

DB37

山东省地方标准

DB37/T 4078—2020

环境空气 挥发性有机物连续监测 气相色谱-氢火焰离子化检测器/质谱检测器联用法

Ambient air—Online determination of volatile organic compounds—Gas chromatography-flame ionization detector /mass spectrometer

2020 – 08 – 20 发布

2020 – 09 – 20 实施

山东省市场监督管理局 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 方法原理 1

5 干扰与消除 1

6 试剂与材料 2

7 仪器与设备 2

8 分析步骤 3

9 样品分析与测定 3

10 结果计算与表示 4

11 精密度与准确度 4

12 质量保证与质量控制 4

13 注意事项 5

附录 A（规范性附录） 方法检出限和测定下限 6

附录 B（资料性附录） 方法精密度和准确度 9

附录 C（资料性附录） 目标化合物参考信息 22

附录 D（资料性附录） 仪器参考条件及挥发性有机物总离子流图 27

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由山东省生态环境厅提出并组织实施。

本标准由山东省环保标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：山东省生态环境监测中心。

本标准主要起草人：李恒庆、潘齐、谷树茂、周成、徐标、王绪刚、丛吉明、丁君、潘光。

环境空气 挥发性有机物连续监测 气相色谱-氢火焰离子化检测器/质谱检测器联用法

1 范围

本标准规定了连续监测环境空气中挥发性有机物的气相色谱-氢火焰离子化检测器/质谱检测器联用法。

本标准适用于环境空气和无组织排放监控点空气中乙炔等100种挥发性有机物的测定；其它挥发性有机物通过本方法适用性验证的，也可采用本标准测定。

当使用仪器量程为 $(0\sim 50)\mu\text{mol/mol}$ ，进样体积为300 mL时，本方法检出限为 $0.2\mu\text{g}/\text{m}^3\sim 3\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，测定下限为 $0.8\mu\text{g}/\text{m}^3\sim 12\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。（详见附录A）。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 30431 实验室气相色谱仪

HJ 193 环境空气气态污染物（ SO_2 、 NO_2 、 O_3 、CO）连续自动监测系统安装验收技术规范

HJ 654 环境空气气态污染物（ SO_2 、 NO_2 、 O_3 、CO）连续自动监测系统技术要求及检测方法

HJ 818 环境空气气态污染物（ SO_2 、 NO_2 、 O_3 、CO）连续自动监测系统运行和质控技术规范

HJ 1010 环境空气挥发性有机物气相色谱连续监测系统技术要求及检测方法

3 术语和定义

下列术语与定义适用于本文件。

3.1

挥发性有机物 volatile organic compounds (VOCs)

参与大气光化学反应的有机化合物，或者根据规定的方法测量或核算确定的有机化合物。

4 方法原理

环境空气或标准气体以恒定流速进入采样系统，经除水、低温捕集浓缩后，加热脱附进入气相色谱（GC）分离，用氢火焰离子化检测器（FID）和质谱检测器（MS）进行检测，通过与标准物质质谱图和保留时间比较定性，外标法定量，得到挥发性有机物各组分的浓度。

5 干扰与消除

5.1 待测气体中的水分将导致测量结果偏低；应采用低温或其他等效方式除水，消除影响。

5.2 系统中残留的 VOCs 对样品测定有干扰；应在每次分析高浓度样品后，对系统进行充分反吹净化，消除影响。

6 试剂与材料

6.1 标准气体：浓度为 $1\ \mu\text{mol/mol}$ 。高压钢瓶保存，钢瓶压力不低于 $1.0\ \text{MPa}$ ，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。

6.2 标准使用气体：使用动态稀释仪（稀释倍数达 1 000 倍以上），将标准气体（6.1），用高纯氮气（6.3）稀释至 $20\ \text{nmol/mol}$ 。

6.3 高纯氮气： $\geq 99.999\%$ 或采用带除烃装置的等效的氮气发生器。

6.4 氢气： $\geq 99.999\%$ 或采用带除烃装置的等效的氢气发生器。

6.5 助燃气：经净化后的清洁空气。

7 仪器与设备

7.1 采集单元

7.1.1 样品采集单元主要由采样管路、采样泵和流量控制单元组成，用于环境空气挥发性有机物的连续自动采样。采样管路可采用符合 HJ 654 中要求的采样总管，也可直接采用满足要求的独立管路。采用多支路采样总管时，挥发性有机物的采样支管应位于采样总管的最前部，管路应尽可能短以减少对目标化合物的吸附。采样总管、采样支管、分析仪器等设备的安装及监测点位的设置应符合 HJ 193、HJ 654 的相关要求。

7.1.2 采样装置中样品通过的管路、阀门及连接部件的制作材料，应选用不与被监测有机物发生化学反应和不释放有干扰物质的材料，一般选择聚四氟乙烯、硼硅酸玻璃或不锈钢等材料。若使用不锈钢材料，需全程进行惰性化处理。

7.1.3 采样管路无需加热，为防止因室内外空气温度的差异而导致采样管路内壁结露对目标化合物吸附，采样管路应全程加装保温套。

7.1.4 为防止空气中颗粒物进入分析仪器，应在分析仪器与支管接头连接的管线之间，安装孔径 $\leq 5\ \mu\text{m}$ 的聚四氟乙烯过滤膜。

7.1.5 采样泵应选用无油采样泵，以稳定流速进行采样，每小时累积采样体积应不少于 $300\ \text{mL}$ 。

7.2 质控单元

质控单元主要由零气、标准气及稀释系统等组成，用于对分析仪器进行校准及定期核查。应具有自动核查功能，实现对挥发性有机物组分的定期自动核查，且频次可设置；应具备手动和/或自动校准的功能，采用外标法校准。

7.3 气源单元

气源单元主要由气源和管路等组成，用于提供系统运行所需的载气、燃气和助燃气等。根据监测系统使用需要，配备高纯氮气、氢气、助燃气等气源。气密性应满足 GB/T 30431 相关要求。

7.4 分析单元

7.4.1 富集模块对待测挥发性有机物组分进行富集浓缩，主要包括捕集管。可选用装有 carbon sieve

和 carbon B 混合填料的吸附管、空毛细管柱（去活石英或钝化金属），或其他等效技术。富集模块参考条件详见附录 D。

7.4.2 气相色谱应能实现目标化合物的有效分离。色谱参考条件、标准色谱图详见附录 D。

7.4.3 检测器应对目标化合物响应良好、稳定，符合 HJ 1010 相关要求。氢火焰离子化检测器应能判断检测器工作状态，并具有熄火自动点火功能；质谱检测器，应具有全扫描/选择离子扫描、自动/手动调谐、谱库检索等功能。质谱参考条件、标准色谱图详见附录 D。

7.4.4 应具有参考分析方法并可编辑。

7.4.5 具有记录工作过程中流量、温度、压力、色谱图及测量浓度等数据的功能，能自动识别色谱峰，峰高和峰面积可自动批量计算。

7.5 数据采集和传输单元

数据采集和传输单元用于采集、处理和存储监测数据，并能按指令传输监测数据和仪器设备工作状态信息，具体要求按照 HJ 1010 执行。

7.6 其他要求

监测系统工作条件、安全要求等应满足 HJ 193、HJ 654 相关标准要求。

8 分析步骤

8.1 仪器的安装调试

新购置的仪器安装后应依据操作手册设置各项参数，进行调试。调试指标、调试的检测方法和指标按照 HJ 193 和 HJ 1010 执行。

8.2 检查

仪器运行过程中需要进行零点检查、量程检查和线性检查，检查方法按照 HJ 818 中附录 B 执行。如果检查结果不合格，需对仪器进行校准，必要时对仪器进行维修。

仪器维修完成后，应进行线性检查，并对仪器进行重新校准。

9 样品分析与测定

9.1 绘制标准曲线

采用动态稀释仪稀释 1.0 nmol/mol、2.0 nmol/mol、5.0 nmol/mol、10.0 nmol/mol、20.0 nmol/mol、30.0 nmol/mol（可根据实际样品情况调整）的标准气体系列。从低浓度到高浓度依次取不少于 300 mL 校准标准气体，按照仪器参考条件，每个浓度样品分析 3 次，取平均值；以目标物浓度为横坐标，对应的响应值为纵坐标，绘制校准曲线。或分别抽取 30 mL、60 mL、150 mL、300 mL、600 mL、900 mL 标准使用气（6.2），每个浓度样品分析 3 次，取平均值；以目标物浓度为横坐标，对应的响应值为纵坐标，绘制目标物浓度分别为 1.0 nmol/mol、2.0 nmol/mol、5.0 nmol/mol、10.0 nmol/mol、20.0 nmol/mol、30.0 nmol/mol 的标准曲线。

9.2 样品的测定

将样品空气通入仪器，进行自动连续监测并记录挥发性有机物浓度。

10 结果计算与表示

10.1 定性分析

10.1.1 对于每个目标化合物，应通过校准曲线经过多次进样建立保留时间窗口，保留时间窗口为±3倍的保留时间标准偏差，样品中目标化合物的保留时间应在保留时间的窗口内。

