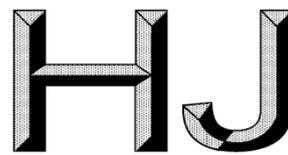


附件 2



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-20□□

水质 烷基酚类的测定 固相萃取/液相色谱法

Water quality—Determination of alkylphenols—Solid phase
extraction/High performance liquid chromatography

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□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 干扰与消除	2
5 试剂和材料	2
6 仪器和设备	3
7 样品	3
8 分析步骤	4
9 结果计算与表示	5
10 精密度和准确度.....	6
11 质量控制和质量保证.....	7
12 废物处理	8
13 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）方法的精密度和准确度.....	10

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，规范水中烷基酚类化合物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定水中烷基酚类化合物的液相色谱法。

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。

本标准起草单位：北京市环境保护监测中心。

本标准验证单位：天津市生态环境监测中心、新疆维吾尔自治区环境监测总站、乌鲁木齐市环境监测中心站、华测检测认证集团北京有限公司、中科谱研（北京）科技有限公司和北京市中海京诚检测有限公司。

本标准由生态环境部 201□年□□月□□日批准。

本标准自 201□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

水质 烷基酚类的测定 固相萃取/液相色谱法

警告：本方法所使用的溶剂、标准物质和标准溶液均有一定的毒性，样品前处理过程应在通风橱中进行，操作时应注意佩带防护器具，避免吸入及接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中烷基酚类化合物的液相色谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中双酚 A、4-特丁基酚、4-正丁基酚、4-正戊基酚、4-正己基酚、4-正庚基酚、4-正辛基酚、壬基酚、4-特辛基酚和 4-正壬基酚等烷基酚类化合物的测定。

当取样体积为 200 ml，浓缩定容体积为 1.0 ml，进样量为 30.0 μl 时，紫外检测器目标化合物的检出限为 0.2 $\mu\text{g/L}$ ~ 0.3 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 0.8 $\mu\text{g/L}$ ~ 1.2 $\mu\text{g/L}$ ；荧光检测器目标化合物的检出限为 0.03 $\mu\text{g/L}$ ~ 0.09 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 0.12 $\mu\text{g/L}$ ~ 0.36 $\mu\text{g/L}$ 。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。

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 164 地下水环境监测技术规范

HJ/T 493 水质采样 样品的保存和管理技术规定

3 定义

下列定义适用于本标准。

3.1

壬基酚 Nonylphenol

指在本标准液相色谱条件下，与 CAS No. 25154-52-3 和 CAS No. 84852-15-3 两种壬基酚同分异构体混合物具有相同保留时间的，除 4-正壬基酚以外的壬基酚同分异构体的总称。

4 方法原理

水中的烷基酚类化合物在酸性条件下，用固相萃取方式富集、净化，二氯甲烷洗脱，浓缩后，用带有荧光检测器或紫外检测器的高效液相色谱仪测定，根据保留时间定性，外标法定量。

5 干扰与消除

- 5.1 具有相近保留时间的物质会干扰测定，可通过改变色谱条件提高分离度的方法来消除干扰。
- 5.2 样品中含有余氯等氧化剂时，使目标物的测定结果偏低，需在采样时加入 1.0 ml 硫代硫酸钠溶液（6.10）消除干扰。

6 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物的去离子水。

- 6.1 乙腈（ CH_3CN ）：液相色谱纯。
- 6.2 二氯甲烷（ CH_2Cl_2 ）：液相色谱纯。
- 6.3 正己烷（ C_6H_{12} ）：液相色谱纯。
- 6.4 甲醇（ CH_3OH ）：液相色谱纯。
- 6.5 丙酮（ CH_3COCH_3 ）：液相色谱纯。
- 6.6 硫代硫酸钠（ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）：优级纯。
- 6.7 盐酸： $\rho(\text{HCl}) = 1.19 \text{ g/ml}$ 。
- 6.8 盐酸溶液：1+1。

分别量取等体积盐酸（6.7）和实验用水混匀。

- 6.9 甲醇溶液：3+7。

分别量取 30 ml 甲醇（6.4）和 70 ml 实验用水混匀。

- 6.10 硫代硫酸钠溶液： $\rho = 160 \text{ mg/L}$ 。

称取 160.0 mg 硫代硫酸钠（6.6）溶于实验用水中，定容至 1000 ml。

- 6.11 烷基酚类化合物标准贮备液： $\rho = 1000 \mu\text{g/ml}$ 。

可购买市售有证标准溶液，组分包括双酚 A、4-特丁基酚、4-正丁基酚、4-正戊基酚、4-正己基酚、4-正庚基酚、4-正辛基酚、4-特辛基酚和 4-正壬基酚，溶剂为二氯甲烷，也可用标准物质制备。标准贮备液于 4℃ 以下冷藏密封避光保存或按标准溶液证书要求保存。

