.5	0.3	0.5
		2.5	2.5	1.6~6.0	12.9	1.4	4.2
		5.0	4.6	0.7~7.2	5.9	2.0	3.7
		20.0	18.2	3.6~7.7	4.7	13.9	16.3
14	丙酮	0.5	0.5	4.1~9.7	10.0	0.24	0.4
		2.5	2.5	2.1~5.7	11.3	0.8	2.2
		5.0	4.7	2.1~7.0	8.0	1.8	3.2
		20.0	20.7	1.1~6.4	9.0	5.9	14.5
15	甲硫醚	0.5	0.5	5.4~10.1	8.0	0.3	0.4
		2.5	2.4	1.3~8.9	7.5	1.0	1.7
		5.0	5.0	1.4~5.7	3.7	1.6	2.1
		20.0	19.5	2.3~7.1	7.9	6.7	13.5
16	异丙醇	0.5	0.5	8.3~13.1	9.9	0.4	0.5
		2.5	2.6	3.3~9.6	10.7	1.2	2.3
		5.0	5.0	2.6~6.4	3.7	1.7	2.1
		20.0	18.5	1.6~8.2	4.3	7.9	9.4
17	二硫化碳	0.5	0.5	3.9~7.7	8.9	0.3	0.5
		2.5	2.6	1.3~5.6	6.4	1.1	1.9
		5.0	4.8	0.6~3.4	4.3	1.0	2.2
		20.0	18.8	0.8~5.7	2.1	7.1	7.5
18	二氯甲烷	0.5	0.5	4.1~8.5	8.1	0.3	0.5
		2.5	2.4	1.0~5.3	6.1	1.0	1.8
		5.0	5.0	0.6~5.3	4.3	1.7	2.8
		20.0	19.1	0.7~6.3	3.5	9.2	10.9
19	顺 1,2-二氯乙烯	0.5	0.5	2.3~7.6	9.4	0.3	0.6
		2.5	2.4	1.4~5.5	6.2	1.3	2.2
		5.0	4.7	0.6~2.6	2.7	1.0	1.8
		20.0	19.0	1.1~4.7	4.4	5.5	11.1

表 B.1 (续三)

序号	化合物名称	加标浓度 (nmol/mol)	总平均值 (nmol/mol)	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 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	再现性 限 R ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
20	2-甲氧基-甲基 丙烷	0.5	0.5	1.3~6.3	9.9	0.3	0.6
		2.5	2.5	1.3~6.2	9.1	1.3	2.8
		5.0	4.7	0.6~6.2	3.2	2.0	2.5
		20.0	18.0	2.7~7.4	7.2	11.7	17.9
21	正己烷	0.5	0.5	1.6~5.2	5.0	0.2	0.3
		2.5	2.3	1.8~7.9	4.8	1.3	1.7
		5.0	4.9	0.6~3.8	3.5	1.2	2.1
		20.0	19.1	1.4~3.1	4.8	4.5	10.7
22	亚乙基二氯 (1,1-二氯乙 烷)	0.5	0.5	6.0~8.5	11.4	0.4	0.8
		2.5	2.4	4.9~7.3	9.5	1.8	3.2
		5.0	4.8	0.7~8.6	5.4	2.9	4.2
		20.0	19.5	1.4~5.4	2.9	8.6	10.6
23	乙酸乙烯酯	0.5	0.5	4.4~7.7	8.5	0.3	0.5
		2.5	2.4	1.1~5.7	6.1	1.1	1.9
		5.0	4.7	0.8~7.1	5.4	1.8	3.2
		20.0	19.3	1.2~5.1	3.0	8.6	10.0
24	2-丁酮	0.5	0.5	2.6~9.0	10.1	0.3	0.5
		2.5	2.4	4.1~6.3	9.7	1.3	2.4
		5.0	5.0	1.4~3.2	3.4	1.1	1.8
		20.0	19.3	1.3~5.8	3.6	5.1	7.8
25	反 1,2-二氯乙 烯	0.5	0.5	4.8~6.2	3.9	0.3	0.4
		2.5	2.5	3.3~6.3	4.4	1.6	2.0
		5.0	5.0	0.6~4.7	3.3	1.5	2.5
		20.0	18.7	1.3~7.5	2.9	14.2	14.5
26	乙酸乙酯	0.5	0.5	3.6~9.1	8.6	0.4	0.6
		2.5	2.4	2.1~7.8	7.5	1.4	2.3
		5.0	4.6	2.6~5.9	3.2	1.9	2.4
		20.0	19.1	1.4~5.5	3.4	6.4	9.3

表 B.1 (续四)