10.1.2 质谱分析时：对于全扫描方式，目标化合物在标准质谱图中的丰度高于30%的所有离子应在样品质谱图中存在，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%。例如，当一个离子在标准质谱图中的相对丰度为30%，则该离子在样品质谱图中的丰度应在10%~50%之间。对于某些化合物，一些特殊的离子（如：分子离子峰），如果其相对丰度低于30%，也应该作为判别化合物的依据。如果实际样品存在明显的背景干扰，则在比较时应扣除背景影响。对于SIM方式，目标化合物的确认离子应在样品中存在。对于落在保留时间窗口中的每个化合物，样品中确认离子相对于定量离子的相对丰度与通过最近校准标准获得的相对丰度的绝对值偏差应小于20%。

10.2 定量分析

用下式计算环境空气中目标化合物的浓度 ρ ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)。

$$\rho = \frac{A_x}{A_i} \times \frac{M_i}{V_s} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ ——样品中目标化合物的浓度， $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ；

A_x ——样品中目标化合物的峰面积；

A_i ——标准样品中目标化合物的峰面积；

M_i ——目标化合物的摩尔质量， g/mol ；

V_s ——24.5（参比状态）或22.4（标准状态）下，气体的摩尔体积， L/mol 。

10.3 结果表示

测定结果的小数点位数与检出限一致，最多保留三位有效数字。

11 精密度与准确度

11.1 精密度

6家验证实验室分别对浓度为2.5 nmol/mol、15.0 nmol/mol、25.0 nmol/mol的样品进行了6次重复测定，实验室内相对标准偏差分别为：1.1%~15%，0.6%~21%，0.7%~18%；实验室间相对标准偏差分别为：2.6%~17%，4.2%~15%，0.6%~24%；重复性限为：0.4 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ~4.8 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，1.4 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ~35 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，3.9 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ~53 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ；再现性限为：0.8 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ~8.6 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，3.3 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ~91 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，5.1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ~68 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。详见附录B。

11.2 准确度

6家实验室分别对加标量为2.5 nmol/mol的环境空气样品进行加标回收率测定，加标回收率为：83.6%~99.2%。详见附录B。

12 质量保证与质量控制

12.1 采样流量（或体积）与设定值误差超过 $\pm 10\%$ 时应检查气路，对流量（体积）进行校正，每6个月对质量流量计校准一次。

12.2 每日做一次中间浓度核查，测定结果与对应浓度的相对误差 $\leq 30\%$ ，少数目标物的相对误差 $\leq 40\%$ ；每月应开展一次多点线性检查（5个点），校准曲线的相关系数 ≥ 0.990 ；或相对响应因子的相对标准偏差（RSD） $\leq 30\%$ ；少数目标物的相对误差 $\leq 40\%$ ；当不满足上述技术要求时，应检查原因或重新绘制曲线。

12.3 每日做一次空白检验，空白值应低于方法检出限，否则应查找原因，并采取相应措施，消除干扰或污染。

12.4 仪器维护。更换色谱柱、改变分析条件，更换灯丝、清洗离子源后应重新进行质谱调谐；质谱调谐后应重新进行分析系统的标定。

13 注意事项

13.1 及时更换过滤膜、标气罐，维护氢空一体机（如：添加去离子水、定期更换硅胶和活性炭等）。采用空管捕集时，应采用吸附管（如内含碱石棉材质）或其他等效方式去除二氧化碳干扰，并及时更换二氧化碳吸附管（丙烷峰拖尾时）。采用吸附管作为捕集管的应及时更换吸附管。

13.2 分析高浓度样品后，应增加空白检验，确保分析系统无残留。

13.3 当空气中湿度含量较大时，应提升除水效果，必要时增加除水装置。

附 录 A
(规范性附录)
方法检出限和测定下限

当采样体积为300 mL时，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	目标化合物	检出限 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	测定下限 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
1	1, 1, 1-三氯乙烷	2	8
2	1, 1, 2, 2-四氯乙烷	2	8
3	1, 1, 2-三氯乙烷	2	8
4	1, 1-二氯乙烷	2	8
5	1, 1-二氯乙烯	0.7	3
6	1, 2, 3-三甲基苯	2	8
7	1, 2, 4-三甲基苯	2	8
8	1, 2-二溴乙烷	3	12
9	1, 2-二氯苯	2	8
10	1, 2-二氯乙烷	2	8
11	1, 2-二氯丙烷	2	8
12	1, 3, 5-三甲苯	3	12
13	1, 3-丁二烯	0.5	2
14	1, 3-二氯苯	2	8
15	1, 4-二氯苯	2	8
16	1-丁烯	0.9	3.6
17	1-己烯	0.7	2.8
18	1-戊烯	0.9	3.6
19	2, 2, 4-三甲基戊烷	2	8
20	2, 2-二甲基丁烷	0.7	2.8
21	2, 3, 4-三甲基戊烷	2	8
22	2, 3-二甲基丁烷	0.7	2.8
23	2, 3-二甲基戊烷	2	8
24	2, 4-二甲基戊烷	0.9	3.6
25	2-甲基正庚烷	2	8
26	2-甲基己烷（异正庚烷）	0.8	3.2
27	2-甲基戊烷	0.8	3.2

表 A.1 方法检出限和测定下限（续）

序号	目标化合物	检出限 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	测定下限 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
28	3-甲基正庚烷	2	8
29	3-甲基己烷	0.9	3.6
30	3-甲基戊烷	0.9	3.6
31	丙酮	2	8
32	乙炔	0.2	0.8
33	丙烯醛	0.8	3.2
34	苯	2	8
35	苄基氯	2	8
36	一溴二氯甲烷	2	8
37	三溴甲烷	3	12
38	溴甲烷	2	8
39	二硫化碳	0.7	2.8
40	四氯化碳	2	8
41	氯苯	2	8
42	二溴一氯甲烷	2	8
43	氯乙烷	2	8
44	三氯甲烷	2	8
45	氯甲烷	1	4
46	顺-1,2-二氯乙烯	2	8
47	顺式-1,3-二氯丙烯	2	8
48	顺-2-丁烯	0.6	2.4
49	顺-2-戊烯	0.7	2.8
50	环己烷	2	8
51	环戊烷	2	8
52	乙烷	0.4	1.6
53	乙酸乙酯	0.9	3.6
54	乙基苯	2	8
55	乙烯	2	8
56	氟利昂 11（三氯一氟甲烷）	0.9	3.6
57	氟利昂 113（三氯三氟乙烷）	2	8
58	氟利昂 114（二氯四氟乙烷）	2	8
59	氟利昂 12（二氯二氟甲烷）	3	12
60	异丁烷	2	8
61	异戊烷	2	8
62	异戊二烯	0.5	2
63	异丙醇	0.6	2.4

表 A.1 方法检出限和测定下限（续）

序号	目标化合物	检出限 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	测定下限 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
64	异丙基苯	1	4
65	间/对-二甲苯	2	8
66	间二乙基苯	2	8
67	甲基丙烯酸甲酯	2	8
68	甲基环己烷	2	8
69	甲基环戊烷	1	4
70	二氯甲烷	2	8
71	2-丁酮（MEK）	0.8	3.2
72	间乙基甲苯	2	8
73	甲基叔丁基醚	0.9	3.6
74	正丁烷	0.7	2.8
75	正正癸烷	2	8
76	正十二烷	3	12
77	正庚烷	3	12
78	正己烷	2	8
79	正辛烷	2	8
80	正壬烷	3	12
81	正戊烷	1	4
82	丙基苯	2	8
83	正十一烷	3	12
84	邻乙基甲苯	2	8
85	邻二甲苯	2	8
86	对二乙基苯	2	8
87	对乙基甲苯	2	8
88	丙烷	2	8
89	丙烯	0.6	2.4
90	苯乙烯	2	8
91	四氯乙烯	2	8
92	四氢呋喃	0.6	2.4
93	甲苯	2	8
94	反-1,2-二氯乙烯	1	4
95	反-1,3-二氯-1-丙烯	2	8
96	反-2-丁烯	0.5	2
97	反-2-戊烯	0.7	2.8
98	三氯乙烯	2	8
99	乙酸乙烯酯	0.8	3.2
100	氯乙烯	0.6	2.4

附 录 B
(资料性附录)
方法精密度和准确度

方法精密度指标见表B.1。方法准确度指标见表B.2。

表 B.1 方法精密度

化合物名称	精密度统计结果					
	浓度水平	总均值 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 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
1,1,1-三氯乙烷	低	2.47	1.4~12.9	4.5	2.3	2.8
	中	15.4	1.8~6.6	7.3	8.8	21
	高	24.8	1.9~8.7	4.0	24	27
1,1,2,2-四氯乙烷	低	2.44	2.1~4.8	6.8	1.9	3.9
	中	15.7	2.1~4.5	9.8	12	34
	高	25.0	2.0~7.0	3.4	22	27
1,1,2-三氯乙烷	低	2.59	1.6~4.7	9.5	1.5	4.3
	中	15.5	2.4~3.9	8.1	7.0	22
	高	25.0	2.3~7.5	4.7	19	26
1,1-二氯乙烷	低	2.44	1.7~7.6	5.4	1.3	2.0
	中	15.2	1.6~5.2	7.2	5.9	15
	高	24.4	2.9~8.5	4.6	18	22
1,1-二氯乙烯	低	2.44	2.6~5.7	3.7	1.2	1.6
	中	15.1	2.9~4.6	5.8	6.7	13
	高	24.1	2.8~8.8	5.6	18	23
1,2,3-三甲基苯	低	2.33	2.5~8.2	10.0	1.8	3.9
	中	15.8	2.8~7.6	9.9	14	27
	高	24.3	2.6~10.0	2.2	23	23
1,2,4-三甲基苯	低	4.82	2.5~8.5	5.0	3.8	5.0
	中	31.4	1.0~11.2	10.7	35	47
	高	48.5	3.1~8.6	2.7	38	40
1,2-二溴乙烷	低	2.58	1.7~8.5	9.7	2.9	6.4
	中	15.6	2.1~5.0	7.8	14	31
	高	25.2	2.1~6.6	3.5	23	30
1,2-二氯苯	低	2.46	2.4~8.2	6.1	2.1	3.4
	中	15.7	2.2~5.9	8.5	13	27
	高	23.8	2.0~7.2	5.5	20	30