- 6.12 壬基酚标准贮备液： $\rho = 2000 \mu\text{g/ml}$ 。（CAS No. 25154-52-3 和 CAS No. 84852-15-3 为 1 : 1）

CAS No. 25154-52-3, 99.96%，常温避光保存或者按照标准物质证书要求保存。

CAS No. 84852-15-3, 99.95%。常温避光保存或者按照标准物质证书要求保存。

准确称取 CAS No. 25154-52-3 和 CAS No. 84852-15-3 标准物质各 10.0 mg，全部转移到 10.0 ml 容量瓶中，用乙腈（6.1）溶解并定容至刻度，得到壬基酚标准贮备液，于 4℃ 以下冷藏密封避光保存，保存期为 3 个月。

- 6.13 烷基酚类化合物标准使用液： $\rho = 100 \mu\text{g/ml}$ （壬基酚 $\rho = 200 \mu\text{g/ml}$ ）。

分别准确量取 1.0 ml 烷基酚类化合物标准贮备液（6.11）和壬基酚标准贮备液（6.12），用乙腈（6.1）稀释至 10.0 ml，配制成浓度为 100 $\mu\text{g/ml}$ （壬基酚为 200 $\mu\text{g/ml}$ ）的标准使用

液，于 4℃ 以下冷藏密封避光保存，保存期为 3 个月。

6.14 石英滤膜：0.45 μm，使用前在 400℃ 的马弗炉中烘烤 2 h。

6.15 氮气：纯度 ≥ 99.99%。

7 仪器和设备

7.1 液相色谱仪：配备紫外检测器或荧光检测器。

7.2 色谱柱：C₁₈ 反相色谱柱，250 mm×4.6 mm×5 μm 或其他性能相近的色谱柱。

7.3 浓缩装置：旋转蒸发仪、氮吹仪、全自动浓缩仪或其他性能相当的浓缩装置。

7.4 固相萃取柱：250 mg，填料为苯乙烯和二乙烯苯共聚物，或其他等效萃取柱。

7.5 固相萃取装置：手动或自动，流速可调节。

7.6 微量注射器：10 μl、50 μl、100 μl、250 μl、1.0 ml。

7.7 采样瓶：500 ml，细口棕色玻璃瓶，配玻璃塞或者聚四氟乙烯盖子。使用前用 20 ml 丙酮清洗 4 次；亦可在不低于 400℃ 的高温中烘烤 2 h；或者使用洗瓶机清洗，避免使用表面活性剂类洗涤剂。

7.8 一般实验室常用仪器和设备。

8 样品

8.1 样品采集与保存

按照 HJ/T 91、HJ/T 164 和 HJ/T 493 的相关规定进行水样采集和保存。如采用自动采样设备，必须保证该设备任何部件不吸附目标物。

用采样瓶（7.7）采集水样，加盐酸溶液（6.8）调节水样 pH 至 1~2，水样应充满样品瓶并加盖密封，在 4℃ 以下避光、冷藏保存，14 d 内提取完毕，30 d 内完成分析。

每次采样过程中，需同时采集全程序空白样品，并用与实际样品相同的方式保存，分析。

8.2 试样的制备

8.2.1 固相萃取

依次用 10 ml 正己烷（6.3）、二氯甲烷（6.2）、甲醇（6.4）和实验用水活化固相萃取柱（7.4），在活化过程中，应确保小柱中填料表面不露出液面。准确量取 200 ml 水样，以 1.0 ml/min 的流速通过固相萃取柱。上样结束后，用 10 ml 甲醇溶液（6.9）淋洗固相萃取柱，去除固相萃取柱上的杂质，然后用氮气（6.15）吹干小柱，分别用 2.0 ml 甲醇（6.4）和 5.0 ml 二氯甲烷（6.2）洗脱，收集洗脱液至浓缩瓶中。

注 1：如果样品中悬浮物较多，样品在进行固相萃取之前需经石英滤膜（0.45 μm）过滤，将过滤后的石英滤膜放入 10 ml 玻璃管中，加入 5.0 ml 乙腈超声 10 min，将超声提取液与固相萃取洗脱液合并收集至浓缩瓶中。

注 2：当水样中目标化合物浓度大于 20.0 μg/L 时，需减少取样量，避免穿透固相萃取柱。

8.2.2 浓缩

将洗脱液用浓缩装置（7.3）浓缩到 1.0 ml 以下，加入 3.0 ml 乙腈（6.1），再浓缩至约 1.0 ml，将溶剂完全转化为乙腈后，用乙腈（6.1）定容到 1.0 ml 待测。