序号	化合物名称	加标浓度 (nmol/mol)	总平均值 (nmol/mol)	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 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	再现性限 R ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
27	四氢呋喃	0.5	0.5	3.1~11.4	11.1	0.3	0.6
		2.5	2.3	3.5~6.6	9.5	1.1	2.2
		5.0	5.0	3.2~4.7	4.5	1.7	2.6
		20.0	19.3	1.4~5.2	8.2	6.9	15.6
28	氯仿	0.5	0.5	2.1~5.6	6.3	0.3	0.6
		2.5	2.3	1.5~5.9	4.5	1.6	2.1
		5.0	4.8	0.6~5.2	4.2	2.1	3.6
		20.0	18.9	2.2~5.0	6.9	10.9	21.5
29	1,1,1-三氯乙烷	0.5	0.5	2.1~3.7	4.7	0.2	0.4
		2.5	2.5	2.2~9.1	6.3	2.2	3.3
		5.0	4.7	0.6~2.7	2.7	1.1	2.4
		20.0	19.4	0.8~3.9	3.8	9.4	14.9
30	环己烷	0.5	0.5	2.3~6.4	6.2	0.2	0.4
		2.5	2.6	3.3~6.3	8.3	1.5	2.6
		5.0	4.8	0.7~3.7	5.7	1.0	3.0
		20.0	18.9	0.7~4.0	5.8	5.0	12.4
31	四氯化碳	0.5	0.5	2.6~7.8	11.3	0.5	1.1
		2.5	2.4	5.6~6.8	8.5	3.0	4.8
		5.0	4.8	0.6~3.8	2.8	1.9	3.1
		20.0	19.1	1.0~3.6	6.2	9.9	24.2
32	苯	0.5	0.6	2.8~4.7	8.9	0.2	0.5
		2.5	2.5	2.3~6.2	5.2	1.2	1.6
		5.0	5.0	1.2~2.3	3.2	1.0	1.8
		20.0	19.4	1.4~4.1	3.9	5.2	8.7
33	1,2-二氯乙烷	0.5	0.5	2.9~8.5	8.9	0.4	0.6
		2.5	2.5	4.0~7.0	8.0	1.7	2.9
		5.0	4.7	0.4~1.9	3.8	0.6	2.3
		20.0	19.2	0.9~3.3	2.5	6.9	8.7

表 B.1 (续五)

序号	化合物名称	加标浓度 (nmol/mol)	总平均值 (nmol/mol)	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 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	再现性限 R ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
34	正庚烷	0.5	0.5	2.7~5.8	4.7	0.2	0.4
		2.5	2.6	4.2~6.8	6.7	1.9	2.8
		5.0	4.8	0.6~3.3	3.4	1.1	2.3
		20.0	19.3	0.5~3.2	4.2	5.8	11.3
35	三氯乙烯	0.5	0.6	2.1~6.3	6.7	0.4	0.7
		2.5	2.6	3.0~6.1	8.0	2.2	3.9
		5.0	4.9	1.6~3.0	3.1	1.9	3.0
		20.0	18.7	1.0~5.9	3.8	8.5	14.0
36	1,2-二氯丙烷	0.5	0.5	1.1~6.2	10.7	0.3	0.8
		2.5	2.5	3.7~6.4	7.3	2.0	3.2
		5.0	4.3	0.8~3.8	7.1	1.6	4.5
		20.0	20.5	0.7~2.6	1.8	5.9	7.6
37	甲基丙烯酸甲酯	0.5	0.5	3.1~5.1	14.0	0.3	0.9
		2.5	2.6	4.2~7.4	6.2	1.9	2.6
		5.0	4.5	0.7~6.4	8.6	2.0	5.1
		20.0	19.4	1.1~4.2	2.0	6.1	7.4
38	1,4-二恶烷	0.5	0.5	2.8~8.1	8.0	0.3	0.5
		2.5	2.4	2.8~6.3	9.2	1.2	2.7
		5.0	4.8	1.4~5.1	2.6	1.6	2.0
		20.0	19.1	1.2~6.4	2.2	8.3	8.9
39	一溴二氯甲烷	0.5	0.5	1.2~4.1	8.3	0.3	0.9
		2.5	2.2	2.6~5.2	11.3	1.8	5.3
		5.0	4.7	0.7~3.1	5.6	1.8	5.6
		20.0	19.9	1.5~4.1	4.6	11.4	21.5
40	顺式-1,3-二氯-1-丙烯	0.5	0.4	1.7~7.5	2.4	0.3	0.3
		2.5	2.3	1.6~5.9	9.1	1.4	3.2
		5.0	4.7	0.6~2.6	2.7	1.0	2.0
		20.0	19.0	0.7~6.6	2.1	8.7	9.7

表 B.1 (续六)

序号	化合物名称	加标浓度 (nmol/mol)	总平均值 (nmol/mol)	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 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	再现性限 R ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
41	二甲二硫	0.5	0.5	2.9~8.8	11.3	0.4	0.7
		2.5	2.6	3.2~6.6	10.2	1.6	3.5
		5.0	4.3	0.7~6.5	4.6	1.9	1.9
		20.0	19.5	1.0~5.2	3.0	8.1	10.1
42	4-甲基-2-戊酮	0.5	0.5	2.2~10.2	8.6	0.3	0.6
		2.5	2.4	3.0~6.8	6.9	1.7	2.6
		5.0	4.8	0.6~2.9	4.6	1.2	3.0
		20.0	19.1	1.2~3.5	3.4	8.5	11.2
43	甲苯	0.5	0.5	1.6~4.7	6.9	0.2	0.4
		2.5	2.4	1.8~4.9	4.8	1.1	1.6
		5.0	4.3	0.7~3.2	2.7	0.5	1.0
		20.0	19.4	0.9~3.8	4.6	4.5	11.0
44	反式-1,3-二氯-1-丙烯	0.5	0.5	0.8~4.6	10.4	0.2	0.7
		2.5	2.4	2.0~6.1	7.6	1.6	2.9
		5.0	5.0	0.6~5.2	4.0	2.2	2.9
		20.0	20.3	1.0~2.9	5.0	5.4	14.9
45	1,1,2-三氯乙烷	0.5	0.5	1.6~6.0	7.5	0.3	0.6
		2.5	2.4	1.9~6.3	4.8	1.9	2.5
		5.0	4.9	0.6~2.7	4.0	1.4	3.5
		20.0	20.1	0.9~2.8	5.0	8.1	18.1
46	四氯乙烯	0.5	0.5	2.7~7.9	5.6	0.4	0.7
		2.5	2.5	1.6~5.3	4.2	2.2	3.0
		5.0	4.9	0.6~5.6	3.7	3.0	3.9
		20.0	20.2	1.9~3.3	1.2	10.4	10.5
47	2-己酮	0.5	0.5	4.2~7.9	11.2	0.3	0.7
		2.5	2.4	4.2~6.8	8.7	1.7	3.0
		5.0	5.2	0.6~3.8	3.0	0.6	2.0
		20.0	19.8	0.4~5.0	1.1	7.3	8.0

