说明: D:\我的文档\Tencent Files\875708930\Image\C2C\[[B19470F]%R`74C5}G7A4Y.png

**US EPA 8270E**

**方法8270E**

**气相色谱法/质谱分析法（气质联用仪）测试**

**半挥发性有机化合物**

**SEMIVOLATILE ORGANIC COMPOUNDS**

**BY GAS CHROMATOGRAPHY/MASS**

**SPECTROMETRY**

**第6版**

**2017年2月**

**目录**

[**1.0 范围与应用** 3](#_Toc487137485)

[**2.0方法概述** 14](#_Toc487137486)

[**3.0定义** 15](#_Toc487137487)

[**4.0干扰** 15](#_Toc487137488)

[**5.0安全性** 15](#_Toc487137489)

[**6.0仪器及材料** 15](#_Toc487137490)

[**7.0试剂和标准溶液** 16](#_Toc487137491)

[**8.0样品收集、保存和储存** 19](#_Toc487137492)

[**9.0 质量控制** 19](#_Toc487137493)

[**10.0校准和标准化** 22](#_Toc487137494)

[**11.0程序** 22](#_Toc487137495)

[**12.0数据分析和计算** 31](#_Toc487137496)

[**13.0方法性能** 31](#_Toc487137497)

[**14.0污染防治** 33](#_Toc487137498)

[**15.0废弃物管理** 33](#_Toc487137499)

[**16.0 参考文献** 34](#_Toc487137500)

[**17.0表格、图表、流程图以及验证数据 35**](#_Toc487137501)

**方法8270E**

**气相色谱法/质谱分析法（气质联用仪）测试半挥发性有机化合物**

SW-846并非一本分析培训手册。因此，本文所述方法步骤基于一个假设，即这些方法步骤由至少在化学分析基本原理和特定学科技术使用方面进行过正式培训的分析人员来进行。

除用于分析特定的方法参数外，其他情况下，SW-846方法仅作指导，包括分析步骤或技术操作的基本资料。各实验室可依据这些资料编制自己实验室的具体标准操作程序（SOP），用于一般用途或具体项目中。本方法中包括的性能数据仅具有指导性，不作为/不可作为实验室认证的质量控制验收标准。