注：更换溶剂时，不要将溶剂吹干，可重复加入乙腈，将二氯甲烷彻底换成乙腈。

8.3 空白试样的制备

用实验用水代替样品，按照试样制备（8.2）相同的操作步骤，制备实验室空白试样。

9 分析步骤

9.1 液相色谱参考条件

参照仪器使用说明书确定最佳工作条件。本标准给出的色谱参考条件如下：

流动相：乙腈（6.1）和实验用水梯度洗脱（表 1）；柱温：40℃；进样量：30 μl；流速：1.0 ml/min；荧光检测器：激发波长 227 nm，发射波长 315 nm；紫外检测器：紫外吸收波长 225 nm。

表 1 梯度洗脱程序

时间 (min)	乙腈 (%)	水 (%)
0.0	50	50
15.0	60	40
40.0	90	10
41.0	50	50
45.0	50	50

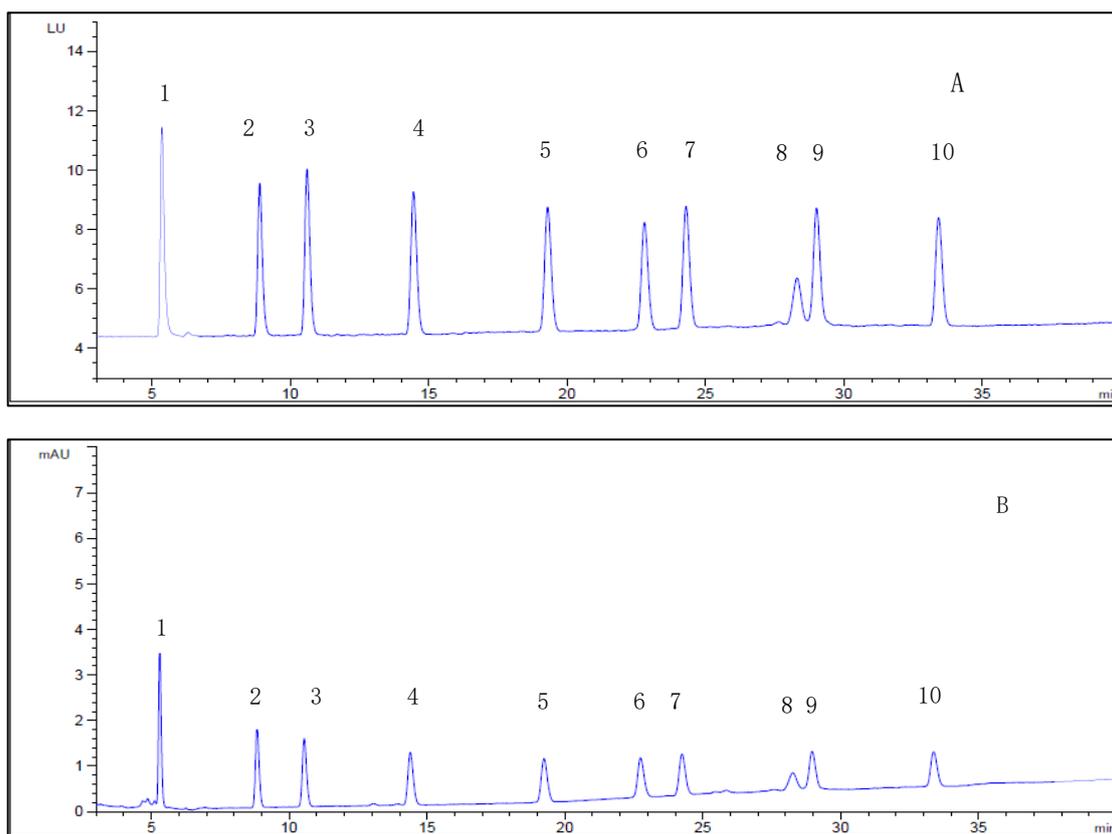
9.2 校准

9.2.1 标准曲线的建立

移取一定量的烷基酚类化合物标准使用液（6.13），用乙腈（6.1）配制成 20.0 μg/L、50.0 μg/L、100 μg/L、250 μg/L、500 μg/L、1000 μg/L、2000 μg/L 等至少 5 个浓度点（此为参考浓度，其中紫外检测器的标准曲线范围是 100 μg/L~2000 μg/L，荧光检测器的标准曲线范围是 20.0 μg/L~500 μg/L），按照液相色谱参考条件（9.1），由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进样分析，以目标化合物浓度为横坐标，以峰面积（或峰高）为纵坐标，分别建立紫外检测器和荧光检测器的标准曲线。

9.2.2 参考标准色谱图

在本标准液相色谱参考条件（9.1）下，各目标化合物的色谱图见图 1。



1: 双酚 A; 2: 4-特丁基酚; 3: 4-正丁基酚; 4: 4-正戊基酚; 5: 4-正己基酚; 6: 4-正辛基酚; 7: 4-正庚基酚; 8: 壬基酚; 9: 4-特辛基酚; 10: 4-正壬基酚