表 B.1 (续七)

序号	化合物名称	加标浓度 (nmol/mol)	总平均值 (nmol/mol)	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 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	再现性限 R ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
48	二溴一氯甲烷	0.5	0.5	1.2~6.8	8.2	0.5	1.1
		2.5	2.3	1.9~4.6	7.3	2.5	4.9
		5.0	4.5	0.7~2.8	7.9	2.0	9.3
		20.0	18.9	1.0~3.2	1.5	12.7	13.4
49	1,2-二溴乙烷	0.5	0.5	1.5~6.4	12.3	0.4	1.4
		2.5	2.4	2.2~5.9	8.9	2.5	5.4
		5.0	4.3	0.8~5.9	4.6	3.3	5.5
		20.0	18.3	0.6~4.4	3.8	9.0	18.0
50	氯苯	0.5	0.5	1.1~7.6	10.8	0.3	0.8
		2.5	2.6	2.4~6.2	6.8	1.7	2.9
		5.0	5.0	0.6~3.9	2.4	1.9	2.4
		20.0	19.4	0.5~4.6	3.9	9.3	13.7
51	乙苯	0.5	0.5	0.9~5.5	9.9	0.2	0.7
		2.5	2.5	3.7~5.7	5.6	1.6	2.4
		5.0	5.0	1.4~3.5	3.3	1.9	2.8
		20.0	19.3	0.6~4.8	4.0	7.5	12.3
52	间二甲苯	0.5	0.4	2.8~5.7	7.5	0.3	0.5
		2.5	2.7	1.2~5.1	5.1	1.4	2.2
		5.0	5.1	0.8~4.2	5.4	2.0	4.1
		20.0	19.7	2.2~3.3	2.2	7.5	8.9
53	对二甲苯	0.5	0.4	2.8~5.7	7.5	0.3	0.5
		2.5	2.7	1.2~5.1	5.1	1.4	2.2
		5.0	5.1	0.8~4.2	5.4	2.0	4.1
		20.0	19.7	2.2~3.3	2.2	7.5	8.9
54	邻二甲苯	0.5	0.4	2.4~5.6	8.9	0.3	0.6
		2.5	2.4	1.2~7.1	7.0	1.4	2.6
		5.0	5.0	0.8~4.7	5.5	2.1	4.1
		20.0	20.1	1.3~3.5	1.2	6.3	7.3

表 B.1 (续八)

序号	化合物名称	加标浓度 (nmol/mol)	总平均值 (nmol/mol)	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 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	再现性限 R ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
55	苯乙烯	0.5	0.5	1.6~6.0	8.0	0.2	0.5
		2.5	2.7	1.5~5.2	5.7	1.4	2.4
		5.0	4.9	0.8~4.2	4.9	1.9	3.5
		20.0	20.1	2.4~6.3	1.9	9.3	9.9
56	三溴甲烷	0.5	0.5	2.5~8.0	8.8	0.7	1.5
		2.5	2.7	1.8~5.3	6.6	3.1	6.2
		5.0	4.8	0.6~3.3	3.3	2.8	5.5
		20.0	19.7	1.0~4.2	1.7	13.0	15.8
57	四氯乙烷	0.5	0.5	1.8~7.6	7.5	0.5	0.9
		2.5	2.5	1.2~4.9	6.1	2.0	3.6
		5.0	5.0	0.6~3.7	2.6	2.4	3.5
		20.0	20.0	0.7~3.5	1.9	11.9	13.4
58	4-乙基甲苯	0.5	0.4	1.4~5.1	6.4	0.2	0.5
		2.5	2.6	1.1~5.2	5.4	1.5	2.5
		5.0	5.1	0.6~3.5	1.7	2.1	2.3
		20.0	20.0	0.8~5.2	1.8	9.2	9.9
59	1,3,5-三甲苯	0.5	0.5	0.9~6.4	9.6	0.3	0.7
		2.5	2.8	2.1~5.4	5.5	1.8	2.8
		5.0	5.1	1.4~3.5	3.0	1.9	2.9
		20.0	19.7	0.5~4.8	1.7	8.3	9.2
60	1,2,4-三甲苯	0.5	0.5	0.9~7.8	8.4	0.5	0.7
		2.5	2.6	1.3~5.2	5.5	1.6	2.6
		5.0	4.6	0.7~3.1	3.1	1.3	2.4
		20.0	19.7	1.8~6.0	1.7	10.6	10.9
61	1,3-二氯苯	0.5	0.5	2.2~6.9	4.0	0.4	0.5
		2.5	2.6	2.5~7.3	6.4	2.4	3.8
		5.0	4.9	0.6~3.7	2.5	1.9	2.8
		20.0	19.8	1.5~5.1	1.4	9.8	10.3