# 1.0 范围与应用

**1.1**本方法用于测定由多种类型的固体废弃物基质、土壤、空气取样媒介及水样所制备的萃取物中的半挥发性有机化合物的浓度。直接注入样品的使用范围有限。以下的分析物可以通过本方法测试：

| 合适的制备工艺b | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 化合物 | CAS Noa 3510 | 3520 | 3540/3541 | 3545 | 3550 | 3580 |
| 苊 | 83-32-9 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 蔡嵌戊烯 | 208-96-8 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 乙酰苯 | 98-86-2 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 2-乙酰氨基芴 | 53-96-3 **** | **** | - | **** | **** | - |
| 1-乙酰基-2-硫脲 | 591-08-2 \* | - | - | - | - | \* |
| 艾氏剂 | 309-00-2 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 2-氨基蒽醌 | 117-79-3 **** | - | - | - | - | **** |
| 氨基偶氮苯 | 60-09-3 **** | - | - | - | - | **** |
| 4-氨基联苯 | 92-67-1 ****\* | ****\* | - | - | \* | **** |
| 3-氨基-9-乙基咔唑 | 132-32-1 **** | **** | - | - | - | - |
| 敌菌灵 | 101-05-3 **** | - | - | - | - | **** |
| 苯胺 | 62-53-3 ****\* | ****\* | ****\* | \* | ****\* | **** |
| 邻茴香胺 | 90-04-0 **** | - | - | - | - | **** |
| 蒽 | 120-12-7 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 杀螨酯 | 140-57-8 ****\* | ****\* | - | - | **** | - |
| 氯化三联苯1016 | 12674-11-2 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 氯化三联苯1221 | 11104-28-2 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 氯化三联苯1232 | 11141-16-5 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 氯化三联苯1242 | 53469-21-9 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 氯化三联苯1248 | 12672-29-6 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 氯化三联苯1254 | 11097-69-1 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 氯化三联苯1260  阿特拉津 | 11096-82-5 ****  1912-24-9 ****\* | ****  ****\* | ****  ****\* | ****  ****\* | -  ****\***** | ****  -**** |
| 谷硫磷  偶氮苯 | 86-50-0 \*  103-33-3 **** | \*  **** | -  - | -  - | -  **** | ****  - |
| 燕麦灵  苯甲醛 | 101-27-9 \*  100-52-7 ****\* | -  ****\* | -  ****\* | -  ****\* | -  ****\* | \*  - |
| 联苯胺 | 92-87-5 \* | \* | \* | ****\* | \* | \* |
| 苯甲酸 | 65-85-0 \* | ****\* | ****\* | \* | ****\* | ****\* |
| 苯并（a）蒽 | 56-55-3 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 苯并（b）荧蒽 | 205-99-2 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 苯并（k）荧蒽 | 207-08-9 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 苯并（g，h，i）芘 | 191-24-2 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 苯并（a）芘  苯并（e）芘 | 50-32-8 ****  192-97-2 **** | ****  - | ****  - | ****  - | ****  **** | ****  -**** |
| 对苯醌 | 106-51-4 \* | \* | - | - | - | **** |
| 苯甲醇 | 100-51-6 ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* |
| α-六氯苯 | 319-84-6 ****\* | ****\* | **** | - | **** | **** |
| β-六氯苯 | 319-85-7 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| δ-六氯苯 | 319-86-8 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| γ-六氯苯（林旦） | 58-89-9 ****\* | ****\* | **** | - | **** | **** |
| 双（2-氯乙氧基）甲烷 | 111-91-1 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 双（2-氯乙基）醚 | 111-44-4 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 双(2- 氯代-1-甲基乙基)醚c | 108-60-1 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 双（2-乙基己基）邻苯二甲酸酯 | 117-81-7 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 4-溴苯基苯醚 | 101-55-3 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 溴苯腈 | 1689-84-5 **** | - | - | - | - | **** |
| 邻苯二甲酸丁苄酯  己内酰胺 | 85-68-7 ****  105-60-2 \* | ****  \* | ****  **** | ****  **** | ****  **** | ****  -**** |
| 敌菌丹 | 2425-06-1 \* | \* | - | - | - | **** |
| 克菌丹 | 133-06-2 \***** | \* | - | - | - | **** |
| 西维因  咔唑 | 63-25-2 ****  86-74-8 **** | -  **** | -  **** | -  **** | -  **** | ****  -**** |
| 虫螨威 | 1563-66-2 **** | - | - | - | - | **** |
| 三硫磷 | 786-19-6 **** | - | - | - | - | **** |
| 氯丹（NOS） | 57-74-9 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 毒虫畏 | 470-90-6 **** | - | - | - | - | **** |
| 4-氯苯胺 | 106-47-8 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 乙酯杀螨醇 | 510-15-6 **** | **** | - | **** | **** | **** |
| 5-氯-2-甲基苯胺 | 95-79-4 **** | - | - | - | - | **** |
| 4-氯-3-甲苯酚 | 59-50-7 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 3-（氯甲基）吡啶 |  |  |  |  |  |  |
| 氢氯化物 | 6959-48-4 **** | - | - | - | - | **** |
| 1-氯萘 | 90-13-1 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 2-氯萘 | 91-58-7 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| ２-氯苯酚  4-氯苯基苯基醚 | 95-57-8 ****  7005-72-3 **** | ****  **** | ****  **** | ****  **** | ****  **** | ****  **** |
| 4-氯代-1,2-苯二胺 | 95-83-0 **** | **** | - | - | - | - |
| 4-氯代-1,3-苯二胺 | 5131-60-2 **** | **** | - | - | - | - |
| 屈 | 218-01-9 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 蝇毒磷 | 56-72-4 **** | - | - | - | - | **** |
| 对甲酚定 | 120-71-8 **** | - | - | - | - | **** |
| 丁烯磷 | 7700-17-6 **** | - | - | - | - | **** |
| 2-环已烯-4,6-二硝基苯酚 | 131-89-5 **** | - | - | - | - | - |
| 4,4'-DDD | 72-54-8 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 4,4'-DDE | 72-55-9 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 4,4'-DDT | 50-29-3 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 异内吸磷-O | 298-03-3 \* | \* | - | - | - | **** |
| 异内吸磷-S | 126-75-0 \* | \* | - | - | - | **** |
| 燕麦敌（顺式或反式） | 2303-16-4 **** | **** | - | **** | **** | **** |
| 2,4-二氨基甲苯 | 95-80-7 \* | \* | - | - | - | **** |
| 二苯并（a，j）吖啶 | 224-42-0 **** | - | - | - | ****† | **** |
| 二苯并（a，h）蒽 | 53-70-3 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 二苯并呋喃 | 132-64-9 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 二苯并(a, e)芘 | 192-65-4 **** | - | - | - | **** | **** |
| 1,2-二溴-3-氯丙烷 | 96-12-8 **** | **** | - | - | - | - |
| 邻苯二甲酸二正丁酯 | 84-74-2 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 二氯萘醌 | 117-80-6 \* | \* | - | - | - | **** |
| 1,2-二氯苯 | 95-50-1 ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | **** |
| 1,3-二氯苯 | 541-73-1 ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\***** | ****\* |
| 1,4-二氯苯 | 106-46-7 ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | **** |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 91-94-1 ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* |
| 2,4-二氯苯酚 | 120-83-2 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 2,6-二氯苯酚 | 87-65-0 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 敌敌畏 | 62-73-7 **** | - | - | - | - | **** |
| 百治磷 | 141-66-2 **** | - | - | - | - | **** |
| 狄氏剂 | 60-57-1 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 酞酸二乙酯 | 84-66-2 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 己烯雌酚 | 64-67-5 \* | - | - | - | - | \* |
| 硫酸二乙酯 | 56-53-1 \* | \* | - | - | - | **** |
| 乐果 | 60-51-5 ****\* | ****\* | - | - | ****\* | **** |
| 3,3'-二甲氧基联苯胺  邻苯二甲酸二甲酯 | 119-90-4 ****  131-11-3 **** | -  **** | -  **** | -  **** | -  **** | \*  **** |
| 二甲氨基偶氮苯 | 60-11-7 **** | **** | - | **** | **** | **** |
| 7,12-二甲基苯并[a]蒽 | 57-97-6 ****\* | ****\* | - | ****\* | ****\* | \* |
| 3,3'-二甲基联苯胺 | 119-93-7 \* | \* | - | \* | \* | **** |
| α,α-二甲基苯乙胺 | 122-09-8 - | - | - | - | - | **** |
| 2,4-二甲苯酚 | 105-67-9 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 1,2-二硝基苯 | 528-29-0 **** | **** | - | - | **** | **** |
| 1,3-二硝基苯 | 99-65-0 **** | **** | - | **** | **** | **** |
| 1,4-二硝基苯 | 100-25-4 ****\* | - | - | - | **** | **** |
| 4,6-二硝基-2-甲酚 | 534-52-1 ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* |
| 2,4-二硝基酚 | 51-28-5 ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* |
| 2,4-二硝甲苯 | 121-14-2 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 2,6-二硝甲苯 | 606-20-2 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 敌螨普 | 39300-45-3 \* | \* | - | - | - | \* |
| 邻苯二甲酸二辛酯 | 117-84-0 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 地乐酚 | 88-85-7 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 1,4-二氧六环 | 123-91-1 \* | ****\* | \* | \* | \* | - |