表 B.1 方法精密度（续）

化合物名称	精密度统计结果					
	浓度水平	总均值 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 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
1,2-二氯乙烷	低	2.50	1.3~10.5	7.2	1.5	2.6
	中	15.5	2.1~5.2	7.4	6.2	16
	高	25.0	1.2~9.2	5.4	18	24
1,2-二氯丙烷	低	2.49	1.5~9.3	3.8	1.6	2.0
	中	15.2	1.6~5.1	7.2	5.8	17
	高	24.7	2.9~8.6	3.9	20	23
1,3,5-三甲苯	低	5.06	2.5~5.8	5.1	3.2	4.8
	中	31.7	0.8~9.4	8.8	29	50
	高	49.4	1.8~7.7	1.6	33	33
1,3-丁二烯	低	2.44	2.5~6.3	10.4	0.8	1.9
	中	14.5	1.9~8.2	10.8	4.8	12
	高	23.1	3.7~8.4	12.6	11	22
1,3-二氯苯	低	2.43	2.1~6.5	9.5	2.3	4.7
	中	15.9	2.2~7.2	7.7	17	27
	高	24.5	1.5~7.8	2.4	19	20
1,4-二氯苯	低	2.46	2.1~11.5	6.0	3.3	4.1
	中	16.0	1.7~6.8	7.5	17	27
	高	24.6	1.2~3.8	0.6	13	13
1-丁烯	低	2.48	2.4~6.5	8.8	0.7	1.7
	中	15.1	2.8~3.4	10.4	3.2	12
	高	23.8	3.2~8.1	11.9	8.0	22
1-己烯	低	2.42	2.5~8.4	5.1	1.4	1.8
	中	15.0	1.9~4.3	6.0	4.5	11
	高	24.0	3.6~9.2	4.7	16	19
1-戊烯	低	2.45	2.2~7.5	6.1	1.0	1.6
	中	14.9	1.9~4.3	7.6	4.3	11
	高	24.4	3.0~6.4	7.0	11	18
2,2,4-三甲基戊烷	低	2.49	1.4~9.1	5.3	1.5	2.3
	中	15.0	1.8~10.2	5.7	13	17
	高	24.0	3.2~7.0	6.0	18	26
2,2-二甲基丁烷	低	2.39	2.5~6.3	5.8	1.2	1.9
	中	14.8	1.5~8.4	6.8	7.7	13
	高	23.3	3.0~7.8	5.5	13	18

表 B.1 方法精密度（续）

化合物名称	精密度统计结果					
	浓度水平	总均值 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 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
2,3,4-三甲基戊烷	低	2.46	1.7~15.0	5.7	2.2	2.8
	中	14.7	2.1~6.1	6.4	8.7	16
	高	23.9	2.8~6.6	5.3	16	23
2,3-二甲基丁烷	低	2.34	2.6~9.0	14.8	1.4	4.0
	中	15.2	2.3~13.6	10.2	10	20
	高	23.9	2.5~7.3	13.5	15	38
2,3-二甲基戊烷	低	2.49	1.4~14.3	3.9	2.2	2.3
	中	15.6	1.8~7.0	6.3	11	17
	高	24.8	4.3~10.7	4.8	22	25
2,4-二甲基戊烷	低	2.41	1.4~7.3	5.4	1.4	2.1
	中	14.5	1.5~5.3	8.0	7.1	16
	高	23.3	4.0~8.0	5.9	18	24
2-甲基正庚烷	低	2.51	1.7~6.5	7.9	1.6	3.1
	中	15.1	1.8~8.0	8.0	12	21
	高	24.7	3.6~5.5	5.2	17	24
2-甲基己烷（异正庚烷）	低	2.45	1.3~8.6	5.3	1.3	2.0
	中	14.7	2.3~3.8	7.5	6.3	15
	高	24.1	1.4~7.6	5.8	18	24
2-甲基戊烷	低	2.43	2.5~6.0	9.8	1.1	2.8
	中	15.2	2.6~20.7	9.6	17	22
	高	24.2	1.7~9.0	5.2	14	19
3-甲基正庚烷	低	2.48	1.5~4.7	6.4	1.1	2.5
	中	15.4	1.8~7.0	7.5	11	20
	高	24.9	3.3~6.8	5.2	19	25
3-甲基己烷	低	2.44	1.3~6.6	5.1	1.1	1.8
	中	14.9	1.9~4.1	7.4	5.9	15
	高	24.2	3.9~8.2	4.8	19	23
3-甲基戊烷	低	2.44	1.8~4.7	6.0	0.9	1.8
	中	14.5	1.1~4.2	6.5	4.7	11
	高	23.7	3.4~6.9	6.1	13	20
丙酮	低	2.46	2.6~7.5	5.4	1.0	1.4
	中	15.4	1.7~6.9	6.6	5.2	8.7
	高	24.8	2.0~6.9	4.8	9.3	13

表 B.1 方法精密度（续）

化合物名称	精密度统计结果					
	浓度水平	总均值 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 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
乙炔	低	2.70	1.9~5.5	16.6	0.4	1.5
	中	15.7	2.1~4.1	10.0	1.6	5.3
	高	25.1	3.0~7.6	4.3	4.1	5.1
丙烯醛	低	2.41	1.8~9.9	12.7	1.0	2.3
	中	15.1	1.9~8.6	7.4	5.8	9.4
	高	25.0	3.0~10.4	2.6	13	13
苯	低	5.14	1.4~8.1	3.8	2.1	2.7
	中	30.4	1.0~2.6	6.8	6.4	21
	高	48.9	2.3~7.0	4.2	25	30
苧基氯	低	2.46	2.1~8.4	8.9	2.4	4.1
	中	15.3	1.0~10.7	10.9	16	31
	高	23.4	3.5~6.4	6.2	20	29
一溴二氯甲烷	低	2.53	1.4~10.3	6.1	2.6	3.9
	中	15.6	1.8~4.6	7.6	10	26
	高	25.1	2.6~9.3	4.3	30	35
三溴甲烷	低	2.51	1.6~7.5	5.0	4.0	5.4
	中	15.9	2.1~4.6	5.8	19	34
	高	24.5	2.7~5.7	1.6	36	36
溴甲烷	低	2.60	2.4~11.1	11.7	1.8	4
	中	15.9	2.1~9.1	12.9	12	27
	高	25.4	2.6~17.8	11.7	37	49
二硫化碳	低	2.46	2.7~5.1	7.3	1.0	2.0
	中	15.3	2.1~6.4	7.0	5.2	12
	高	24.4	2.6~8.5	5.2	14	18
四氯化碳	低	2.54	1.4~8.1	6.2	2.1	3.6
	中	15.4	1.5~11.6	5.3	18	23
	高	24.9	2.9~9.7	2.9	30	31
氯苯	低	2.61	1.6~12.9	10.7	2.1	4.4
	中	15.9	1.2~4.9	7.5	8.5	19
	高	25.4	2.0~5.5	2.7	13	15
二溴一氯甲烷	低	2.60	1.7~7.2	9.3	2.3	6.3
	中	15.7	2.0~4.7	8.0	11	28
	高	24.9	2.2~7.8	4.0	23	29

表 B.1 方法精密度 (续)

化合物名称	精密度统计结果					
	浓度水平	总均值 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 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
氯乙烷	低	2.40	1.3~7.9	6.2	0.9	1.5
	中	15.5	1.9~3.3	5.2	3.0	7.1
	高	23.8	2.6~12.9	5.3	16	18
三氯甲烷	低	2.56	1.4~10.5	6.4	0.8	1.4
	中	15.7	2.1~5.9	6.8	7.9	18
	高	25.0	3.1~9.1	4.4	21	25
氯甲烷	低	2.59	2.2~8.8	6.2	0.8	1.3
	中	15.6	1.8~10.2	6.4	4.8	7.7
	高	24.6	1.5~13.4	5.4	13	15
顺-1,2-二氯乙烯	低	2.39	1.9~10.4	4.7	1.6	2.0
	中	15.1	2.1~7.4	6.6	7.2	14
	高	24.5	2.9~7.6	3.8	15	18
顺式-1,3-二氯丙烯	低	2.50	1.8~12.5	5.7	2.2	2.9
	中	15.7	2.2~6.0	6.2	8.7	16
	高	25.4	2.7~9.0	3.7	19	22
顺-2-丁烯	低	2.53	1.4~4.8	8.6	0.6	1.7
	中	15.1	1.4~7.1	14.9	4.0	17
	高	23.6	2.9~8.8	16.3	9.8	29
顺-2-戊烯	低	2.28	2.6~6.4	11.8	0.9	2.5
	中	15.2	1.8~3.8	7.4	3.9	11
	高	24.0	2.3~7.4	5.9	12	16
环己烷	低	5.04	1.4~8.8	3.2	2.2	2.6
	中	30.7	0.9~3.4	6.3	8.1	20
	高	49.2	2.4~7.0	3.3	24	28
环戊烷	低	2.49	2.6~5.1	3.8	0.9	1.2
	中	15.2	1.4~46	6.1	4.3	9.2
	高	24.5	2.5~7.5	5.1	12	16
乙烷	低	2.55	1.8~6.5	6.5	0.5	0.8
	中	15.2	2.6~5.5	4.3	2.4	3.3
	高	24.2	1.8~14.7	9.9	6.6	11
乙酸乙酯	低	2.35	2.0~4.6	8.1	1.1	2.3
	中	15.0	1.9~16.4	8.5	12	20
	高	23.9	1.3~14.6	4.6	23	24