表 B.1 (续九)

序号	化合物名称	加标浓度 (nmol/mol)	总平均值 (nmol/mol)	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 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	再现性限 R ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
62	1,4-二氯苯	0.5	0.5	1.7~5.9	12.2	0.4	1.2
		2.5	2.5	0.6~6.1	7.2	1.9	3.7
		5.0	4.7	0.6~3.7	6.0	1.9	5.4
		20.0	19.5	0.7~7.2	3.0	9.3	11.1
63	氯代甲苯	0.5	0.4	3.1~8.8	2.8	0.4	0.4
		2.5	2.4	2.2~6.1	4.0	1.9	2.3
		5.0	4.9	0.8~3.3	3.4	1.6	3.0
		20.0	19.9	1.0~5.3	3.1	9.9	13.2
64	1,2-二氯苯	0.5	0.4	2.3~6.3	4.5	0.3	0.5
		2.5	2.6	3.1~5.3	5.4	2.1	3.2
		5.0	4.9	0.6~2.3	2.1	1.4	2.3
		20.0	19.7	1.2~4.3	1.7	7.9	9.4
65	1,2,4-三氯苯	0.5	0.5	3.5~8.8	8.4	0.7	1.1
		2.5	2.5	1.3~5.1	6.5	2.3	4.2
		5.0	4.5	0.7~5.5	5.3	2.9	5.9
		20.0	19.9	2.2~5.6	2.7	16.5	19.3
66	1,1,2,3,4,4-六 氯-1,3-丁二 烯	0.5	0.5	1.3~4.4	4.3	0.5	0.8
		2.5	2.4	1.6~5.2	5.5	3.3	5.3
		5.0	4.9	0.8~3.3	2.6	3.3	5.1
		20.0	19.4	0.9~3.9	2.1	18.1	21.0
67	萘	0.5	0.4	4.1~7.7	5.8	0.4	0.5
		2.5	2.5	2.6~7.0	5.2	2.1	2.8
		5.0	5.0	0.5~3.5	4.4	1.8	3.9
		20.0	19.4	0.6~4.9	3.6	9.4	14.2

注:上述所有数据结果均是采用全扫描方式测定所得。

表 B.2 方法准确度

化合物名称	加标浓度 (nmol/mol)	$\overline{P\%}$	S_p^-	$\overline{p\%} \pm 2 S_p^-$
丙烯	2.5	83.3	1.6	83.3±3.2
	5.0	88.3	1.7	88.3±3.3
	20.0	89.5	1.7	89.5±3.4
二氟二氯甲烷	2.5	88.6	1.6	88.6±3.2
	5.0	93.9	1.7	93.9±3.4
	20.0	95.3	1.7	95.3±3.4
1,1,2,2-四氟-1,2-二氯乙烷	2.5	81.3	1.6	81.3±3.2
	5.0	86.2	1.7	86.2±3.3
	20.0	87.4	1.7	87.4±3.4
一氯甲烷	2.5	89.9	1.6	89.9±3.2
	5.0	95.3	1.7	95.3±3.4
	20.0	96.6	1.7	96.6±3.4
氯乙烯	2.5	82.7	2.2	82.7±4.4
	5.0	87.2	1.8	87.2±3.6
	20.0	88.4	1.8	88.4±3.6
丁二烯	2.5	81.5	1.6	81.5±3.2
	5.0	96.1	1.7	96.1±3.4
	20.0	104	1.7	104±3.4
甲硫醇	2.5	83.2	1.6	83.2±3.2
	5.0	88.2	1.7	88.2±3.4
	20.0	89.5	1.7	89.5±3.4
一溴甲烷	2.5	83.4	1.6	83.4±3.2
	5.0	88.4	1.7	88.4±3.4
	20.0	89.7	1.7	89.7±3.4
氯乙烷	2.5	81.6	1.5	81.6±2.9
	5.0	86.5	1.5	86.5±3.1
	20.0	87.7	1.6	87.7±3.1
一氟三氯甲烷	2.5	80.7	1.6	80.7±3.1
	5.0	85.6	1.7	85.6±3.3
	20.0	86.8	1.7	86.8±3.4
丙烯醛	2.5	83.9	1.6	83.9±3.2
	5.0	88.9	1.7	88.9±3.4
	20.0	90.2	1.7	90.2±3.5
1,2,2-三氟-1,1,2-三氯乙烷	2.5	84.4	1.6	84.4±3.2
	5.0	89.5	1.7	89.5±3.3
	20.0	90.7	1.7	90.7±3.4
1,1-二氯乙烯	2.5	89.1	1.6	89.1±3.2
	5.0	96.0	1.7	96.0±3.4
	20.0	98.4	1.7	98.4±3.4

表 B.2(续一)