A: 荧光光谱图; B: 紫外光谱图

图 1 烷基酚类化合物标准色谱图 (250 µg/L)

9.3 试样的测定

按照与绘制标准曲线相同的液相色谱参考条件 (9.1) 进行试样的测定。

当试样浓度超出标准曲线浓度范围时, 应适当稀释后测定。或者重新取样, 减少固相萃取体积, 按照试样的制备 (8.2) 重新制备样品并测定。

9.4 空白试验

按照与试样的测定 (9.3) 相同的步骤, 进行空白试样 (8.3) 的测定。

10 结果计算与表示

10.1 定性分析

样品分析前, 应建立保留时间窗口 $t \pm 3S$ 。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, 待测物质保留时间应在保留时间窗口内。根据组分的保留时间对目标化合物进行定性, 也可

根据不同检测波长下或在不同检测器上的相应值比辅助定性。必要时，也可用标准溶液加入法或质谱法作进一步确认。

10.2 结果计算

水样中目标化合物的浓度，按照公式（1）进行计算。

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

式中： ρ_i ——水样中目标化合物的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$\rho_{\text{标}}$ ——由标准曲线计算所得的目标化合物浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

V_1 ——试样定容体积，ml；

V_2 ——取样体积，ml；

D ——试样稀释倍数。

10.3 结果表示

测定结果的小数位数与方法检出限保持一致，最多保留三位有效数字。

11 精密度和准确度

11.1 精密度

6家实验室分别对统一空白加标样品进行6次重复测定，紫外检测器的加标浓度为0.50 $\mu\text{g/L}$ 、2.50 $\mu\text{g/L}$ 、5.00 $\mu\text{g/L}$ ，荧光检测器的加标浓度为0.10 $\mu\text{g/L}$ （壬基酚为0.25 $\mu\text{g/L}$ ）、0.50 $\mu\text{g/L}$ 、1.25 $\mu\text{g/L}$ 。

紫外检测器的实验室内相对标准偏差分别为：0.5%~19%、0.7%~11%、0.3%~5.9%；实验室间相对标准偏差分别为6.7%~17%、7.3%~18%、6.9%~15%；重复性限r范围分别为：0.05 $\mu\text{g/L}$ ~0.2 $\mu\text{g/L}$ 、0.1 $\mu\text{g/L}$ ~0.3 $\mu\text{g/L}$ 、0.3 $\mu\text{g/L}$ ~0.5 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限R范围分别为：0.1 $\mu\text{g/L}$ ~0.3 $\mu\text{g/L}$ 、0.5 $\mu\text{g/L}$ ~1.1 $\mu\text{g/L}$ 、0.9 $\mu\text{g/L}$ ~1.9 $\mu\text{g/L}$ 。

荧光检测器的实验室内相对标准偏差分别为：3.2%~19%、1.0%~17%、1.0%~12%；实验室间相对标准偏差分别为：6.7%~18%、7.7%~19%、6.6%~15%；重复性限r范围分别为：0.02 $\mu\text{g/L}$ ~0.06 $\mu\text{g/L}$ 、0.05 $\mu\text{g/L}$ ~0.1 $\mu\text{g/L}$ 、0.1 $\mu\text{g/L}$ ~0.2 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限R范围分别为：0.03 $\mu\text{g/L}$ ~0.06 $\mu\text{g/L}$ 、0.1 $\mu\text{g/L}$ ~0.2 $\mu\text{g/L}$ 、0.3 $\mu\text{g/L}$ ~0.4 $\mu\text{g/L}$ 。

精密度结果参见附录B。

11.2 准确度

6家实验室分别对实验用水、地表水和生活污水的加标样品进行6次重复测定，紫外检测器的加标浓度为0.50 $\mu\text{g/L}$ 、2.50 $\mu\text{g/L}$ 和5.00 $\mu\text{g/L}$ ，荧光检测器的加标浓度为0.10 $\mu\text{g/L}$ （壬基酚为0.25 $\mu\text{g/L}$ ）、0.50 $\mu\text{g/L}$ 和1.25 $\mu\text{g/L}$ 。

紫外检测器实验用水加标回收率范围分别为 64.3%~106%、63.7%~110%、62.5%~103%；加标回收最终值为 89.1%±28.8%、84.2%±22.0%、87.7%±26.6%；地表水的加标回收率范围分别为：70.1%~108%、70.2%~107%、64.4%~115%；加标回收率最终值分别为：89.8%±21.3%、86.0%±16.7%、90.9%±22.8%；生活污水的加标回收率范围分别为 61.1%~111%、60.8%~117%、65.8%~111%；加标回收率最终值分别为：86.6%±20.5%、81.4%±21.3%、84.3%±19.2%。