表 B.1 方法精密度（续）

化合物名称	精密度统计结果					
	浓度水平	总均值 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 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
乙基苯	低	5.22	2.4~6.5	4.5	2.7	4.0
	中	31.9	1.5~5.4	8.8	15	40
	高	50.3	2.4~6.6	2.1	30	30
乙烯	低	2.81	1.1~13.0	9.6	0.7	1.2
	中	14.9	1.7~3.4	9.8	1.4	3.7
	高	24.8	1.9~6.2	10.0	3.9	9.4
氟利昂 11	低	2.41	1.9~6.7	3.1	1.9	13
	中	14.9	2.4~5.9	5.8	10	17
	高	23.6	1.1~8.8	5.6	26	33
氟利昂 113	低	2.40	2.1~6.5	4.6	2.5	3.4
	中	14.8	2.4~9.4	5.2	19	25
	高	24.0	1.3~7.9	5.5	29	41
氟利昂 114	低	2.29	2.6~6.9	9.1	2.3	5.0
	中	14.9	2.0~6.4	6.7	12	24
	高	23.4	2.6~8.7	4.6	33	38
氟利昂 12	低	2.33	1.2~5.2	11.8	1.6	4.5
	中	14.7	2.4~8.1	6.7	11	18
	高	23.7	4.5~10.4	7.6	26	36
异丁烷	低	2.50	2.5~9.3	7.5	0.9	1.6
	中	15.4	2.4~4.4	6.9	3.3	8.2
	高	24.8	2.0~7.7	6.7	9.0	15
异戊烷	低	2.47	2.0~7.5	3.5	1.0	1.2
	中	14.9	2.2~3.2	6.0	3.8	8.9
	高	24.1	1.9~6.0	7.3	9.0	18
异戊二烯	低	2.35	2.5~8.0	7.5	0.9	1.7
	中	15.1	1.9~4.4	6.0	3.6	8.4
	高	23.4	5.1~8.2	7.5	14	20
异丙醇	低	2.44	3.3~7.8	12.8	1.4	2.7
	中	14.7	2.9~8.6	9.0	6.2	12
	高	24.4	4.1~10.8	11.2	15	25
异丙基苯	低	2.38	1.9~6.8	5.8	1.4	2.5
	中	15.8	1.7~6.2	8.9	11	24
	高	24.4	2.1~7.6	2.3	21	21

表 B.1 方法精密度 (续)

化合物名称	精密度统计结果					
	浓度水平	总均值 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 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
间/对-二甲苯	低	10.2	1.9~5.0	5.7	4.2	8.6
	中	63.4	1.3~5.9	10.1	32	91
	高	99.5	2.3~5.1	2.7	53	60
间二乙基苯	低	2.42	2.5~6.4	8.6	1.9	3.9
	中	15.3	3.6~10.5	11.1	19	33
	高	23.5	3.2~9.2	4.9	24	29
甲基丙烯酸甲酯	低	2.48	1.6~11.8	6.1	1.7	2.4
	中	15.0	2.4~5.2	7.5	6.5	16
	高	24.8	1.8~8.6	4.5	16	20
甲基环己烷	低	2.49	1.7~8.6	3.9	1.3	1.7
	中	15.0	1.7~3.7	5.8	4.5	12
	高	24.1	2.9~8.0	4.5	16	20
甲基环戊烷	低	2.38	1.4~10.3	4.2	1.4	1.6
	中	14.9	1.6~5.7	8.1	4.4	11
	高	24.1	2.0~8.3	5.6	14	19
二氯甲烷	低	2.42	2.4~7.1	9.3	1.8	2.8
	中	15.4	2.2~6.0	7.6	6.6	14
	高	24.7	4.9~8.7	6.3	18	24
2-丁酮 (MEK)	低	2.33	2.7~4.1	11.0	0.7	2.4
	中	15.6	2.4~10.	7.8	7.2	13
	高	24.9	1.2~8.3	4.2	12	14
间乙基甲苯	低	2.28	2.5~7.1	7.7	1.8	3.1
	中	15.9	1.7~8.1	8.8	14	25
	高	24.8	2.3~8.2	1.7	18	18
甲基叔丁基醚	低	2.32	2.5~4.9	9.0	1.1	2.5
	中	14.9	2.3~8.1	7.7	7.7	15
	高	24.2	2.9~7.2	4.5	16	19
正丁烷	低	2.51	2.1~5.4	6.5	0.7	1.4
	中	14.8	1.1~3.7	7.9	2.7	8.8
	高	23.8	2.2~8.2	10.0	8.5	19
正正癸烷	低	2.39	2.5~7.9	7.7	2.4	3.9
	中	15.5	3.3~17.8	4.8	29	29
	高	24.4	1.7~8.3	4.1	26	30

表 B.1 方法精密度（续）

化合物名称	精密度统计结果					
	浓度水平	总均值 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 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
正十二烷	低	2.09	2.4~8.6	16.6	2.6	7.8
	中	13.4	2.3~14.9	12.1	20	39
	高	21.0	2.5~12.4	13.4	35	68
正庚烷	低	5.14	1.4~7.2	4.2	2.4	3.5
	中	30.5	0.9~2.7	8.0	9	32
	高	49.0	2.7~7.3	4.8	32	42
正己烷	低	5.01	1.2~4.1	2.6	1.5	2.0
	中	30.0	1.1~4.5	5.5	7.2	19
	高	49.0	2.0~8.0	4.2	29	34
正辛烷	低	2.48	1.5~7.0	5.3	1.4	2.3
	中	15.4	2.9~5.9	10.2	10	25
	高	25.0	3.2~7.6	6.6	20	30
正壬烷	低	2.59	2.0~8.9	9.8	1.7	4.4
	中	15.6	2.5~10.9	8.0	18	26
	高	24.7	2.1~6.9	2.9	19	29
正戊烷	低	2.44	1.7~9.5	6.9	1.0	1.8
	中	15.1	1.6~3.8	8.1	3.8	12
	高	24.2	2.1~7.0	7.8	9.4	19
丙基苯	低	2.48	2.5~7.3	5.1	1.4	2.3
	中	16.0	2.6~7.4	8.0	12	22
	高	24.7	2.5~6.4	2.7	17	19
正十一烷	低	2.39	2.5~9.5	12.9	2.9	6.6
	中	14.6	2.3~17.8	8.2	27	34
	高	22.5	3.0~12.9	7.8	39	50
邻乙基甲苯	低	2.42	2.6~8.0	8.5	14	28
	中	16.0	3.7~7.0	10.2	15	18
	高	24.6	2.2~6.7	3.1	3.2	5.1
邻二甲苯	低	5.16	2.2~8.1	6.0	3.2	5.1
	中	31.5	1.9~6.7	9.9	19	45
	高	49.1	2.7~6.8	2.6	28	31
对二乙基苯	低	2.46	2.5~12.7	8.6	3.0	4.5
	中	15.4	2.4~10.6	12.2	19	36
	高	24.0	3.2~10.0	4.2	25	29

表 B.1 方法精密度 (续)

化合物名称	精密度统计结果					
	浓度水平	总均值 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 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
对乙基甲苯	低	5.03	2.6~13.1	4.6	4.8	5.5
	中	32.3	1.1~6.1	9.5	24	51
	高	49.8	2.1~8.5	1.2	36	36
丙烷	低	2.63	1.4~6.5	3.4	0.7	0.8
	中	16.2	0.7~6.9	6.8	12	17
	高	26.6	1.4~13.6	8.6	35	35
丙烯	低	5.17	2.6~9.7	2.7	1.6	1.6
	中	32.7	1.1~8.9	9.0	8.3	18
	高	53.4	2.1~8.4	8.0	17	27
苯乙烯	低	4.76	2.5~8.6	6.1	2.1	4.2
	中	31.6	3.6~5.5	9.5	20	43
	高	48.7	2.7~10.0	4.7	36	44
四氯乙烯	低	2.55	2.1~6.4	7.9	2.2	4.6
	中	15.4	2.0~4.4	6.6	9.7	23
	高	24.9	1.3~6.5	3.0	22	25
四氢呋喃	低	2.33	2.6~10.5	8.3	1.2	2.1
	中	15.0	1.8~10.0	6.6	6.1	10
	高	24.5	2.3~8.0	3.8	12	14
甲苯	低	5.29	1.8~6.1	5.6	2.5	4.1
	中	31.5	1.6~3.1	9.3	9.0	35
	高	50.5	3.0~7.1	23.5	27	36
反-1,2-二氯乙烯	低	2.43	1.6~7.2	5.2	1.3	1.9
	中	15.2	1.8~3.9	6.8	5.8	14
	高	24.7	1.2~8.4	4.1	14	18
反-1,3-二氯-1-丙烯	低	2.51	1.6~6.3	6.9	1.4	2.8
	中	15.6	1.4~6.4	7.6	7.2	18
	高	25.3	1.8~7.1	4.2	16	21
反-2-丁烯	低	2.49	2.6~7.4	7.7	0.8	1.5
	中	14.8	2.1~5.4	5.0	3.8	6.2
	高	23.0	2.8~13.2	11.5	10	21
反-2-戊烯	低	2.25	1.6~4.5	9.5	0.6	2.0
	中	15.0	1.1~3.9	9.2	4.0	13
	高	24.2	3.0~6.8	6.4	11	17