化合物名称	加标浓度 (nmol/mol)	$\overline{P\%}$	S_p^-	$\overline{p\%} \pm 2 S_p^-$
丙酮	2.5	83.7	1.6	83.7±3.2
	5.0	92.1	1.7	92.1±3.4
	20.0	95.7	1.7	95.7±3.4
甲硫醚	2.5	84.0	1.6	84.0±3.1
	5.0	89.1	1.7	89.1±3.3
	20.0	90.3	1.7	90.3±3.4
异丙醇	2.5	90.8	1.5	90.8±3.0
	5.0	96.3	1.6	96.3±3.2
	20.0	97.6	1.6	97.6±3.3
二硫化碳	2.5	90.8	1.6	90.8±3.2
	5.0	95.6	1.2	95.6±2.4
	20.0	94.7	0.7	94.7±1.3
二氯甲烷	2.5	88.4	1.6	88.4±3.2
	5.0	93.7	1.7	93.7±3.3
	20.0	95.0	1.7	95.0±3.4
顺 1,2-二氯乙烯	2.5	89.9	3.2	89.9±6.4
	5.0	95.8	2.3	95.8±4.6
	20.0	97.5	1.8	97.5±3.6
2-甲氧基-甲基丙烷	2.5	89.9	1.6	89.9±3.2
	5.0	95.3	1.7	95.3±3.4
	20.0	96.6	1.7	96.6±3.4
正己烷	2.5	83.3	1.6	83.3±3.2
	5.0	88.3	1.7	88.3±3.3
	20.0	89.6	1.7	89.6±3.4
亚乙基二氯 (1,1-二氯乙烷)	2.5	83.5	1.6	83.5±3.2
	5.0	88.5	1.7	88.5±3.3
	20.0	89.7	1.7	89.7±3.4
乙酸乙烯酯	2.5	82.0	1.9	82.0±3.9
	5.0	87.2	1.7	87.2±3.3
	20.0	87.4	1.8	87.4±3.6
2-丁酮	2.5	78.7	1.6	78.7±3.3
	5.0	94.7	2.5	94.7±5.0
	20.0	95.6	2.5	95.6±5.0
反 1,2-二氯乙烯	2.5	92.0	1.5	92.0±3.1
	5.0	101	1.7	101±3.4
	20.0	105	1.7	105±3.4
乙酸乙酯	2.5	92.0	1.6	92.0±3.2
	5.0	97.5	1.7	97.5±3.3
	20.0	98.9	1.7	98.9±3.4

表 B.2(续二)

化合物名称	加标浓度 (nmol/mol)	$\overline{P\%}$	S_p^-	$\overline{p\%} \pm 2S_p^-$
四氢呋喃	2.5	85.4	1.6	85.4±3.2
	5.0	90.5	1.7	90.5±3.4
	20.0	91.8	1.7	91.8±3.4
氯仿	2.5	88.9	1.4	88.9±2.8
	5.0	106	1.5	106±3.0
	20.0	97.6	1.8	97.6±3.6
1,1,1-三氯乙烷	2.5	93.7	1.6	93.7±3.2
	5.0	99.4	1.7	99.4±3.4
	20.0	101	1.7	101±3.4
环己烷	2.5	84.4	1.6	84.8±3.2
	5.0	89.9	1.7	89.9±3.4
	20.0	91.2	1.7	91.2±3.4
四氯化碳	2.5	86.3	1.6	86.3±3.2
	5.0	91.5	1.7	91.5±3.4
	20.0	92.8	1.7	92.8±3.4
苯	2.5	81.1	2.1	81.1±4.2
	5.0	95.4	2.7	95.4±5.4
	20.0	98.6	1.4	98.6±2.8
1,2-二氯乙烷	2.5	88.8	1.6	88.8±3.2
	5.0	94.1	1.6	94.1±3.2
	20.0	95.4	1.7	95.4±3.4
正庚烷	2.5	84.8	1.6	84.8±3.2
	5.0	89.9	1.7	89.9±3.7
	20.0	91.2	1.7	91.2±3.7
三氯乙烯	2.5	95.8	1.6	95.8±3.2
	5.0	109	1.7	109±3.4
	20.0	105	1.7	105±3.4
1,2-二氯丙烷	2.5	90.0	1.6	90.0±3.2
	5.0	86.0	4.7	86.0±9.4
	20.0	97.9	1.8	97.9±3.6
甲基丙烯酸甲酯	2.5	88.6	1.3	88.6±2.6
	5.0	94.0	1.3	94.0±2.6
	20.0	95.3	1.3	95.3±2.6
1,4-二恶烷	2.5	89.6	1.6	89.6±3.2
	5.0	95.0	1.7	95.0±3.4
	20.0	96.3	1.7	96.3±3.4
一溴二氯甲烷	2.5	83.3	1.6	83.3±3.2
	5.0	88.3	1.7	88.3±3.4
	20.0	89.6	1.7	89.6±3.4

表 B.2(续三)