荧光检测器实验用水加标回收率范围分别为：68.6%~110%、62.1%~110%、64.8%~97.7%；加标回收率最终值为 93.0%±17.0%、86.5%±25.6%、82.6%±13.2%。地表水的加标回收率范围分别为：61.3%~102%、65.1%~103%、65.3%~103%；加标回收率最终值分别为：88.3%±15.1%、87.2%±22.9%、82.3%±18.0%。生活污水的加标回收率范围分别为：60.0%~115%、62.0%~107%、60.7%~99.4%；加标回收率最终值分别为：91.5%±17.2%、85.4%±17.8%、80.1%±11.9%。

准确度结果参见附录 B。

12 质量控制和质量保证

12.1 空白实验

每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个样品/批）应至少测定一个实验室空白样品和一个全程序空白样品，测定结果应小于方法检出限。

12.2 标准曲线

每批样品应绘制标准曲线，标准曲线相关系数应 ≥ 0.995 ，否则应查找原因，重新绘制标准曲线。

每分析 20 个样品或每批次（少于 20 个样品）应选择标准曲线中间浓度点对仪器进行检测，其测定结果与该点浓度的相对误差应在 $\pm 20\%$ 以内，否则应重新绘制标准曲线。

12.3 平行样测定

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品）应至少分析 1 个平行样品，平行样的相对偏差应 $\leq 25\%$ 。

12.3 样品加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品）应至少做 1 个实际样品加标，实际样品加标浓度为样品浓度的 1~3 倍，如实际样品中未检出目标化合物，其加标浓度应为方法检出限的 3~10 倍。实际样品加标回收率应控制在 60%~120%之间。

13 废物处理

实验过程中产生的废液及分析后的高浓度样品应分类收集和保管，委托有资质的单位妥善处理。

14 注意事项

在样品采集、前处理及分析过程中不得使用塑料材质的器皿及耗材。

附录 A

(规范性附录)

方法检出限和测定下限

采用固相萃取法，取样体积为 200 ml 时，本方法中目标化合物的检出限和测定下限结果见表 A.1。

表 A.1 方法检出限和测定下限

序号	化合物名称	英文简称	CAS No.	紫外检测器		荧光检测器	
				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	双酚 A	Bisphenol A	80-05-7	0.2	0.8	0.03	0.12
2	4-特丁基酚	4-tert-Butylphenol	98-54-4	0.2	0.8	0.03	0.12
3	4-正丁基酚	4-n-Butylphenol	1638-22-8	0.2	0.8	0.03	0.12
4	4-正戊基酚	4-n-Pentylphenol	14938-35-3	0.2	0.8	0.03	0.12
5	4-正己基酚	4-n-Hexylphenol	2446-69-7	0.2	0.8	0.05	0.20
6	4-特辛基酚	4-tert-Octylphenol	140-66-9	0.2	0.8	0.03	0.12
7	4-正庚基酚	4-n-Heptylphenol	1987-50-4	0.2	0.8	0.06	0.24
8	壬基酚	Nonylphenol	25154-52-3	0.3	1.2	0.09	0.36
			84852-15-3				
9	4-正辛基酚	4-n-Octylphenol	1806-26-4	0.2	0.8	0.05	0.20
10	4-正壬基酚	4-n-Nonylphenol	104-40-5	0.2	0.8	0.06	0.24

附录 B

(资料性附录)

方法的精密度和准确度

采用固相萃取富集,测定三种不同浓度统一样品的精密度和准确度,方法精密度结果见表 B.1、B.2,方法准确度结果见表 B.3、B.4。

表 B.1 精密度汇总表 (紫外检测器)

化合物名称	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 r ($\mu\text{g/L}$)	重现性限 R ($\mu\text{g/L}$)
双酚 A	0.50	0.43	2.7~12	10	0.08	0.1
	2.50	2.11	0.7~10	13	0.2	0.8
	5.00	4.39	0.8~5.0	15	0.4	1.9
4-特丁基酚	0.50	0.44	2.6~13	7.9	0.09	0.1
	2.50	2.09	2.0~7.5	15	0.3	0.9
	5.00	4.34	0.9~4.4	15	0.4	1.8
4-正丁基酚	0.50	0.45	0.5~11	10	0.07	0.1
	2.50	2.09	1.1~5.3	11	0.2	0.6
	5.00	4.26	0.4~4.5	13	0.4	1.6
4-正戊基酚	0.50	0.43	2.0~7.3	14	0.06	0.2
	2.50	1.93	2.1~8.5	12	0.3	0.7
	5.00	4.17	0.7~5.1	10	0.4	1.3
4-正己基酚	0.50	0.45	2.2~12	13	0.08	0.2
	2.50	1.97	2.6~8.2	9.2	0.3	0.6
	5.00	4.19	0.8~4.1	12	0.3	1.4
4-特辛基酚	0.50	0.45	2.5~7.8	6.7	0.05	0.1
	2.50	2.01	1.8~7.7	10	0.3	0.6
	5.00	4.25	0.3~3.9	6.9	0.4	0.9
4-正庚基酚	0.50	0.38	2.6~11	17	0.1	0.2
	2.50	1.93	1.0~5.7	11	0.2	0.6
	5.00	4.20	1.3~5.9	9.5	0.5	1.2
壬基酚	0.50	0.39	5.2~6.1	8.4	0.06	0.1
	2.50	1.93	2.7~11	7.3	0.3	0.4
	5.00	3.87	2.1~4.3	10	0.3	1.1
4-正辛基酚	0.50	0.45	2.7~19	16	0.2	0.3