| 二苯胺 | 122-39-4 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 苯妥英 | 57-41-0 **** | - | - | - | - | **** |
| 1,2-二苯联胺 | 122-66-7 ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* |
| 乙拌磷 | 298-04-4 **** | **** | - | - | **** | **** |
| 硫丹I | 959-98-8 ****\* | ****\* | **** | - | **** | **** |
| 硫丹II | 33213-65-9 ****\*, | ****\* | **** | - | **** | **** |
| 硫丹硫酸盐 | 1031-07-8 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 异狄氏剂 | 72-20-8 ****\* | ****\* | **** | - | **** | **** |
| 异狄氏剂醛 | 7421-93-4 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 异狄氏剂酮 | 53494-70-5 **** | **** | - | - | **** | **** |
| 苯硫磷 | 2104-64-5 **** | - | - | - | - | **** |
| 乙硫磷 | 563-12-2 **** | - | - | - | - | **** |
| 氨基甲酸乙酯 | 51-79-6 \* | - | - | - | - | **** |
| 甲基磺酸乙酯 | 62-50-0 **** | **** | - | **** | **** | **** |
| 氨磺磷 | 52-85-7 ****\* | - | - | - | \* | **** |
| 丰索磷 | 115-90-2 **** | - | - | - | - | **** |
| 倍硫磷 | 55-38-9 **** | - | - | - | - | **** |
| 氟消草 | 33245-39-5 **** | - | - | - | - | **** |
| 荧蒽 | 206-44-0 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 芴 | 86-73-7 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 七氯 | 76-44-8 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 七氯环氧化物 | 1024-57-3 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 六氯化苯 | 118-74-1 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 六氯丁二烯 | 87-68-3 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 六氯环戊二烯 | 77-47-4 ****\* | \* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* |
| 六氯乙烷 | 67-72-1 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 六氯酚 | 70-30-4 ****\* | - | - | - | - | \* |
| 六氯丙烯 | 1888-71-7 **** | \* | **** | **** | **** | **** |
| 六甲基磷酰胺 | 680-31-9 **** | - | - | - | - | **** |
| 对苯二酚 | 123-31-9 - | - | - | - | - | **** |
| 茚并（1,2,3-cd）芘 | 193-39-5 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 异艾氏剂 | 465-73-6 **** | **** | - | **** | **** | **** |
| 异佛尔酮 | 78-59-1 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 异黄樟素 | 120-58-1 **** | **** | - | **** | **** | **** |
| 聚氯酮 | 143-50-0 ****\* | - | - | - | **** | **** |
| 溴苯磷  马拉硫磷  顺丁烯二酸酐  炔雌醇甲醚  美沙吡林  甲氧滴滴涕  甲基磺酸甲酯  甲基对硫磷  3-甲基胆蒽  4,4'-亚甲基双（2-氯苯胺）  4,4'-亚甲基双（N,N-二甲基-苯胺） | 21609-90-5 ****  121-75-5 \*  108-31-6 \*  72-33-3 ****  91-80-5 \*  72-43-5 ****  66-27-3 ****\*  298-00-0 ****  56-49-5 ****  101-14-4 ****  101-61-1 **** | -  \*  \*  -  -  -  ****\*  ****  ****  \*  **** | -  -  -  -  -  -  -  -  -  \*  - | -  -  -  -  -  -  -  -  -  -  - | -  -  -  -  -  ****  ****\*  ****  ****  -  - | ****  ****  ****  ****  ****  ****  ****  ****  ****  \*  - |
| 1-甲基萘 | 90-12-0 **** | **** | **** | **** | **** | - |
| 2-甲基萘 | 91-57-6 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 2-甲基苯酚（邻甲酚） | 95-48-7 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 3-甲基苯酚（间甲酚） | 108-39-4 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 4-甲基苯酚（对甲酚） | 106-44-5 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 速灭磷 | 7786-34-7 **** | - | - | - | - | **** |
| 兹克威 | 315-18-4 \* | \* | - | - | - | **** |
| 灭蚁灵 | 2385-85-5 **** | - | - | - | - | **** |
| 久效磷 | 6923-22-4 \* | \* | - | - | - | **** |
| 二溴磷 | 300-76-5 **** | - | - | - | - | **** |
| 萘 | 91-20-3 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 1,4-萘醌 | 130-15-4 ****\* | ****\* | - | ****\* | ****\* | **** |
| 1-萘胺 | 134-32-7 ****\* | ****\* | - | - | \* | **** |
| 2-萘胺 | 91-59-8 ****\* | ****\* | - | - | \* | **** |
| 烟碱 | 54-11-5 \* | - | - | - | - | **** |
| 5-硝基苊 | 602-87-9 **** | - | - | - | - | **** |
| 2-硝基苯胺 | 88-74-4 ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* |
| 3-硝基苯胺 | 99-09-2 ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* |
| 4-硝基苯胺 | 100-01-6 ****\* | **** | - | - | ****\* | **** |
| 5-硝基-邻甲氧基苯胺 | 99-59-2 **** | - | - | - | - | **** |
| 硝基苯 | 98-95-3 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 4-硝基联苯 | 92-93-3 **** | - | - | - | - | **** |
| 除草醚 | 1836-75-5 **** | - | - | - | - | **** |
| 2-硝基苯酚 | 88-75-5 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 4-硝基苯酚 | 100-02-7 \* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* |
| 4-硝基喹啉-1-氧化物 | 56-57-5 **** | **** | - | **** | **** | **** |
| N-亚硝基二丁胺 | 924-16-3 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| N-亚硝基二乙胺 | 55-18-5 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| N-亚硝基二甲胺 | 62-75-9 \* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* |
| N-亚硝基二苯胺 | 86-30-6 ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* |
| N-亚硝基正丙胺 | 621-64-7 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| N-亚硝基甲基乙胺 | 10595-95-6 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| N-亚硝基吗啉 | 59-89-2 **** | **** | - | **** | **** | **** |
| N-亚硝基哌啶 | 100-75-4 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| N-亚硝基吡咯烷 | 930-55-2 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 5-硝基-o-甲苯胺盐酸盐 | 99-55-8 **** | **** | - | **** | **** | **** |
| 八甲基焦磷酰胺 | 152-16-9 \* | - | - | - | - | \* |
| 4,4'-氧联二苯胺 | 101-80-4 **** | - | - | - | - | **** |
| 对硫磷 | 56-38-2 **** | **** | - | - | **** | **** |
| 五氯苯 | 608-93-5 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 五氯硝基苯 | 82-68-8 **** | **** | - | **** | **** | **** |
| 五氯苯酚 | 87-86-5 ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* |
| 苝 | 198-55-0 **** | - | - | - | - | **** |
| 非那西丁 | 62-44-2 **** | **** | - | **** | **** | **** |
| 菲 | 85-01-8 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 苯巴比妥 | 50-06-6 **** | - | - | - | - | **** |
| 苯酚 | 108-95-2 \* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* | ****\* |
| 1,4-苯二胺 | 106-50-3 **** | - | - | \* | - | **** |
| 甲拌磷 | 298-02-2 **** | **** | - | - | **** | **** |
| 伏杀硫磷 | 2310-17-0 \* | \* | - | - | - | **** |
| 亚胺硫磷 | 732-11-6 \* | \* | - | - | - | **** |
| 磷胺 | 13171-21-6 \* | \* | - | - | - | **** |
| 邻苯二甲酸酐 | 85-44-9 \* | \* | - | - | - | \* |
| 2-吡啶（2-甲基吡啶） | 109-06-8 **** | **** | - | **** | **** | - |
| 哌嗪基亚砜 | 120-62-7 **** | - | - | - | - | **** |
| 多氯联苯（NOS） | 1336-36-3 - | - | - | - | - | - |
| 拿草特 | 23950-58-5 **** | **** | - | **** | **** | **** |
| 丙基硫氧嘧啶 | 51-52-5 \* | - | - | - | - | \* |
| 芘 | 129-00-0 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 吡啶 | 110-86-1 \* | ****\* | ****\* | \* | ****\* | - |
| 间苯二酚 | 108-46-3 \* | \* | \* | - | - | **** |
| 黄樟油 | 94-59-7 **** | **** | - | **** | **** | **** |
| 士的宁 | 57-24-9 \* | \* | \* | - | - | - |
| 草克死 | 95-94-3 **** | - | - | - | - | **** |
| 特丁硫磷 | 13071-79-9 **** | **** | - | - | - | - |
| 1,2,4,5-四氯苯 | 95-94-3 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 2,3,4,6-四氯苯酚 | 58-90-2 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 杀虫畏 | 961-11-5 **** | - | - | - | - | **** |
| 四乙基二硫代焦磷酸酯 | 3689-24-5 **** | **** | - | - | **** | - |
| 焦磷酸四乙酯 | 107-49-3 **** | - | - | - | - | **** |
| 硫酸嗪 | 297-97-2 **** | **** | - | - | **** | **** |
| 硫酚(苯硫酚) | 108-98-5 **** | - | - | - | - | **** |
| 2,4-甲苯二异氰酸酯 | 584-84-9 \* | \* | - | - | - | **** |
| 邻甲基苯胺 | 95-53-4 **** | **** | - | **** | \* | **** |
| 毒杀芬 | 8001-35-2 **** | **** | **** | - | **** | **** |
| 1,2,4-三氯苯 | 120-82-1 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 2,4,5-三氯苯酚 | 95-95-4 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| 2,4,6-三氯苯酚 | 88-06-2 **** | **** | **** | **** | **** | **** |
| O，O，O-三乙基硫代磷酸酯 | 126-68-1 **** | **** | - | - | **** | - |
| 氟乐灵（treflan） | 1582-09-8 **** | - | - | - | - | **** |
| 磷酸三甲酯 | 512-56-1 \* | \* | - | - | - | **** |
| 2,4,5-三甲基苯胺 | 137-17-7 **** | - | - | - | - | **** |
| 1,3,5 -三硝基苯（1,3,5- TNB）） | 99-35-4 **** | **** | - | **** | **** | **** |
| 磷酸三（2,3二溴丙基） | 126-72-7 **** | - | - | - | - | \* |
| 三对甲苯磷酸酯 | 78-32-0 **** | - | - | - | - | **** |