表 B.1 方法精密度（续）

化合物名称	精密度统计结果					
	浓度水平	总均值 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 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
三氯乙烯	低	2.54	1.8~6.6	6.5	1.7	3.1
	中	15.1	2.4~4.5	9.4	7.5	25
	高	24.9	1.9~8.0	5.3	18	27
乙酸乙烯酯	低	2.46	2.6~5.7	9.4	1.2	2.7
	中	15.2	2.0~5.2	7.0	6.3	13
	高	26.3	0.8~10.5	6.7	18	25
氯乙烯	低	2.48	2.5~6.4	8.5	1.0	1.9
	中	15.1	1.2~7.9	4.2	5.3	6.9
	高	23.4	4.0~9.4	3.6	14	14

表 B.2 方法准确度

化合物名称	加标浓度 nmol/mol	$\overline{P}$ (%)	$S_{\overline{P}}$	$\overline{P} \pm 2 S_{\overline{P}}$ (%)
1, 1, 1-三氯乙烷	2.5	91.4	7.0	91.4±14.0
1, 1, 2, 2-四氯乙烷	2.5	95.5	5.8	95.5±11.6
1, 1, 2-三氯乙烷	2.5	95.8	4.8	95.8±9.60
1, 1-二氯乙烷	2.5	94.5	4.7	94.5±9.40
1, 1-二氯乙烯	2.5	91.6	8.5	91.6±17.0
1, 2, 3-三甲基苯	2.5	95.7	6.4	95.7±12.8
1, 2, 4-三甲基苯	2.5	99.0	4.9	99.0±9.80
1, 2-二溴乙烷	2.5	93.5	8.2	93.5±16.4
1, 2-二氯苯	2.5	96.9	6.4	96.9±12.8
1, 2-二氯乙烷	2.5	92.9	7.3	92.9±14.6
1, 2-二氯丙烷	2.5	93.7	4.6	93.7±9.20
1, 3, 5-三甲苯	2.5	95.3	3.5	95.3±7.00
1, 3-丁二烯	2.5	86.0	14.4	86.0±28.8
1, 3-二氯苯	2.5	88.0	10.7	88.0±21.4
1, 4-二氯苯	2.5	83.6	17.1	83.6±34.2
1-丁烯	2.5	86.2	15.4	86.2±30.8
1-己烯	2.5	87.1	9.0	87.1±18.0
1-戊烯	2.5	84.7	15.2	84.7±30.4
2, 2, 4-三甲基戊烷	2.5	89.0	16.1	89.0±32.2
2, 2-二甲基丁烷	2.5	86.8	9.5	86.8±19.0
2, 3, 4-三甲基戊烷	2.5	88.9	14.1	88.9±28.2
2, 3-二甲基丁烷	2.5	87.9	11.6	87.9±23.2
2, 3-二甲基戊烷	2.5	92.0	13.5	92.0±27.0
2, 4-二甲基戊烷	2.5	92.1	12.8	92.1±25.6
2-甲基正庚烷	2.5	87.3	13.7	87.3±27.4
2-甲基己烷（异正庚烷）	2.5	88.6	11.7	88.6±23.4
2-甲基戊烷	2.5	91.9	5.6	91.9±11.2
3-甲基正庚烷	2.5	89.2	12.4	89.2±24.8
3-甲基己烷	2.5	89.6	10.0	89.6±20.0
3-甲基戊烷	2.5	89.1	8.1	89.1±16.2
丙酮	2.5	94.6	7.4	94.6±14.8
乙炔	2.5	91.5	15.4	91.5±30.8
丙烯醛	2.5	86.2	9.6	86.2±19.2
苯	2.5	93.9	9.3	93.9±18.6
苄基氯	2.5	90.5	10.9	90.5±21.8

表 B.2 方法准确度 (续)

化合物名称	加标浓度 nmol/mol	$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$ (%)
一溴二氯甲烷 (一溴二氯甲烷)	2.5	92.3	8.8	92.3±17.6
三溴甲烷 (三溴甲烷)	2.5	94.2	7.7	94.2±15.4
溴甲烷	2.5	89.5	9.1	89.5±18.2
二硫化碳	2.5	88.5	7.0	88.5±14.0
四氯化碳	2.5	91.8	7.6	91.8±15.2
氯苯	2.5	91.1	6.6	91.1±13.2
二溴一氯甲烷	2.5	93.0	7.4	93.0±14.8
氯乙烷	2.5	87.0	12.7	87.0±25.4
三氯甲烷	2.5	94.8	3.9	94.8±7.80
氯甲烷	2.5	88.3	12.0	88.3±24.0
顺-1,2-二氯乙烯	2.5	87.2	12.1	87.2±24.2
顺式-1,3-二氯丙烯	2.5	94.7	5.9	94.7±11.8
顺-2-丁烯	2.5	91.7	18.9	91.7±37.8
顺-2-戊烯	2.5	86.9	14.0	86.9±28.0
环己烷	2.5	96.2	5.0	96.2±10.0
环戊烷	2.5	91.9	14.0	91.9±28.0
乙烷	2.5	98.9	10.6	98.9±21.2
乙酸乙酯	2.5	93.0	5.4	93.0±10.8
乙基苯	2.5	96.1	4.0	96.1±8.00
乙烯	2.5	93.0	13.0	93.0±26.0
氟利昂 11 (三氯一氟甲烷)	2.5	88.6	9.9	88.6±19.8
氟利昂 113 (三氯三氟乙烷)	2.5	90.2	11.5	90.2±23.0
氟利昂 114 (二氯四氟乙烷)	2.5	86.8	15.2	86.8±30.4
氟利昂 12 (二氯二氟甲烷)	2.5	87.0	17.7	87.0±35.4
异丁烷	2.5	95.2	9.3	95.2±18.6
异戊烷	2.5	96.8	7.2	96.8±14.4
异戊二烯	2.5	87.1	18.6	87.1±37.2
异丙醇	2.5	91.6	18.7	91.6±37.4
异丙基苯	2.5	94.6	5.9	94.6±11.8
间/对-二甲苯	2.5	99.0	1.9	99.0±3.80
间二乙基苯	2.5	95.4	6.2	95.4±12.4
甲基丙烯酸甲酯	2.5	89.8	8.0	89.8±15.9
甲基环己烷	2.5	94.0	5.7	94.0±11.4
甲基环戊烷	2.5	87.9	12.5	87.9±25.0
二氯甲烷	2.5	88.8	11.4	88.8±22.8
2-丁酮 (MEK)	2.5	90.8	12.4	90.8±24.8

表 B.2 方法准确度（续）

化合物名称	加标浓度 nmol/mol	$\overline{P}$ (%)	$S_{\overline{P}}$	$\overline{P} \pm 2 S_{\overline{P}}$ (%)
间乙基甲苯（间乙基甲苯）	2.5	94.1	7.2	94.1±14.4
甲基叔丁基醚（特丁基甲醚）	2.5	93.6	6.6	93.6±13.2
正丁烷	2.5	94.1	11.0	94.1±22.0
正正癸烷	2.5	89.0	12.6	89.0±25.2
正十二烷	2.5	95.2	4.1	95.2±8.20
正庚烷	2.5	96.9	5.9	96.9±11.8
正己烷	2.5	95.6	3.9	95.6±7.80
正辛烷	2.5	95.4	6.1	95.4±12.2
正壬烷	2.5	95.5	5.9	95.5±11.8
正戊烷	2.5	88.7	14.2	88.7±28.4
丙基苯	2.5	94.0	8.5	94.0±17.0
正十一烷	2.5	99.0	7.1	99.0±14.2
邻乙基甲苯	2.5	94.4	6.8	94.4±13.6
邻二甲苯	2.5	98.9	3.3	98.9±6.60
对二乙基苯	2.5	94.6	7.6	94.6±15.2
对乙基甲苯	2.5	96.1	3.4	96.1±6.80
丙烷	2.5	93.0	10.2	93.0±20.4
丙烯	2.5	99.2	1.9	99.2±3.80
苯乙烯	2.5	90.8	11.9	90.8±23.8
四氯乙烯	2.5	93.5	5.8	93.5±11.6
四氢呋喃	2.5	86.2	13.1	86.2±26.2
甲苯	2.5	90.0	13.3	90.0±26.6
反-1,2-二氯乙烯	2.5	95.7	5.9	95.7±11.8
反-1,3-二氯-1-丙烯	2.5	93.0	6.3	93.0±12.6
反-2-丁烯	2.5	87.9	11.2	87.9±22.4
反-2-戊烯	2.5	92.5	14.9	92.5±29.8
三氯乙烯	2.5	93.6	9.3	93.6±18.6
乙酸乙烯酯	2.5	94.1	7.2	94.1±14.4
氯乙烯	2.5	89.0	12.5	89.0±25.0