化合物名称	加标浓度 (nmol/mol)	$\overline{P\%}$	S_p^-	$\overline{p\%} \pm 2S_p^-$
顺式-1,3-二氯-1-丙烯	2.5	83.0	1.5	83.0±3.0
	5.0	88.0	1.6	88.0±3.2
	20.0	89.2	1.6	89.2±3.2
二甲二硫	2.5	82.2	1.6	82.2±3.2
	5.0	87.1	1.7	87.1±3.4
	20.0	88.4	1.7	88.4±3.4
4-甲基-2-戊酮	2.5	83.5	1.6	83.5±3.2
	5.0	88.5	1.7	88.5±3.4
	20.0	89.7	1.7	89.7±3.4
甲苯	2.5	98.9	2.2	98.9±4.4
	5.0	91.9	2.2	91.9±4.4
	20.0	98.6	5.8	98.6±11.6
反式-1,3-二氯-1-丙烯	2.5	85.5	1.6	85.5±3.2
	5.0	90.6	1.7	90.6±3.4
	20.0	91.9	1.7	91.9±3.4
1,1,2-三氯乙烷	2.5	85.7	1.6	85.7±3.2
	5.0	90.8	1.7	90.8±3.4
	20.0	92.1	1.7	92.1±3.4
四氯乙烯	2.5	88.1	1.6	88.1±3.2
	5.0	93.4	1.7	93.4±3.4
	20.0	94.7	1.7	94.7±3.4
2-己酮	2.5	89.1	1.6	89.1±3.2
	5.0	94.4	1.7	94.4±3.4
	20.0	95.8	1.7	95.8±3.4
二溴一氯甲烷	2.5	87.2	1.6	87.2±3.2
	5.0	92.4	1.7	92.4±3.4
	20.0	93.8	1.7	93.8±3.4
1,2-二溴乙烷	2.5	85.6	1.6	85.6±3.2
	5.0	90.8	1.7	90.8±3.4
	20.0	92.0	1.7	92.0±3.4
氯苯	2.5	91.6	1.6	91.6±3.2
	5.0	94.9	1.7	94.9±3.4
	20.0	93.8	1.7	93.8±3.4
乙苯	2.5	84.0	1.6	84.0±3.2
	5.0	89.1	1.7	89.1±3.4
	20.0	90.3	1.7	90.3±3.4
间二甲苯	2.5	85.7	1.6	85.7±3.2
	5.0	90.9	1.7	90.9±3.4
	20.0	92.1	1.7	92.1±3.4
对二甲苯	2.5	85.7	1.6	85.7±3.2
	5.0	90.9	1.7	90.9±3.4

表 B.2(续四)

化合物名称	加标浓度 (nmol/mol)	$\overline{P\%}$	S_p^-	$\overline{p\%} \pm 2S_p^-$
对二甲苯	20.0	92.1	1.7	92.1±3.4
邻二甲苯	2.5	86.9	1.6	86.9±3.2
	5.0	92.2	1.7	92.2±3.4
	20.0	93.5	1.7	93.5±3.4
苯乙烯	2.5	85.0	1.6	85.0±3.2
	5.0	90.1	1.7	90.1±3.4
	20.0	91.4	1.7	91.4±3.4
三溴甲烷	2.5	79.7	1.6	79.7±3.2
	5.0	84.5	1.7	84.5±3.4
	20.0	85.7	1.7	85.7±3.4
四氯乙烷	2.5	84.1	1.6	84.1±3.2
	5.0	89.1	1.7	89.1±3.4
	20.0	90.4	1.7	90.4±3.4
4-乙基甲苯	2.5	84.5	1.6	84.5±3.2
	5.0	89.9	0.8	89.9±1.6
	20.0	90.8	1.7	90.8±3.4
1,3,5-三甲苯	2.5	88.1	1.6	88.1±3.2
	5.0	91.7	0.8	91.7±1.6
	20.0	94.7	1.7	94.7±3.4
1,2,4-三甲苯	2.5	82.9	1.6	82.9±3.2
	5.0	87.8	1.7	87.8±3.4
	20.0	89.1	1.7	89.1±3.4
1,3-二氯苯	2.5	91.0	1.7	91.0±3.4
	5.0	94.0	1.2	94.0±2.4
	20.0	87.4	1.0	87.4±2.0
1,4-二氯苯	2.5	83.3	1.7	83.3±3.4
	5.0	93.0	1.8	93.0±3.6
	20.0	89.1	1.0	89.1±2.0
氯代甲苯	2.5	92.0	1.6	92.0±3.2
	5.0	97.5	1.7	97.5±3.4
	20.0	98.9	1.7	98.9±3.4
1,2-二氯苯	2.5	94.5	1.6	94.5±3.2
	5.0	99.7	0.9	99.7±1.8
	20.0	91.0	1.7	91.0±3.4
1,2,4-三氯苯	2.5	95.7	1.6	95.7±3.2
	5.0	102	1.7	102±3.4
	20.0	92.4	1.7	92.4±3.4
1,1,2,3,4,4-六氯-1,3-丁二烯	2.5	85.1	1.6	85.1±3.2
	5.0	90.3	1.7	90.3±3.4
	20.0	91.5	1.7	91.5±3.4

表 B.2(续五)

化合物名称	加标浓度 (nmol/mol)	$\overline{\overline{P}}\%$	S_p^-	$\overline{\overline{p}}\% \pm 2S_p^-$
萘	2.5	91.2	1.7	91.2±3.2
	5.0	88.8	4.0	88.8±8.0
	20.0	81.9	0.9	81.9±1.8

注:上述所有数据结果均是采用全扫描方式测定所得。

附录 C

(资料性附录)