	2.50	1.96	1.3~2.7	9.3	0.1	0.5
	5.00	4.12	1.9~3.8	11	0.3	1.3
4-正壬基酚	0.50	0.41	3.6~10	11	0.07	0.1
	2.50	2.05	1.6~11	18	0.3	1.1
	5.00	4.04	2.2~5.6	15	0.5	1.8

表 B.2 精密度汇总表（荧光检测器）

化合物名称	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 r ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)
双酚 A	0.10	0.087	3.5~15	17	0.02	0.05
	0.50	0.433	2.4~7.5	16	0.06	0.2
	1.25	1.04	2.3~6.8	14	0.1	0.4
4-特丁基酚	0.10	0.091	4.1~15	18	0.02	0.05
	0.50	0.406	1.9~10	16	0.06	0.2
	1.25	1.06	2.8~8.1	12	0.2	0.4
4-正丁基酚	0.10	0.084	3.2~13	8.4	0.02	0.03
	0.50	0.419	3.2~7.7	16	0.05	0.2
	1.25	1.03	1.0~11	15	0.2	0.4
4-正戊基酚	0.10	0.085	4.6~13	7.0	0.02	0.03
	0.50	0.422	1.0~8.8	13	0.07	0.2
	1.25	1.00	1.8~11	10	0.2	0.3
4-正己基酚	0.10	0.089	3.2~12	15	0.02	0.04
	0.50	0.433	2.8~4.9	15	0.05	0.2
	1.25	1.03	4.3~7.3	11	0.2	0.4
4-特辛基酚	0.10	0.083	4.9~19	14	0.03	0.04
	0.50	0.423	1.5~7.9	14	0.06	0.2
	1.25	1.01	3.0~10	11	0.2	0.3
4-正庚基酚	0.10	0.082	6.1~16	11	0.03	0.04
	0.50	0.417	2.1~7.1	19	0.07	0.2
	1.25	0.980	3.5~10	12	0.2	0.4
壬基酚	0.25	0.191	8.2~15	6.7	0.06	0.06
	0.50	0.397	4.9~8.3	7.7	0.07	0.1
	1.25	1.01	4.1~8.8	13	0.2	0.4
4-正辛基酚	0.10	0.093	4.4~13	9.1	0.02	0.03
	0.50	0.415	2.2~17	14	0.1	0.2
	1.25	0.985	3.0~12	6.6	0.2	0.3
4-正壬基酚	0.10	0.082	4.4~17	11	0.03	0.03
	0.50	0.392	4.1~8.0	11	0.06	0.1
	1.25	0.970	3.6~9.5	9.5	0.2	0.3

表 B.3 准确度汇总表（紫外检测器）

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	回收率范围 (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
双酚 A	实验用水	0.50	78.1~96.8	85.6 \pm 17.1
		2.50	67.0~96.7	84.2 \pm 22.0
		5.00	65.3~103	87.7 \pm 26.6
	地表水	0.50	82.7~94.6	87.5 \pm 10.1
		2.50	78.6~98.3	86.0 \pm 16.7
		5.00	80.7~110	90.9 \pm 22.8
	生活污水	0.50	62.2~87.8	76.4 \pm 8.6
		2.50	67.6~100	78.4 \pm 14.7
		5.00	70.0~102	81.1 \pm 12.4
4-特丁基酚	实验用水	0.50	79.6~95.9	88.0 \pm 13.9
		2.50	66.3~101	83.4 \pm 12.6
		5.00	62.5~97.8	86.8 \pm 12.7
	地表水	0.50	80.1~108	89.8 \pm 23.1
		2.50	78.2~96.4	85.1 \pm 17.2
		5.00	67.3~96.3	83.3 \pm 18.7
	生活污水	0.50	68.7~106	80.0 \pm 15.2
		2.50	61.2~101	78.0 \pm 18.1
		5.00	66.8~106	79.0 \pm 14.8
4-正丁基酚	实验用水	0.50	81.2~103	89.1 \pm 18.0
		2.50	71.7~96.4	83.5 \pm 17.7
		5.00	64.6~96.2	85.2 \pm 21.6
	地表水	0.50	75.9~91.7	84.1 \pm 13.6
		2.50	78.6~99.5	86.4 \pm 18.0
		5.00	83.2~92.8	86.7 \pm 7.9
	生活污水	0.50	66.8~100	80.8 \pm 14.7
		2.50	66.8~98.3	76.6 \pm 14.9
		5.00	66.3~88.8	76.2 \pm 9.9
4-正戊基酚	实验用水	0.50	78.4~103	87.0 \pm 23.6
		2.50	63.7~93.0	77.1 \pm 18.8
		5.00	67.8~93.3	83.4 \pm 17.4
	地表水	0.50	74.1~94.6	82.8 \pm 14.9