附 录 C
(资料性附录)
目标化合物参考信息

MS分析目标物的定量离子和定性离子信息见表C.1。

表 C.1 目标物的定量离子

编号	化合物名称	Compound	CAS 号	示例一		示例二	
				定量离子 m/z	定性离子 m/z	定量离子 m/z	定性离子 m/z
1	氟利昂 12	Freon-12	75-71-8	85	85, 87, 101	85	85, 87, 101
2	氟利昂 114	Freon-114	76-14-2	85	85, 135	85	85, 135
3	异丁烷	iso-Butane	75-28-5	43	43, 41, 42	FID 检测	
4	氯甲烷	Chloromethane	74-87-3	50	50, 52	50	50, 15, 52
5	1-丁烯	1-Butene	106-98-9	41	41, 56, 39	FID 检测	
6	正丁烷	n-Butane	106-97-8	43	43, 41, 58	FID 检测	
7	氯乙烯	Vinylchloride	75-01-4	62	62, 27	62	62, 27
8	1,3 丁二烯	1,3-Butadiene	106-99-0	54	54, 39, 27	54	54, 39, 27
9	反-2-丁烯	trans-2-butene	624-64-6	41	41, 56, 39	FID 检测	
10	顺-2-丁烯	cis-2-Butene	590-18-1	41	41, 56, 39	FID 检测	
11	溴甲烷	Bromomethane	74-83-9	94	94, 96, 15	94	94, 96, 15
12	乙烷	Ethane	74-80-0	FID 检测		FID 检测	
13	氯乙烷	Chloroethane	75-00-3	64	64, 49	64	64, 49
14	异戊烷	iso-Pentane	78-78-4	43	43, 42, 41	FID 检测	
15	乙烯	Ethylene	74-85-1	FID 检测		FID 检测	
16	氟利昂 11	Freon-11	75-69-4	101	101, 103	101	101, 103
17	1-戊烯	1-Pentene	109-67-1	42	42, 55, 70	42	42, 55, 70
18	正戊烷	n-Pentane	109-66-0	43	43, 42, 41	FID 检测	
19	反-2-戊烯	trans-2-Pentene	646-04-8	55	55, 70, 42	55	55, 70, 42
20	丙烷	Propane	74-98-6	FID 检测		FID 检测	
21	异戊二烯	Isoprene	78-79-5	67	67, 53, 41	67	67, 53, 41
22	顺-2-戊烯	cis-2-Pentene	627-20-3	55	55, 70, 42	55	55, 70, 42
23	丙烯醛	Acrolein	107-02-8	56	56, 55, 27	27	56, 55, 27
24	氟利昂 113	Freon-113	76-13-1	101	101, 151, 85	101	101, 151, 85
25	1,1-二氯乙烯	1,1-Dichloroethene	75-35-4	61	61, 96	61	61, 96
26	丙酮	Acetone	67-64-1	58	58, 43	58	58, 43

表 C.1 目标物的定量离子 (续)

编号	化合物名称	Compound	CAS 号	示例一		示例二	
				定量离子 m/z	定性离子 m/z	定量离子 m/z	定性离子 m/z
27	2,2-二甲基丁烷	2,2-Dimethylbutane	75-83-2	57	57, 71, 43	57	57, 71, 43
28	异丙醇	Isopropyl Alcohol	67-63-0	45	45, 43	45	45, 43
29	2-甲基戊烷	2-Methylpentane	107-83-5	43	43, 71, 86	43	43, 71, 86
30	二硫化碳	Carbon Disulfide	75-15-0	76	76, 78, 77	76	76, 78, 77
31	2,3-二甲基丁烷	2,3-Dimethylbutane	79-29-8	43	43, 71, 86	43	43, 71, 86
32	二氯甲烷	Methylene Chloride	75-09-2	49	49, 84	49	49, 84
33	3-甲基戊烷	3-Methylpentane	96-14-0	43	43, 71, 86	43	43, 71, 86
34	丙烯	Propylene	115-07-1	FID 检测		FID 检测	
35	环戊烷	Cyclopentane	287-92-3	42	42, 55, 70	FID 检测	
36	甲基叔丁基醚	MTBE	1634-04-4	73	73, 57, 41	73	73, 57, 41
37	反-1,2-二氯乙烯	trans-1,2-Dichloroethene	156-59-2	61	61, 96	61	61, 96
38	1-己烯	1-Hexene	592-41-6	41	41, 56, 84	41	41, 56, 84
39	乙酸乙烯酯	Vinyl Acetate	108-05-4	86	86, 43, 42	86	86, 43, 42
40	正己烷	n-Hexane	110-54-3	57	57, 43, 86	57	57, 43, 86
41	1,1-二氯乙烷	1,1-Dichloroethane	75-34-3	63	63, 65	63	63, 27
42	2,4-二甲基戊烷	2,4-Dimethylpentane	108-08-7	43	43, 57, 85	43	43, 57, 85
43	乙炔	Acetylene	74-86-2	FID 检测		FID 检测	
44	甲基环戊烷	Methylcyclopentane	96-37-7	56	56, 41, 69	56	56, 41, 69
45	2-丁酮 (MEK)	Methyl Ethyl Ketone	78-93-3	43	43, 72	43	43, 72
46	顺-1,2-二氯乙烯	cis-1,2-Dichloroethene	156-60-5	61	61, 96	61	61, 96
47	乙酸乙酯	Ethyl Acetate	141-78-6	43	43, 61, 45	43	43, 61, 45
48	三氯甲烷	Chloroform	67-66-3	83	83, 85, 47	83	83, 85, 47
49	四氢呋喃	Tetrahydrofuran	109-99-9	42	42, 72, 71	42	42, 72, 71
50	2-甲基己烷	2-Methylhexane	591-76-4	43	43, 85, 100	43	43, 85, 100

表 C.1 目标物的定量离子（续）

编号	化合物名称	Compound	CAS 号	示例一		示例二	
				定量离子 m/z	定性离子 m/z	定量离子 m/z	定性离子 m/z
51	1,1,1-三氯乙烷	1,1,1-Trichloroethane	71-55-6	97	97, 99, 61	97	97, 99, 61
52	2,3-二甲基戊烷	2,3-Dimethylpentane	565-59-3	56	56, 43, 71	56	56, 43, 71
53	环己烷	Cyclohexane	110-82-7	56	56, 84, 69	56	56, 84, 69
54	3-甲基己烷	3-Methylhexane	589-34-4	43	43, 71, 57	43	43, 71, 57
55	四氯化碳	Carbon Tetrachloride	56-23-5	117	117, 82, 47	117	117, 82, 47
56	1,2-二氯乙烷	1,2-Dichloroethane	107-06-2	62	62, 64, 49	62	62, 64, 49
57	苯	Benzene	71-43-2	78	78, 51	78	78, 51
58	2,2,4-三甲基戊烷	2,2,4-Trimethylpentane	540-84-1	57	57, 41	57	57, 41
59	正庚烷	n-Heptane	142-82-5	43	43, 71, 57	43	43, 71, 57
60	三氯乙烯	Trichloroethylene	79-01-6	130	130, 95, 60	130	130, 95, 60
61	1,2-二氯丙烷	1,2-Dichloropropane	78-87-5	63	63, 41, 76	63	63, 41, 76
62	甲基丙烯酸甲酯	Methyl Methacrylate	80-62-6	69	69, 41, 100	69	69, 41, 100
63	甲基环己烷	Methylcyclohexane	108-87-2	83	83, 55, 98	83	83, 55, 98
64	一溴二氯甲烷	Bromodichloromethane	75-27-4	83	83, 47, 129	83	83, 47, 129
65	2,3,4-三甲基戊烷	2,3,4-Trimethylpentane	565-75-3	43	43, 71, 55	43	43, 71, 55
66	2-甲基庚烷	2-Methylheptane	592-27-8	43	43, 57, 70	43	43, 57, 70
67	3-甲基庚烷	3-Methylheptane	589-81-1	43	43, 57, 85	43	43, 57, 85
68	顺-1,3-二氯丙烯	cis-1,3-Dichloropropene	10061-02-6	75	75, 39, 110	75	75, 39, 110
69	甲苯	Toluene	108-88-3	91	91, 92	91	91, 92
70	正辛烷	n-Octane	111-65-9	43	43, 85, 57	43	43, 85, 57
71	反-1,3-二氯丙烯	trans-1,3-Dichloropropene	10061-01-5	75	75, 39, 100	75	75, 39, 100
72	1,1,2-三氯乙烷	1,1,2-Trichloroethane	79-00-5	97	97, 83, 61	97	97, 83, 61