内标物与目标化合物的对应关系

表C给出了目标化合物及内标物的摩尔质量、定量离子、辅助定量离子和CAS号，以及三种内标物与目标化合物的对应关系。

表 C 目标物与内标物定量离子及辅助离子

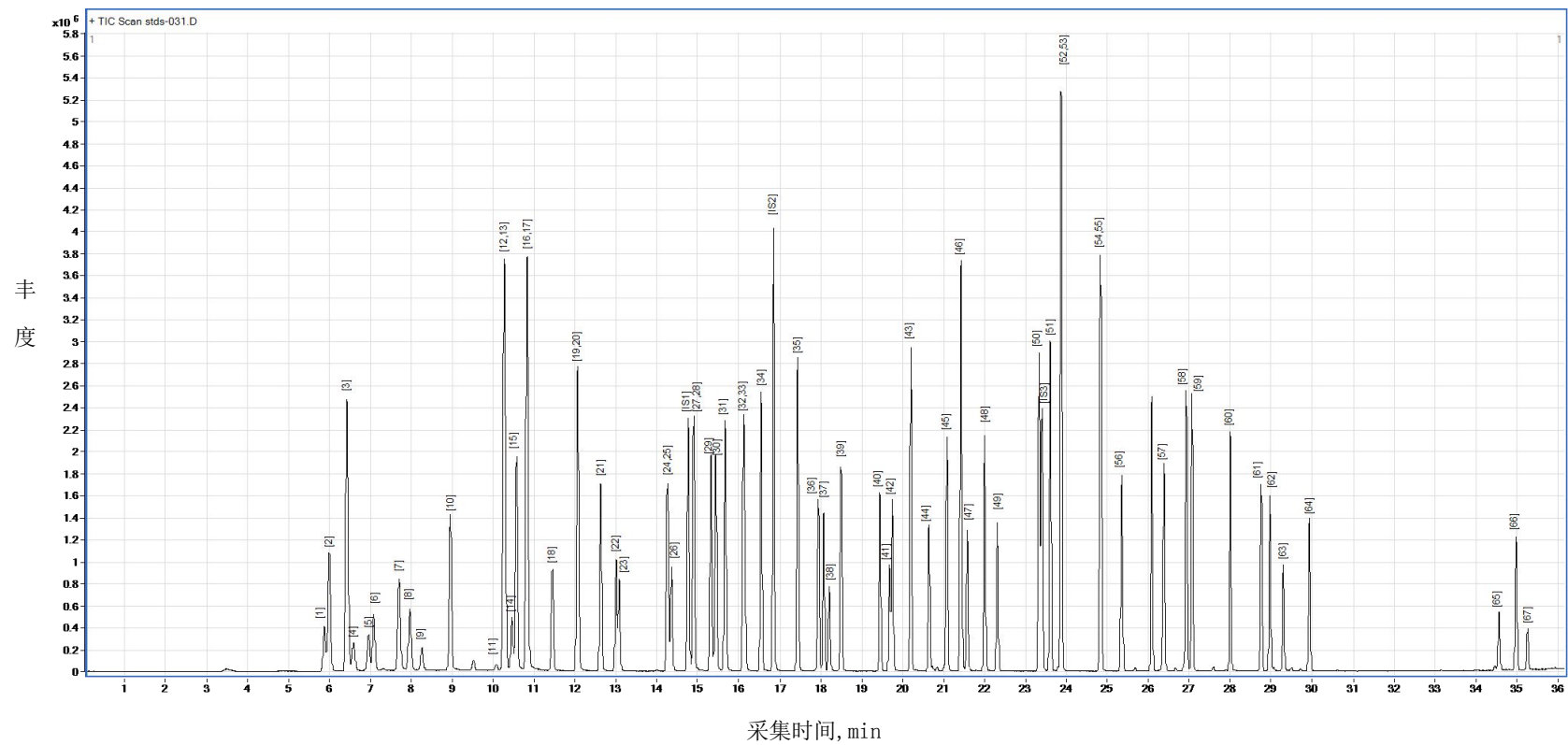
序号	保留时间 min	化合物名称	摩尔质 量,g/mol	定量离 子	辅助离子	CAS NO.
1	14.76	一溴一氯甲烷 (内标 1)	128	130	128,93	74-97-5
2	5.87	丙烯	42	41	42,39	115-07-1
3	5.99	二氟二氯甲烷	120	85	87,101	75-71-8
4	6.44	1,1,2,2-四氟-1,2-二氯乙烷	170	85	135,137,87	76-14-2
5	6.59	一氯甲烷	50	50	52	74-87-3
6	6.95	氯乙烯	62	62	64,63	75-01-4
7	7.08	丁二烯	54	54	53,39	106-99-0
8	7.70	甲硫醇	48	47	48,45	74-93-1
9	7.96	一溴甲烷	94	94	96,93,91	74-83-9
10	8.25	氯乙烷	64	64	66,49	75-00-3
11	8.95	一氟三氯甲烷	136	101	103,105	75-69-4
12	10.07	丙烯醛	56	56	55,38	107-02-8
13	10.27	1,2,2-三氟-1,1,2-三氯乙烷	186	101	151,85	76-13-1
14	10.28	1,1-二氯乙烯	96	61	96,98	75-35-4
15	10.45	丙酮	58	43	58	67-64-1
16	10.57	甲硫醚	62	62	47,45	75-18-3
17	10.80	异丙醇	60	45	43	67-63-0
18	10.82	二硫化碳	76	76	78,77	75-15-0
19	11.44	二氯甲烷	84	49	86,84	75-09-2
20	12.06	顺 1,2-二氯乙烯	96	96	98,61	156-59-2
21	12.06	2-甲氧基-甲基丙烷	88	73	57,41	1634-04-4
22	12.62	正己烷	86	57	41,86	110-54-3
23	13.00	亚乙基二氯 (1,1-二氯乙烷)	98	63	65,98	75-34-3
24	13.07	乙酸乙烯酯	86	43	86	108-05-4
25	14.24	2-丁酮	72	43	72,57	78-93-3
26	14.27	反 1,2-二氯乙烯	96	96	98,61	156-60-5
27	14.35	乙酸乙酯	88	43	61,45	141-78-6
28	14.88	四氢呋喃	72	42	71,72,41	109-99-9
29	16.84	1,2-二氟苯 (内标 2)	114	114	88,63	367-11-3
30	14.90	氯仿	118	83	85,47	67-66-3
31	15.32	1,1,1-三氯乙烷	132	97	61,117	71-55-6
32	15.43	环己烷	84	56	69,84	110-82-7
33	15.66	四氯化碳	152	117	119,121	56-23-5