		2.50	75.3~90.4	79.2±11.6	
		5.00	68.5~92.8	81.2±17.5	
		生活污水	0.50	68.6~91.7	76.7±9.4
			2.50	63.5~90.7	74.6±11.9
			5.00	65.8~84.5	73.6±8.0
4-正己基酚	实验用水	0.50	75.5~106	89.5±22.6	
		2.50	70.1~90.3	78.7±14.5	
		5.00	65.8~96.0	83.8±19.9	
	地表水	0.50	74.9~105	84.7±21.1	
		2.50	70.2~102	83.0±21.0	
		5.00	76.3~93.9	85.4±13.8	
	生活污水	0.50	65.1~111	81.7±20.3	
		2.50	63.1~102	77.9±17.2	
		5.00	66.4~93.1	75.8±10.1	
4-特辛基酚	实验用水	0.50	77.6~94.0	89.1±12.0	
		2.50	65.8~89.7	80.3±16.7	
		5.00	75.0~90.4	84.9±11.7	
	地表水	0.50	73.8~100	85.0±17.3	
		2.50	71.9~90.8	80.7±12.9	
		5.00	64.7~92.2	81.2±18.3	
	生活污水	0.50	73.2~91.8	82.6±17.5	
		2.50	62.0~86.1	73.4±17.6	
		5.00	71.0~82.3	75.3±9.8	
4-正庚基酚	实验用水	0.50	64.3~97.2	76.1±12.8	
		2.50	68.3~93.4	77.1±17.5	
		5.00	76.9~98.6	84.0±16.0	
	地表水	0.50	70.1~87.4	78.1±14.2	
		2.50	70.4~107	82.7±27.2	
		5.00	64.4~115	86.8±16.9	
	生活污水	0.50	61.1~104	78.8±17.6	
		2.50	62.4~117	81.4±21.3	
		5.00	69.2~111	84.3±19.2	
壬基酚	实验用水	0.50	70.8~86.6	76.6±13.0	
		2.50	70.3~84.5	76.9±11.3	
		5.00	67.9~85.7	77.5±15.7	

	地表水	0.50	75.9~88.4	82.7±8.6
		2.50	71.1~81.3	76.1±7.5
		5.00	68.4~84.2	76.4±13.1
	生活污水	0.50	73.0~105	83.1±12.0
		2.50	64.5~76.1	71.3±9.0
		5.00	69.2~86.7	74.9±13.4
4-正辛基酚	实验用水	0.50	65.4~105	89.1±28.8
		2.50	65.9~86.7	78.3±14.6
		5.00	66.4~90.4	82.4±17.7
	地表水	0.50	77.7~89.7	82.6±10.8
		2.50	71.9~89.0	80.8±13.4
		5.00	75.2~95.9	82.8±14.2
	生活污水	0.50	72.7~83.6	77.7±8.1
		2.50	66.3~89.5	73.7±9.0
		5.00	69.5~87.1	74.8±13.8
4-正壬基酚	实验用水	0.50	67.8~90.9	82.9±18.6
		2.50	66.3~110	82.0±14.8
		5.00	64.8~94.9	80.7±12.0
	地表水	0.50	75.8~99.5	83.8±17.6
		2.50	72.2~85.9	79.0±10.6
		5.00	64.6~105	79.9±14.4
	生活污水	0.50	68.2~111	90.3±18.4
		2.50	65.3~108	78.8±17.1
		5.00	66.2~85.9	73.8±7.9

表 B.4 准确度汇总表 (荧光检测器)