表 C.1 目标物的定量离子（续）

编号	化合物名称	Compound	CAS 号	示例一		示例二	
				定量离子 m/z	定性离子 m/z	定量离子 m/z	定性离子 m/z
73	四氯乙烯	Tetrachloroethylene	127-18-4	166	166, 129, 94	166	166, 129, 94
74	二溴一氯甲烷	Dibromochloromethane	124-48-1	129	129, 127, 131	129	129, 127, 131
75	1,2-二溴乙烷	1,2-Dibromoethane	106-93-4	107	107, 109	107	107, 109
76	氯苯	Chlorobenzene	108-90-7	112	112, 77, 51	112	112, 77, 51
77	乙基苯	Ethylbenzene	100-41-4	91	91, 106	91	91, 106
78	正壬烷	Nonane	111-84-2	43	43, 57, 85	43	43, 57, 85
79	对/间二甲苯	p/m-Xylene	106-42-3/108-38-3	91	91, 106	91	91, 106
80	苯乙烯	Styrene	100-42-5	104	104, 78	104	104, 78
81	邻二甲苯	o-Xylene	95-47-6	91	91, 106	91	91, 106
82	三溴甲烷	Bromoform	75-25-2	173	173, 171, 175	173	173, 171, 175
83	异丙基苯	Isopropylbenzene	98-82-8	105	105, 120	105	105, 120
84	1,1,2,2-四氯乙烷	1,1,2,2-Tetrachloroethane	79-34-5	83	83, 85, 95	83	83, 85, 95
85	丙基苯	n-Propylbenzene	103-65-1	91	91, 120	91	91, 120
86	间乙基甲苯	m-Ethyltoluene	620-14-4	105	105, 120	105	105, 120
87	正癸烷	n-Decane	124-18-5	43	43, 57, 71	43	43, 57, 71
88	对乙基甲苯	p-Ethyltoluene	622-96-8	105	105, 120	105	105, 120
89	1,3,5-三甲苯	1,3,5-Trimethylbenzene	108-67-8	105	105, 120	105	105, 120
90	邻-乙基甲苯	o-Ethyltoluene	611-14-3	105	105, 120	105	105, 120
91	1,2,4-三甲苯	1,2,4-Trimethylbenzene	95-63-6	105	105, 120	105	105, 120
92	1,3-二氯苯	1,3-Dichlorobenzene	541-73-1	146	146, 111, 75	146	146, 111, 75
93	1,4-二氯苯	1,4-Dichlorobenzene	106-46-7	146	146, 111, 75	146	146, 111, 75
94	1,2,3-三甲苯	1,2,3-Trimethylbenzene	526-73-8	105	105, 120	105	105, 120
95	苄基氯	Benzyl Chloride	100-44-7	91	91, 126	91	91, 126

表 C.1 目标物的定量离子（续）

编号	化合物名称	Compound	CAS 号	示例一		示例二	
				定量离子 m/z	定性离子 m/z	定量离子 m/z	定性离子 m/z
96	间二乙基苯	m-Diethylbenzene	141-93-5	119	119, 105, 134	119	119, 105, 134
97	对二乙基苯	p-Diethylbenzene	105-05-5	119	119, 105, 134	119	119, 105, 134
98	正十一烷	n-Undecane	1120-21-4	43	43, 57, 71	43	43, 57, 71
99	1,2-二氯苯	1,2-Dichlorobenzene	95-50-1	146	146, 111, 75	146	146, 111, 75
100	正十二烷	n-Dodecane	112-40-3	43	43, 57, 71	43	43, 57, 71

附 录 D

(资料性附录)

仪器参考条件及挥发性有机物总离子流图

D.1 富集模块参考条件

D.1.1 吸附管捕集的参考条件

样品采集后,在-20℃下除水后进入吸附冷阱中进行捕集浓缩,进入色谱柱1,采用中心切割技术使色谱柱1的C₂~C₃流出组分进入到色谱柱2,分离后到FID检测器进行测定。色谱柱1的C₄(包含C₄)以上的组分进入到质谱检测器进行测定。

D.1.2 空毛细管柱捕集的参考条件

样品采集后分成两路,一路在-80℃以下用空管除水,在-150℃以下捕集浓缩C₂~C₅低碳烃,经毛细管柱(FID分析柱)分离后,进入到FID检测器进行测定;另一路在-20℃下用空管除水,在-150℃下捕集浓缩C₅~C₁₂碳氢化合物、卤代烃及含氧挥发性有机物,经毛细管柱(MS分析柱)分离后,进入到质谱检测器进行测定。

D.2 分析单元参考条件

D.2.1 热脱附仪器参考条件

解吸温度:不低于110℃;吹扫流量:1.3 mL/min;解吸时间:2 min~5 min。反吹温度:120℃;反吹流量:180 mL/min;反吹时间:2 min~5 min。

D.2.2 色谱参考条件

D.2.2.1 中心切割色谱条件

柱温:35℃(4 min),4℃/min到115℃,10℃/min到190℃(20 min)。

载气:高纯氦气(99.999%),恒流模式,柱流速为2 mL/min。

中心切割设置:140.3 kPa条件下恒压模式,切换时间为9.6 min;阻尼柱长度为47 cm,内径为0.1 mm。

FID检测器:温度为200℃,空气350 mL/min,氢气35 mL/min,尾吹气(氮气)40 mL/min。

D.2.2.2 双通路进样色谱条件

进样口温度:200℃。

程序升温:初始温度35℃,保持3 min后以6℃/min升温速率,升温到180℃,保持5 min后以10℃/min速度升温至190℃,保持4 min。

FID检测器:温度200℃,柱流量1.3 mL/min;质谱检测器分析柱流量1.3 mL/min。

D.2.3 质谱参考条件

扫描方式:全扫描或选择离子扫描(SIM),当采用SIM模式进行定量定性时,定量、定性离子等信息参见附录C。

扫描范围：29 amu~300 amu。

离子化能量：70 eV。

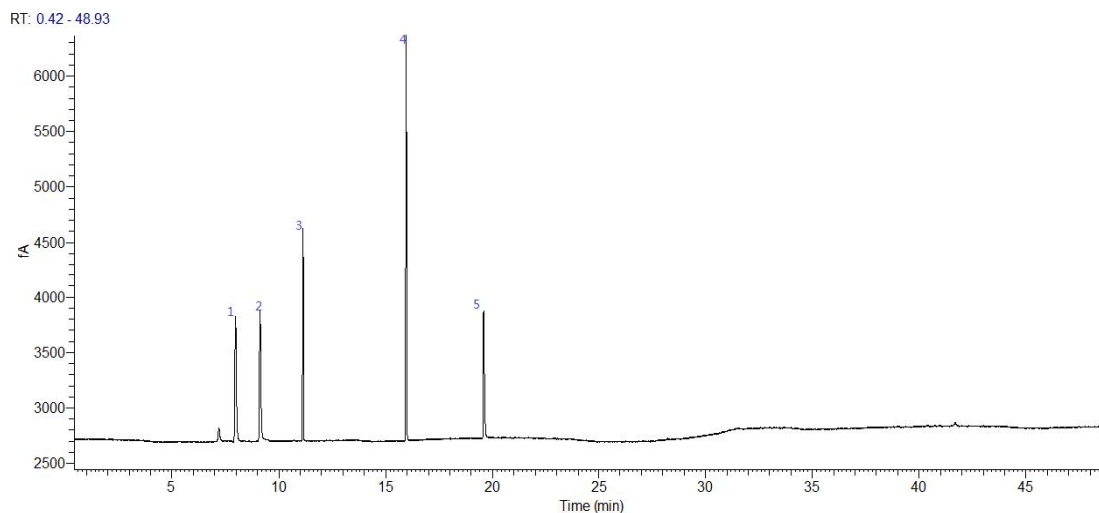
传输线温度：280 ℃。

离子源温度：230 ℃。

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。

目标物参考色谱图如下：

中心切割：FID分析低碳烃，色谱图见图D. 1；MS分析其他目标物，色谱图见图D. 2。



1-乙烷；2-乙烯；3-丙烷；4-丙烯；5-乙炔。

图 D. 1 中心切割低碳烃碳氢化合物的 FID 标准色谱图

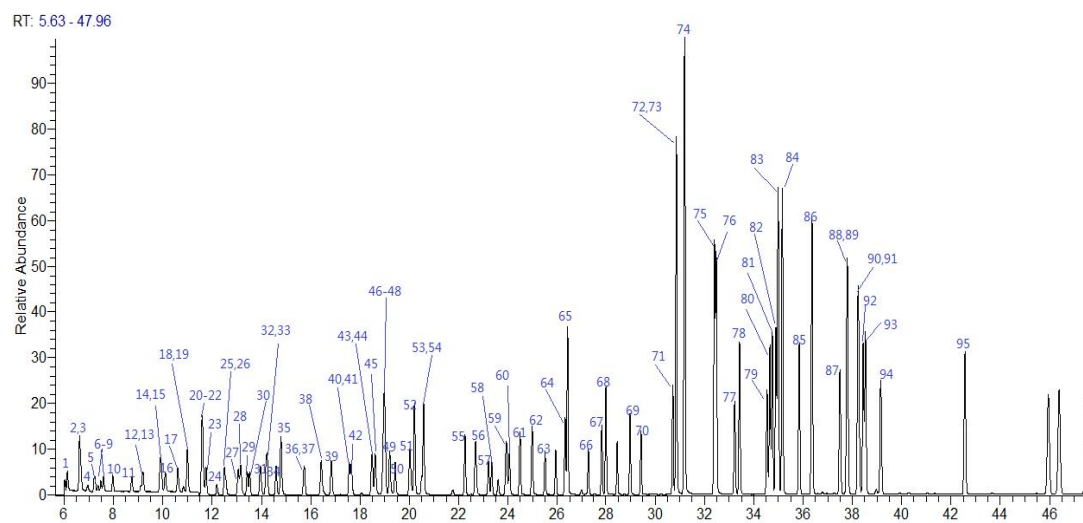
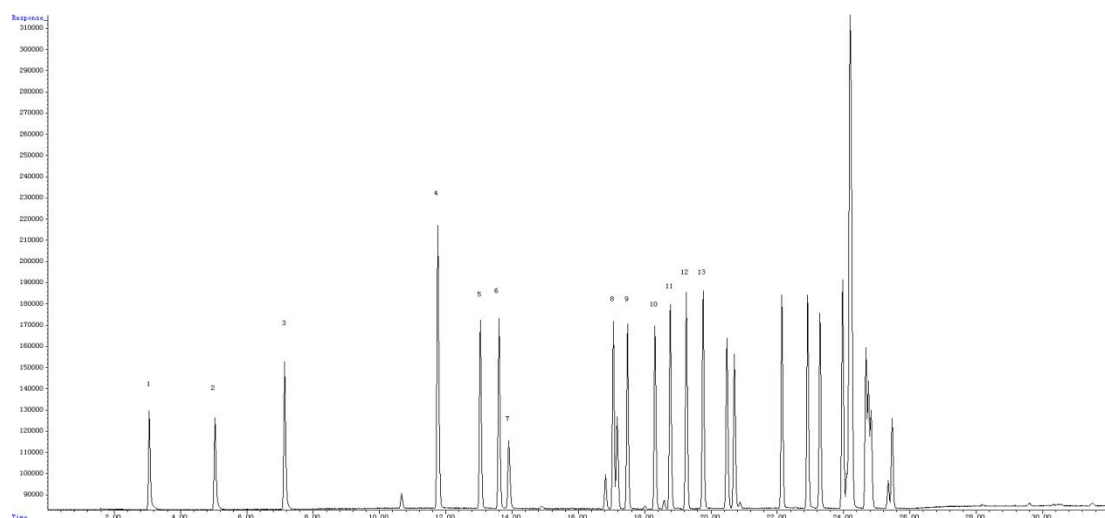