a化学文摘服务登记号

b其他可接受的制备方法见第1.2节。

C综合风险资讯系统(IRIS)于2007 年 11 月 30 日将化学名称由双(2-氧异丙基)醚改为双(2- 氯代-1-甲基乙基)醚(通用名称)。该化合物也被称为 2，2’-氯二苯(1-氯丙烷)(化学文摘社索引名)。网址为:<http://www.epa.gov/iris/subst/0407.htm>，见第七节“修订记录”和第 8 节“化学品同义词”。

分析物清单说明

√根据历史记录，通过这种技术可获得相应的回收率和精准度。但是，实际回收率可能样品基质、同时进行分析的成份数量和分析仪器而发生变化。我们用来自大型多站点实验室控制样品（LCS）研究的性能数据来更新该表（数据可以在第16节和表2中的参考文献13中找到）。如果本研究中平均回收率（％R）在50-150％之间，则认为制备技术是足够的。

注：研究中并不是每个分析物都有足够的数据点来供研究考察。如果该方法的先前版本列出了足够的准备技术，√也用于分析物的研究。研究数据见表2。参见第9指导建立LCS验收标准。

- 表示该分析物未通过该制备方法测定。

\*表示该分析物具有已知的重复性、反应性、恢复性、稳定性和/或色谱上的问题，当使用该方法与方法8270的分析相结合时，可能会降低整体质量或结果的置信度。该分析物可能需要特殊处理以改善提取效率和分析性能达到满足项目需求的水平，并在必要时也可能要使用适当的数据资格。见1.4关于该分析物的具体信息。

√\*表示该分析物符合使用此准备技术的足够性能的标准（见√的定义）。然而，已知分析物表现出第二部分中列出的问题。 1.4（见\*的定义）。

**1.2**除了上述分析物列表中列出的样品制备方法外，只要该方法可以证明满足该项目的需要，以下方法可用于提取半挥发性有机化合物：

**空气（颗粒和吸附树脂）**

方法3542采用方法0010收集的半挥发性分析物的提取方法

**水（包括毒性特征浸出程序（TCLP）渗滤液）**

方法3511微萃取

方法3535固相萃取（SPE）

**土壤、沉积物和废物**

方法3546微波提取

方法3561多核芳烃（PAHs）的超临界流体萃取

**1.3**本方法可用于测定大部分能够溶解于二氯甲烷（或其他合适的溶剂，前提是这种溶剂可产生满意的性能数据）的中性、酸性和碱性有机化合物，这些化合物可进行洗脱，无衍生作用并且出现在涂有少量极性硅酮的气相色谱熔石英毛细管柱的顶点处。包括多环芳香烃类、氯代烃类、农药、邻苯二甲酸酯类、有机磷酸脂类、亚硝胺类、卤代醚类、醛类、醚类、酮类、苯胺类、吡啶类、喹啉类、芳香硝基化合物、酚类（包括硝基酚类）。表1中列出了这些化合物的名称及其评估过的特征离子。

多数情况下，由于本方法的灵敏性有限或因使用气相色谱仪/质谱仪（GC/MS）测量产生的测量偏差，所以不适合多元分析物，如氯化三联苯、毒杀芬、氯丹的量化。串联质谱法（GC / MS / MS）可以为执行多组分析提供足够的灵敏度和选择性。单个组件（例如，PCB同系物的子集）可以用任何敏感度足以用于数据应用，并且来自其它组件的干扰最小的技术来确定。当通过另一种技术鉴定出这些分析物时，当提取物中的浓度允许时，方法8270可能适合于确认这些分析物的鉴定。了解更多信息，见Sec.11.7.5。