表 C(续)

序号	保留时间,min	化合物名称	摩尔质	定量	辅助离子	CAS NO.
34	16.11	苯	78	78	77,52	71-43-2
35	16.14	1,2-二氯乙烷	98	62	64,49	107-06-2
36	16.54	正庚烷	100	43	57,71	142-82-5
37	17.43	三氯乙烯	130	130	132,95,60	79-01-6
38	17.94	1,2-二氯丙烷	112	63	76,41	78-87-5
39	18.07	甲基丙烯酸甲酯	100	69	41,39,100	80-62-6
40	18.21	1,4-二恶烷	88	88	58,43	123-91-1
41	18.50	一溴二氯甲烷	162	83	129,47	75-27-4
42	19.45	顺式-1,3-二氯-1-丙烯	110	75	110,39	10061-01-5
43	19.68	二甲二硫醚	94	94	79,45	624-92-0
44	19.75	4-甲基-2-戊酮	100	43	58,85,100	108-10-1
45	20.20	甲苯	92	91	92	108-88-3
46	20.64	反式-1,3-二氯-1-丙烯	110	75	110,39	10061-02-6
47	21.08	1,1,2-三氯乙烷	132	97	83,61	79-00-5
48	21.43	四氯乙烯	164	166	131,94	127-18-4
49	21.58	2-己酮	100	43	58,100	591-78-6
50	22.00	二溴一氯甲烷	206	129	127,131	124-48-1
51	22.31	1,2-二溴乙烷	186	107	109	106-93-4
52	23.33	氯苯-d5 (内标 3)	117	117	82,119	3114-55-4
53	23.40	氯苯	112	112	77,114	108-90-7
54	23.60	乙苯	106	91	106	100-41-4
55	23.86	间二甲苯	106	91	106,104	108-38-3
56	23.86	对二甲苯	106	91	106,104	106-42-3
57	24.81	邻二甲苯	106	91	106,104	95-47-6
58	24.84	苯乙烯	104	104	78,51	100-42-5
59	25.34	三溴甲烷	250	173	171,175	75-25-2
60	26.37	四氯乙烷	166	83	85,131,94	79-34-5
61	26.92	4-乙基甲苯	120	105	120,91	622-96-8
62	27.07	1,3,5-三甲苯	120	105	120,77	108-67-8
63	27.99	1,2,4-三甲苯	120	105	120,77	95-63-6
64	28.75	1,3-二氯苯	146	146	111,148	541-73-1
65	28.96	1,4-二氯苯	146	146	111,148	106-46-7
66	29.28	氯代甲苯	126	91	126,65	100-44-7
67	29.92	1,2-二氯苯	146	146	111,148	95-50-1
68	34.54	1,2,4-三氯苯	180	180	145,182	120-82-1
69	34.96	1,1,2,3,4,4-六氯-1,3-丁二烯	258	225	190,118,260	87-68-3
70	35.24	萘	128	128	64	465-73-6

附录 D
(资料性附录)
挥发性有机物总离子流图

图 D 给出了在 7.1 参考分析条件下测定的 67 种目标物及其内标物的总离子流图。



1-丙烯、2-二氟二氯甲烷、3-1,1,2,2-四氟-1,2-二氯乙烷、4-氯甲烷、5-氯乙烯、6-丁二烯、7-甲硫醇、8-溴甲烷、9-氯乙烷、10-一氟三氯甲烷、11-丙烯醛、12-1,2,2-三氟-1,1,2-三氯乙烷、13-1,1-二氯乙烯、14-丙酮、15-甲硫醚、16-异丙醇、17-二硫化碳、18-二氯甲烷、19-顺 1,2-二氯乙烯、20-2-甲氧基-甲基丙烷、21-正己烷、22- 1,1-二氯乙烷、23-乙酸乙烯酯、24-2-丁酮、25-反 1,2-二氯乙烯、26-乙酸乙酯、IS₁-一溴一氯甲烷、27-四氢呋喃、28-氯仿、29-1,1,1-三氯乙烯、30-环己烷、31-四氯化碳、32-苯、33-1,2-二氯乙烷、34-正庚烷、IS₂-1,2-二氟苯、35-三氯乙烯、36-1,2-二氯丙烷、37-甲基丙烯酸甲酯、38-1,4-二恶烷、39-一溴二氯甲烷、40-顺式-1,3-二氯-1-丙烯、41-二甲二硫醚、42-4-甲基-2-戊酮、43-甲苯、44-反式-1,3-二氯-1-丙烯、45-1,1,2-三氯乙烷、46-四氯乙烯、47-2-己酮、48-二溴一氯甲烷、49-1,2-二溴乙烷、IS₃-氯苯-d5、50-氯苯、51-乙苯、52/ 53-间/对二甲苯、54-邻二甲苯、55-苯乙烯、56-三溴甲烷、 57-四氯乙烷、58-4-乙基甲苯、59-1,3,5-三甲苯、60-1,2,4-三甲苯、61-1,3-二氯苯、62-1,4-二氯苯、63-氯代甲苯、64-1,2-二氯苯、65-1,2,4-三氯苯、66-1,1,2,3,4,4-六氯-1,3-丁二烯、67-萘

图 D 67 种挥发性有机物及内标物的总离子流图