图 D. 2 中心切割目标物的总离子流色谱图

1—氟利昂12；2—氟利昂114；3—异丁烷；4—氯甲烷；5—1-丁烯；6—正丁烷；7—氯乙烷；8—1,3-丁二烯；9—顺-2-丁烯；10—反-2-丁烯；11—溴甲烷；12—氯乙烷；13—异戊烷；14—氟利昂11；15—1-戊烯；16—正戊烷；17—反-2-戊烯；18—顺-2-戊烯；19—异戊二烯；20—氟利昂113；21—2,2-二甲基丁烷；22—丙烯醛；23—1,1-二氯乙烷；24—丙酮；25—二硫化碳；26—异丙醇；27—2-甲基戊烷；28—2,3-二甲基丁烷；29—环戊烷；30—二氯甲烷；31—3-甲基戊烷；32—甲基叔丁基醚；33—反-1,2-二氯乙烯；34—1-己烯；35—正己烷；36—1,1-二氯乙烷；37—乙酸乙酯；38—2,4-二甲基戊烷；39—甲基环戊烷；40—顺-1,2-二氯乙烯；41—乙酸乙酯；42—2-丁酮；43—四氢呋喃；44—三氯甲烷；45—2-甲基己烷；46—2,3-二甲基戊烷；47—环己烷；48—1,1,1-三氯乙烷；49—3-甲基己烷；50—四氯化碳；51—2,2,4-三甲基戊烷；52—苯；53—1,2-二氯乙烷；54—正庚烷；55—三氯乙烯；56—甲基环己烷；57—1,2-二氯丙烷；58—甲基丙烯酸甲酯；59—2,3,4-三甲基戊烷；60—一溴二氯甲烷；61—2-甲基庚烷；62—3-甲基庚烷；63—反-1,3-二氯丙烯；64—正辛烷；65—甲苯；66—顺-1,3-二氯丙烯；67—1,1,2-三氯乙烷；68—四氯乙烯；69—二溴一氯甲烷；70—1,2-二溴乙烷；71—氯苯；72—正壬烷；73—乙苯；74—对/间二甲苯；75—邻二甲苯；76—苯乙烯；77—三溴甲烷；78—异丙基苯；79—1,1,2,2-四氯乙烷；80—丙基苯；81—正癸烷；82—间乙基甲苯；83—对乙基甲苯；84—邻乙基甲苯；85—1,2,3-三甲基苯；86—1,3,5-三甲基苯；87—1,3-二氯苯；88—1,2,4-三甲基苯；89—1,4-二氯苯；90—苄基氯；91—间二乙基苯；92—正十一烷；93—对二乙基苯；94—1,2-二氯苯；95—正十二烷。

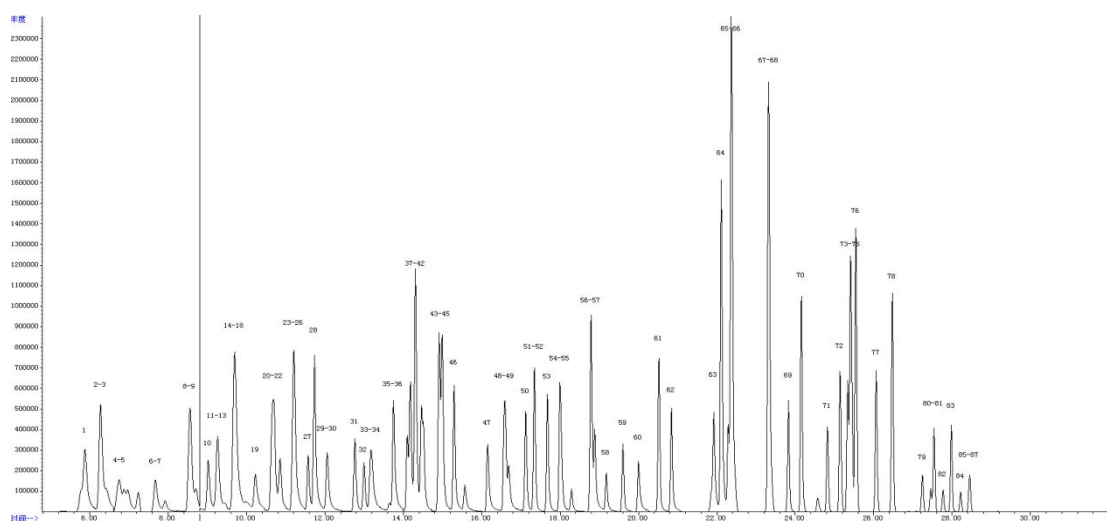
图 D.2 中心切割目标物的总离子流色谱图（续）

双通路进样：FID分析低碳烃，色谱图见图D.3；MS分析其他目标物，色谱图见图D.4。



1—乙烷；2—乙烯；3—丙烷；4—丙烯；5—异丁烷；6—正丁烷；7—乙炔；8—反-2-丁烯；9—1-丁烯；10—环戊烷；11—顺-2-丁烯；12—异戊烷；13—正戊烷。

图 D.3 双通路进样低碳烃碳氢化合物的标准色谱图



1—氟利昂12；2—氟利昂114；3—氯甲烷；4—氯乙烯；5—1,3-丁二烯；6—溴甲烷；7—氯乙烷；8—氟利昂11；9—1-戊烯；10—反-2-戊烯；11—异戊二烯；12—顺-2-戊烯；13—丙烯醛；14—氟利昂113；15—1,1-二氯乙烯；16—2,2-二甲基丁烷；17—丙酮；18—二硫化碳；19—2,3-二甲基丁烷；20—二氯甲烷；21—2-甲基戊烷；22—异丙醇；23—甲基叔丁基醚；24—3-甲基戊烷；25—乙酸乙酯；26—反-1,2-二氯乙烯；27—1-己烯；28—正己烷；29—1,1-二氯乙烷；30—乙酸乙烯酯；31—2,4-二甲基戊烷；32—甲基环戊烷；33—顺-1,2-二氯乙烯；34—2-丁酮；35—三氯甲烷；36—四氢呋喃；37—2-甲基己烷；38—1,1,1-三氯乙烷；39—2,3-二甲基戊烷；40—环己烷；41—3-甲基己烷；42—四氯化碳；43—苯；44—2,2,4-三甲基戊烷；45—1,2-二氯乙烷；46—正庚烷；47—三氯乙烯；48—甲基环己烷；49—1,2-二氯丙烷；50—甲基丙烯酸甲酯；51—一溴二氯甲烷；52—2,3,4-三甲基戊烷；53—2-甲基庚烷；54—3-甲基庚烷；55—反-1,3-二氯丙烯；56—甲苯；57—正辛烷；58—顺-1,3-二氯丙烯；59—1,1,1-三氯乙烷；60—四氯乙烯；61—二溴一氯甲烷；62—1,2-二溴乙烷；63—氯苯；64—乙基苯；65—正壬烷；66—间/对二甲苯；67—邻二甲苯；68—苯乙烯；69—三溴甲烷；70—异丙基苯；71—1,1,2,2-四氯乙烷；72—丙基苯；73—间乙基甲苯；74—对乙基甲苯；75—正癸烷；76—1,3,5-三甲苯；77—邻乙基甲苯；78—1,2,4-三甲苯；79—1,3-二氯苯；80—1,4-二氯苯；81—1,2,3-三甲苯；82—苄基氯；83—间二乙基苯；84—对二乙基苯；85—正十一烷；86—1,2-二氯苯；87—正十二烷。

图 D.4 双通路进样目标物的总离子流色谱图