**1.4**下列化合物在使用本方法测定时，需要经过特别处理：

注：某些化合物可能出现在多个段落中。

**1.4.1**溶剂浓缩时，联苯胺可能发生氧化反应。

**1.4.2**在碱性条件下，从含水基质中萃取α-六六六、γ-六六六、硫丹I和II及异狄氏剂时，这些化合物会发生分解。如果报告中含有这些化合物，应当在中性条件下萃取。

**1.4.3**六氯环戊二烯在气相色谱仪入口会发生热分解，与丙酮溶液发生化学反应并产生光化学分解。建议在程序中加热萃取步骤（如浓缩）期间保护该分析物免受光照。

**1.4.4**在所描述的色谱分析条件下，N-亚硝基二甲胺很难从溶液中分离。

**1.4.5**N-亚硝基二苯胺在气相色谱仪的入口分解，并且不能从二苯胺中分离出来。为此，N-亚硝基二苯胺和二苯胺的组合结果可作为任一种化合物的组合浓度。

**1.4.6**即使在室温下，1,2-二苯肼也具有不稳定性，并且迅速转化为偶氮苯。考虑到稳定性问题，可利用偶氮苯校准1,2-二苯肼。在化合物分离不良情况下，任意一种化合物的结果均应该记录为组合浓度。

**1.4.7**联苯胺、苯甲醇、苯甲酸、7,12-二甲基苯并（a）蒽、2,4-二硝基苯酚、4,6-二硝基-2-甲基苯酚、二氮杂、六氯酚、开环酮、甲磺吡啶、2-硝基苯胺、3-硝基苯胺、 4-硝基苯胺、4-硝基苯酚、五氯苯酚、1,4-苯二胺、邻苯二甲酸酐和邻甲苯胺的色谱特性不稳定，特别是在GC的系统被高沸点的材料污染之后。

**1.4.8**溶液中容易离子化的分析物可能无法从水基质中回收，除非在萃取之前将pH值调节至酸性条件（例如，具有低酸解离常数（pKa）的酚类）或碱性条件（如苯胺和吡啶）下。

**1.4.9**某些分析物可能在本方法中列出的GC注射口温度下表现不佳。降低注射口温度可能会降低降解量。但是，分析人员必须谨慎地修改注射口温度，因为其他分析物的性能可能受到不利影响。因此，如果除了其他目标分析物外还要测定吡啶，那就可能需要进行单独的分析。也可以使用温度可编程入口。

**1.4.10**在样品制备期间，蒸发浓缩步骤中，挥发性分析物如二氯苯、1,4-二恶烷和吡啶可能会挥发。因此，除非在浓缩步骤中非常小心，否则许多上述提取方法可能会产生低回收率。为了更好地评估这些分析物的性能，可分别使用具有类似物理化学性质的其他替代物，例如1,2-二氯苯-d4、1,4-二恶烷-d8和吡啶-d5。

**1.4.11** 2,4-甲苯二异氰酸酯能在水中快速水解（半衰期小于30分钟）。因此，我们无法预期该化合物从水性基质中的回收率。此外，在固体基质中，2,4-甲苯二异氰酸酯通常与醇和胺反应以产生氨基甲酸酯和脲，因此其通常不能在含有这些材料的溶液中共存。

**1.4.12**以下分析物在从水基质提取过程中可能会被酸性或碱性条件加速氧化或水解（方法3510和3520）：砷酸钠、对苯醌、卡泊福尔、内吸磷-O、内吸磷-S、 2,4-二氨基甲苯、二氢索酸、乐果、1,4-二硝基苯、二氮杂、马来酸酐、马拉硫磷、4,4'-亚甲基双（2-氯苯胺）、甲卡沙坦、久效磷、磷酸盐、磷酸盐、邻苯二甲酸酐、邻苯二甲酸盐、磷酰胺、间苯二酚和磷酸三甲酯。

**1.4.13**以下分析物在储存过程中可能会在水基质中水解（方法3510和3520）：砷酸盐、氮杂磷酸甲酯、敌菌丹、克菌丹、内吸磷-O、乐果、敌螨普、马拉硫磷、甲卡沙坦、伏杀磷和亚胺硫磷。

**1.4.14**以下分析物在储存期间可能会降解：4-氨基联苯、莠去津、联苯胺、苯甲醛、3,3'-二氯联苯胺、3,3'-二甲基联苯胺、己烯雌酚、7,12-二甲基苯并（a）蒽、famfur、六氯酚、开环酮、4,4'-亚甲基双（2-氯苯胺）、甲磺酸甲酯、1,4-萘醌、1-萘胺、2-萘胺和士的宁。当与不相容的分析物或溶剂（例如校准标准品（例如胺和醛不相容））组合时，可能加速该降解。

**1.4.15**以下分析物可能具有低反应和/或低回收率：1-乙酰基-2-硫脲、2-环己基-4、6-二硝基苯酚、巴班、硫酸二乙酯、3,3'-二甲氧基联苯胺、 4'-亚甲基双（2-氯苯胺）、八甲基吡啶磷酰胺、丙硫氧尿嘧啶和磷酸三（2,3-二溴丙基）酯。

**1.4.16**以下分析物已知在水基质提取和储存期间粘附于表面（方法3510和3520）：己烯雌酚、六氯酚和士的宁。

**1.4.17**当使用方法3510制备样品时，从水基质提取时，以下分析物具有不良的分布系数：苯甲酸、己内酰胺、2,4-二氨基甲苯、氨基甲酸乙酯、尼古丁、4-硝基苯酚、N硝基二甲基胺、苯酚和间苯二酚。

**1.4.18**此外，当样品制备和/或色谱问题引起限制时，上述清单中的分析物将被标记。

**1.5**该方法包括可选的使用替代载气（氢气）和GC / MS / MS。见附录B和6.1.3.3。

**1.6**在应用本方法之前，建议分析员查阅全面分析（如方法3500、方法3600、方法5000和方法8000）中应用的各种程序的基本方法，获得有关质量控制程序、质量控制验收标准发展、计算结果和一般指南方面的信息。此外，分析员还应该查阅SW-846手册前面的免责条款和第2章的相关内容，指导在选择方法、仪器、材料、试剂和物料的灵活性以及分析员的职责，即证明所用方法适用于相关分析物和基质并且方法级别适宜。

另外,分析人员和数据使用者应知晓，除非规范制度中明确规定，不强制使用SW-846方法以满足联邦的测试要求。本方法内容由美国环保署提供，用于指导分析人员和规定团体进行必要的判断，形成满足预期用途的数据质量目标(DQOs)结果。