化合物名称	样品类型	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	回收率范围 (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
双酚 A	实验用水	0.10	68.6~105	87.0 \pm 14.7
		0.50	62.1~103	86.6 \pm 14.2
		1.25	65.4~96.3	83.1 \pm 24.2
	地表水	0.10	61.3~102	79.1 \pm 15.1
		0.50	74.0~100	86.8 \pm 11.5
		1.25	75.5~92.9	82.9 \pm 14.9
	生活污水	0.10	62.6~109	91.5 \pm 17.2
		0.50	66.9~103	83.0 \pm 15.7
		1.25	61.7~99.2	79.8 \pm 16.7
4-特丁基酚	实验用水	0.10	69.1~110	90.8 \pm 16.4
		0.50	68.6~104	81.0 \pm 13.1
		1.25	73.3~97.7	84.3 \pm 10.2
	地表水	0.10	72.4~101	81.3 \pm 20.2
		0.50	75.8~103	87.2 \pm 11.5
		1.25	72.5~94.9	82.3 \pm 18.0
	生活污水	0.10	61.4~112	76.7 \pm 22.7
		0.50	64.9~107	85.4 \pm 17.8
		1.25	62.9~96.4	79.4 \pm 15.5
4-正丁基酚	实验用水	0.10	73.9~94.8	83.9 \pm 14.1
		0.50	63.4~101	83.8 \pm 13.7
		1.25	67.0~97.4	82.4 \pm 12.1
	地表水	0.10	67.7~98.8	81.7 \pm 11.4
		0.50	68.2~102	82.3 \pm 12.6
		1.25	71.6~103	81.7 \pm 11.9
	生活污水	0.10	62.7~111	86.5 \pm 19.2
		0.50	66.0~102	81.3 \pm 16.7
		1.25	63.1~94.2	79.1 \pm 14.5
4-正戊基酚	实验用水	0.10	74.4~91.8	84.3 \pm 11.9
		0.50	66.5~99.8	84.3 \pm 11.2
		1.25	68.9~93.9	80.0 \pm 16.4
	地表水	0.10	67.8~92.8	79.5 \pm 19.9

		0.50	74.1~97.3	80.1±17.5
		1.25	70.3~92.3	73.9±17.1
		0.10	63.1~91.3	79.9±12.4
	生活污水	0.50	62.0~93.4	78.2±13.0
		1.25	60.7~92.1	75.3±13.7
4-正己基酚	实验用水	0.10	72.0~107	88.5±13.5
		0.50	66.0~104	86.5±25.6
		1.25	67.9~92.4	81.9±18.3
	地表水	0.10	80.3~102	88.3±15.1
		0.50	71.5~95.8	82.2±15.6
		1.25	72.5~91.8	81.5±16.8
	生活污水	0.10	66.3~86.4	75.4±14.7
		0.50	67.7~88.7	76.4±9.1
		1.25	63.9~86.0	74.0±10.0
4-特辛基酚	实验用水	0.10	71.9~104	82.4±23.7
		0.50	74.3~106	84.4±23.0
		1.25	71.3~91.9	80.4±17.6
	地表水	0.10	68.3~102	79.9±12.1
		0.50	65.1~99.1	80.2±11.3
		1.25	72.9~95.5	79.9±16.9
	生活污水	0.10	61.6~115	81.6±19.3
		0.50	68.3~91.4	76.4±10.2
		1.25	62.1~92.3	74.5±13.8
4-正庚基酚	实验用水	0.10	73.4~94.1	82.0±18.2
		0.50	67.1~110	83.4±15.5
		1.25	64.8~93.3	78.4±19.1
	地表水	0.10	62.0~87.4	75.1±9.8
		0.50	75.0~89.2	80.3±11.2
		1.25	70.4~93.5	80.5±18.0
	生活污水	0.10	64.6~112	85.6±15.9
		0.50	67.2~89.7	75.8±9.4
		1.25	63.5~91.1	74.8±12.6
壬基酚	实验用水	0.25	72.1~84.6	76.8±9.6
		0.50	73.3~90.8	79.4±12.3
		1.25	65.0~92.4	80.5±10.7

	地表水	0.25	68.7~82.7	74.2±10.1
		0.50	74.6~86.8	79.3±8.6
		1.25	65.3~88.9	78.1±19.1
	生活污水	0.25	66.0~87.3	74.7±15.7
		0.50	68.0~106	82.2±18.1
		1.25	68.7~99.4	81.0±11.9
4-正辛基酚	实验用水	0.10	76.9~99.8	93.0±17.0
		0.50	68.4~95.2	82.9±23.1
		1.25	72.3~84.1	78.6±10.4
	地表水	0.10	67.2~100	80.4±11.5
		0.50	74.2~84.4	79.6±7.6
		1.25	72.5~103	81.1±22.5
	生活污水	0.10	63.2~97.0	79.6±12.6
		0.50	65.8~86.4	72.1±15.9
		1.25	62.3~81.8	67.8±7.2
4-正壬基酚	实验用水	0.10	70.5~90.6	81.8±17.8
		0.50	63.3~87.1	78.3±16.7
		1.25	69.5~90.0	77.4±14.8
	地表水	0.10	62.3~95.0	75.8±11.5
		0.50	72.7~79.7	76.5±6.0
		1.25	66.7~91.3	75.1±16.8
	生活污水	0.10	60.0~84.1	72.6±8.7
		0.50	65.2~71.1	68.4±4.2
		1.25	63.2~71.3	66.6±6.1