**1.7**本方法仅限于有GC-MS 使用经验并精通质谱解读的人员，或在此类人员的指导下进行。每个分析者都必须证明他能够利用此方法得到可接受的结果。

# 2.0方法概述

**2.1** 使用气质联用仪分析的样品在测试前需使用合适的样品制备方法(参见方法 3500)，当有必要时,使用样品清洗程序清洗(参见方法3600)。

**2.2** 通过将样品萃取物注入至气相色谱仪（GC）内有小细孔石英毛细管柱中，使半挥发性化合物导入至 GC/MS 中。气相色谱柱使用温度程控, 使分析物分离，然后通过连接到气相色谱仪上的质谱仪检测。

**2.3** 经毛细管柱洗脱的分析物通过喷射式或直接连接的方式导入质谱仪中。将目标分析物的质谱和保留时间与已知目标分析物的质谱和保留时间相比，辨别目标分析物。使用适当的预定用途校准曲线，比较主要（定量）离子相对于内标的变化，进行量化。

**2.4** 本方法包含具体的的校准步骤及质量控制步骤，替代了方法8000中提供的一般建议。

# 3.0定义

与本方法相关定义见第1章和制造商的说明书。

# 4.0干扰

**4.1** 样品分析过程中，溶剂、试剂、玻璃仪器及其他样品加工器具均可能产生假象和/或干扰。所以，必须证明以上所有材料在分析方法空白（MBs）条件下，不会产生干扰。需要对试剂进行选择并在全玻璃系统中蒸馏提纯溶剂。质量控制程序指导参考各方法要求；玻璃仪器清洁一般指导参考第四章的要求。对干扰的探讨也可参考方法8000。

**4.2** 来自所有空白溶液、样品及加标溶液的GC/MS原始数据必须评估是否存在干扰。确定干扰是否来源于样品制备和/或清洗程序并采取矫正措施消除这些问题。不允许从样品结果中减去空白值。如果怀疑测量的分析物浓度对样品有偏差或假阳性结果，则实验室应限定受影响的数据，或以其他方式通知数据用户任何可疑的数据质量问题。

**4.3** 当高浓度的样品和低浓度的样品连续分析时，会产生转移污染。为了减少样品的转移，在样品再次注射之前，必须使用溶剂冲洗样品注射器。在分析之前烘干柱，可以消除一些污染。只要样品浓度非正常，应该进行溶剂分析，确定是否发生交叉感染。需要跟踪伴随着高级样品产生的低级样品，以排查可能的残留。有关进一步的指导，请参见方法8000，第4.2节。

# 5.0安全

本方法无法涉及使用中遇到的所有安全问题。各实验室有责任维护工作环境安全并遵守职业安全与卫生条例近期通报文件中对本方法中列出的化学品安全操作的规定。所有分析人员均应有一份材料安全数据表(SDSs)参考文件。见附录B， B1.4关于使用氢载气的安全指导。

# 6.0仪器及材料

本手册中提到的商标名称或商品仅用于说明作用，并不代表美国环境保护署的认可或独家推荐。SW-846方法中的产品和仪器设置是美国环境保护署在使用该方法及随后的评估中所使用的。如果应用于预期用途的方法性能得到证实和证明，也可使用本手册中未列出的玻璃器皿、试剂、材料、装备和设置。

普通的实验室玻璃器皿（如烧杯和烧瓶）未包括在本节中。

**6.1** 气相色谱仪/质谱仪联用系统

**6.1.1**气相色谱仪—一种分析系统装置，配备不分流进样的温度可调节型气相色谱仪以及所有需要的附属设备，包括注射器、分析柱和气体（有关使用氢载气的指导，见附录B）。注射口可分流/不分流进样、温度程序分流/不分流进样（程序升温汽化或PTV），或分列。毛细管柱应与气源直接连接。气相色谱仪应配备流量控制器，使得柱温度在整个温度程序运行中保持恒定。

**6.1.2**柱 - 内径为30m×0.25mm（或内径为0.32mm）的石英毛细管柱（5％苯基 - 甲基聚硅氧烷，5％苯基 - 亚芳基二甲基聚硅氧烷或等同物）,涂有0.25μm，0.5μm或1μm 厚的薄膜硅胶。本节中所指的柱是指本方法中使用的分析柱。虽然本方法中列出一些分析柱，但这并不代表不可使用其他的分析柱。实验室可使用本方法中列出的分析柱或其他毛细管柱，只要实验室证明，其方法性能数据（如色谱分离、分析物分解和灵敏度）适用于预期用途。

**6.1.3**质谱仪

**6.1.3.1**其能以足够快的速度从质量/电荷（m / z）获得质谱，以获得每个其所引起的色谱峰的至少5个（但优选10个或更多个）质谱，使用70伏标称）电子能量在电子碰撞电离模式。质谱仪必须能为符合11.3.1节中规定准则的十氟三苯基膦生成质谱。

**6.1.3.2** 如果离子阱质谱仪能够进行轴向调制以减少离子-分子反应，并且能够产生符合EPA和NIST图书馆的类电子冲击谱，也可以使用此质谱仪。质谱仪必须能为符合11.3.1节中规定准则的十氟三苯基膦生成质谱。

**6.1.3.3**如果MS / MS具有必要的泵、碰撞池、碰撞气体，并且其能够在产品离子扫描模式或所选择的反应监测模式（SRM）中进行过渡的高真空系统，则可以使用MS / MS对所产生的目标分析物进行分析。建议SRM中特定前体和产物离子可用于设备制造商的一些目标分析物。当使用产品离子进行定量分析时，不是对执行DFTPP分析的系统进行适当的验证，或者符合11.3.1中概述的标准。然而，该系统必须能够使用内部校准物（例如，全氟三丁胺）来记录两种MS的性能，以制造商的质量分辨率、质量分配和灵敏度。应该至少每周检查一次系统的性能，或者以适合该项目需要的频率进行检查。至少必须在初始校准之前检查系统的性能（ICAL）。

**6.1.3.4**选择离子监测（SIM）或化学电离（CI）质谱法是对电子冲击质谱法正常范围内的定量限制或降低样品基质干扰的应用的可行的技术。当CI分析用于定量目的时，DFTPP分析是不合适的。见11.3.1。

**6.1.4**GC/MS接口 - 只要能为每种目标化合物提供合格的校准点并且达到可接受的调谐性能标准，可采用GC到MS的任何接口。对于小孔的毛细管柱，接口是经常由毛细管直接导入质谱源。

**6.1.5**数据系统 - 质谱仪应与计算机系统连接在一起。计算机系统必须能够连续地获取整个色谱程序中的所有质谱，并储存在机器可读媒介上。计算机内应有一款软件，能够为某种比质量的离子搜索 GC/MS 数据文件，并能够将这种离子丰度以时间或扫描数目为横坐标绘图。这种类型的图表叫做“提取离子电流图谱”（EICP）。还需要有将某段时间或扫描数目限度内的EICP丰度的点连接起来的软件以及最新版本的EPA及NISI质谱库（或等效物）。

**6.1.6**保护柱（可选）-在注射口和分析柱之间，与柱连接器连接或可以购买融合到分析柱中。

**6.2** 注射器–各种型号。

**6.3** 容量瓶，A级 - 尺寸适当，装有磨口玻璃瓶塞。

**6.4** 分析天平 - 精度为0.0001g。

**6.5** 试剂瓶 - 玻璃瓶，带聚四氟乙烯（PTFE）内衬的螺纹盖或钳口盖。

**6.6** 样品瓶- GC自动进样器

# 7.0试剂和标准溶液

**7.1** 所有试验均必须采用试剂级化学品。除非另有规定，所有试剂都应符合美国化学协会（ACS）分析试剂委员会规范的规定（若这些规范可用）中<http://pubs.acs.org/reagents/comminfo/techquestions.html>。如果确定其它等级的试剂有足够高的纯度以便其使用不会降低测定的精确度，则可使用其它等级的试剂。试剂宜存储于玻璃容器内，以避免塑料容器中浸出污染物。

**7.2** 不含有机物的试剂水。本方法中提到的所有水均指不含有机物的试剂水。

**7.3** 标准溶液

以下章节描述了为目标化合物制备储备溶液、中间溶液和工作标准溶液。本手册中的讨论仅提供一种范例，也可使用其他方法或目标化合物的浓度，根据预期用途具体分析。校准标准溶液的制备详情请参考方法8000。如果经过供应商或第三方的认证，商业准备的库存标准可以使用任何浓度。

**7.4**标准储备溶液（1000mg/L） - 可从纯标准材料中制备或在外采合格的溶液。

**7.4.1**准确称量约0.0100g纯材料，制备标准储备溶液。将材料溶解在农药等级的丙酮中或其他合适的溶剂中，在10mL的容量瓶中稀释至刻度线。方便起见，分析人员可以采用更大的容量。化合物纯度经鉴定达到96%或以上时，在计算储备标准溶液浓度时，可直接使用物质重量，无需修正。经制造商或独立机构检验合格，也可使用任何浓度的市售储备标准溶液。

**7.4.2**移取标准储备溶液于带PTFE内衬的螺旋帽容器中。避光保存在≤6℃处或按标准溶液制造商的建议保存溶液。多次检查标准储备溶液是否发生降解或蒸发迹象，尤其是配制校准标准溶液之前。

**7.4.3**从供应商处购买的认证解决方案必须在制造商建议的有效期内更换。如果质量控制检查样品存在问题，则内部制备的标准溶液必须在一年内更换或在更早的时间内进行更换。当解决方案混合在一起时，无论来源如何，它们必须在一年内或更早的时间之内或出现问题时进行更换。

**7.4.4**建议亚硝基胺化合物应单独放置在一种校准混合溶液中，不要将它同其他的校准混合溶液混合。当使用合格的预混合标准溶液时，请参考制造商说明书。

**7.4.5**当溶液同盐酸盐混合时可能会产生盐酸，增加分析的难度。当使用合格的预混合标准溶液时，请参考制造商的说明书。

**7.5**内标IS溶液 - 推荐的IS为：1,4-二氯苯-d4、萘-d8、苊-d10、菲-d10、d12和苝-d12（参见表5）。有关其他信息，请参见方法8000的第11.4.3节。其他化合物只要其具有类似于其目标化合物的保留时间，并可以被明确地鉴定并满足11.中描述的任何适用的接受标准，都可以用作IS。见方法8000的11.4.3的附加信息。

**7.5.1** 用少量的二硫化碳溶解0.200g化合物。将溶液转移至50mL的容量瓶中并用二氯甲烷稀释至刻度，最终溶剂中二硫化碳含量大约为20%。大多数的化合物能溶解于少量甲醇、丙酮或甲苯中，二萘嵌苯-d12除外。最终的溶液含每种标准溶液的浓度为4000ng/μ0。每1mL经过分析的样品萃取物应与10μ0的内标溶液混合，产生的内标物浓度相当于40ng/μ0。不使用时，应避光保存在≤6℃中（建议-10℃）。使用合格的预混合溶液时，存储时要符合制造商推荐的放置时间和储存温度。

**7.5.2**如果采用更灵敏的质谱仪获得较低的检测限时，内标溶液需要进一步稀释。

**7.6** GC/MS调试标准溶液 - 应制备成含有50ng/μL十氟三苯基磷（DFTPP）的二氯甲烷溶液。此标准溶液中还含有50ng/μ0的4，4`-DDT、五氯苯酚和联苯胺，以检验注射口的惰性及气相色谱柱的性能。如果注入总体积为50ng或更小，可使用其他浓度的溶液补偿注入量。溶液不用时，请避光放置在≤6℃处（建议为-10℃）。如果采用更灵敏的质谱仪获得较低的检测限时，调试溶液需要进一步稀释。使用合格的预混合溶液时，存储时要符合制造商推荐的放置时间和储存温度。

**7.7**校准标准溶液 -这种方法有两种类型的校准标准：从ICAL和连续校准验证（CCV）的主要来源制定的标准以及由第二个初始校准验证源（ICV）制定的标准。建议使用预混合认证的解决方案时，请根据制造商记录的保存时间和储存温度进行存储。

**7.7.1** ICAL标准必须至少从库存标准的二次稀释或预混合认证解决方案中的五种不同浓度中制备。包括至少五种不同浓度的平均响应因子或线性（一阶）校准模型，六种不同浓度的二级（二阶）模型，低于定量下限的低标准（LLOQ ）（见第9.9节和方法8000）。至少一个校准标准中应满足项目DQO所需的样品浓度或以下。剩余标准应符合实际样品浓度范围，但不应超过GC / MS系统的范围。以给定浓度制备的每种标准品和/或一系列校准标准应包含所有需要的项目特异性目标分析物，通过该方法可以报告定性和定量结果。

**7.7.2** CCV标准应以ICAL相同来源附近浓度的ICAL制备，或作为ICAL中使用的中级标准。

**7.7.3** ICV的第二个源标准应该在校准范围的中点浓度附近制备，其标准来自第二个制造商或制造商的批次，独立于校准的批次。该标准应包含所有报告该项目的目标分析物是否可以立即可用。见9.3.2和11.3.7指导和验收限值。

**7.7.4** EPA旨在将特定分析的所有目标分析物包含在校准标准中。这些目标分析物可能不包括已被证明该方法的完整分析物列表（第1.1节）。然而，实验室不应报告未包括在校准标准中的目标分析物的定量结果。

**7.7.5**在分析前，在每个1-mL等分试样的标准品中加入10μLIS溶液。所有标准应在不使用（≤10°C）的情况下远离任何光源（≤6°C），并应每年重新置配一次，或者如果检查标准出现问题，应尽早将其保存。应根据需要制备ICV和CCV标准品，并保存在≤6°C环境下。

**7.8** 代用标准溶液 - 推荐的代用物质为为苯酚-d6、2-氟苯酚、2,4,6-三溴苯酚、硝基苯-d5、2-氟代苯及对三联苯-d14。具有与所产生的的分析物类别更相似的物理化学性质的其他化合物可用作代用品（例如，EPA合同实验室计划（CLP）当前工作说明书（SOW）中的氘化监测化合物，可参见16节中的17），如果在现场样本中没有找到的，可以明确地识别的，并符合第二节中描述的任何适用的接受标准第11节为ICAL和CCV。配制代用溶液请参考方法3500作为指导。见1.4.10用于替代挥发性分析物的建议。

注：如果样品中含有余氯，石炭酸-d6会与其发生反应，形成氯化酚化合物，无法检测原始加标代用溶液。如果知道使用余氯将氘化酚或者其他任何易染的目标分析物的降解程度降到最低，应采取第四章中规定的样品保存措施。

注：最好在使用之前分析替代品加标溶液，以验证它们是否以正确的浓度进行准备。建议当替代率无效或LCS出现问题时作为故障排除。

**7.9** 基质加标及实验室控制标准溶液 - 配制基质加标标准溶液请参考方法3500作为指导，相同的标准溶液可用来作实验室控制样品（LCS）。加标溶液应由相同溶液配制，用作初始校准标准溶液，用于降低标准溶液的精度对溶液制备和分析过程中回收率测定的影响。应根据正在研究中的化合物的目标制备基质加标及实验室控制标准溶液。建议所有报告的目标分析物都包含在LCS和基质加标的所有样品中。对于某些应用，少量的代表性分析物是可以接受的。

注：在尝试确定LCS中目标化合物峰值回收率差的根本原因时，也可以在使用之前分析/验证目标化合物加标解决方案或作为故障排除。

**7.10** 溶剂 - 丙酮、己烷、二氯甲烷、异辛烷、二硫化碳、甲苯或其他合适的溶剂。所有的溶剂都必须是符合农药等级或同级品。使用前，溶剂可进行脱气。

**7.11**可以使用载气 - 氦或氢。如果使用氢气，则可能需要调整分析条件以获得最佳性能，并且第9.0节中的校准和所有质量控制测试必须用氢气载气进行。有关指导，请参阅附录B。

# 8.0样品收集、保存和储存

样品收集、保存和储存的要求可能因EPA程序而异，并可能在需要对给定污染物进行合规监测的规章或项目规划文件中规定。如果规定中规定了这些要求，请遵循这些要求。在没有具体的监管要求的情况下，使用以下信息作为确定样品收集、保存和储存要求的指导。

**8.1**有关储存条件和保存时间，请参阅第四章“有机分析物”的介绍性材料。

**8.2**将样品提取物储存在装有无密封PTFE衬里隔垫的密封小瓶（例如螺旋盖小瓶或卷边瓶）中，保存在≤6°C（防止光照）下。

# 9.0 质量控制

**9.1**质量保证（QA）协议和质量控制（QC）协议见第一章。若质量控制准则间出现矛盾之处，优先顺序依次为：方法质量控制标准、技术标准和第一章中规定的标准。搜集分析数据应包括结构化和系统化的计划文件的制定，例如：质保项目计划（QAPP）或取样分析计划（SAP）等，这些文件均能为项目执行者和成果评估者提供项目目标和技术规范方面的指导。每个实验室应遵守正式的质量保证计划。除此，实验室还应做好记录，以文件形式证明生成的数据性质。所有数据表和质量控制资料应保存好，以便查阅或检查。

**9.2**具体的质量控制（QC）测定方法见方法8000。质量控制程序见方法3500或方法5000，保证各种样品制备方法的正确操作。萃取物清洗过程中的正确质量控制程序参见方法3600。本方法中列出的其他质量控制程序将替代方法8000、方法5000、方法3500或者方法3600中记录的程序。

**9.3**评估气相色谱仪系统操作所必需的质量控制程序参照方法8000，包括对样品保留时间窗口的评估、校验和样品色谱分析。此外，以下有关仪器质量控制要求的讨论可参照本方法中的引用部分，并在表6中提供摘要。对于不符合质量控制验收标准的分析物，不应进行定量样品分析。然而，对于超过标准的分析物，可能会继续进行分析，这些结果可用于筛选，并将被视为估计值。

**9.3.1**GC / MS在ICAL之前必须符合DFTPP标准。详情见第11.3.1节和第11.4.1节。验收标准主要用于在与分析相同的条件下验证灵敏度、质量分配和质量分辨率。

**9.3.2**如第11.3节所述，必须对气质联用仪系统进行初始校准。在分析样品之前，如果可以请使用第二个源ICV标准验证ICAL标准（参见第7.7.1和11.3.7节）。

**9.3.3** 气质联用仪系统必须满足第11.4节中的校验合格标准。

**9.4**熟练度初步论证（IDP）

在实施一个方法之前，各实验室必须进行一项熟练度初步论证，在整个样品制备和分析过程中，至少将四个参考复样加入洁净基质。每当仪器或程序出现重大变化时，实验室必须证明容许精度与偏差仍可通过变化后的条件获得。此外，每当新员工接受培训时，每位分析师都必须为分析师负责的方法或部分方法执行IDP。有关如何执行IDP的更多信息，参照方法8000中的第9.3节。

**9.5**空白

**9.5.1**在处理样品之前，分析者应分析方法空白，以证明与样品和试剂接触的所有设备零件都不受干扰。如果在任一分析物的保留时间窗口内观察到峰值，并可能阻碍该分析物的测定，如果可能的话，在处理样品前确定峰值源头并消除该源头。作为一个持续的检查，当试剂发生变化时，每次抽取、清理和分析样品必须制备和分析方法空白，以便分析化合物，防止长期实验室污染。方法空白和现场空白必须在样品制备和分析的所有阶段进行。在校准标准之后并且在分析任何样品之前，必须在每个仪器上分析至少一个方法空白或仪器空白。

**9.5.2**如果目标分析物浓度低于LLOQ的一半或小于项目特定的要求，通常认为空白物是可接受的。如果批次中的相关样品不受影响（即，样品中不存在靶或样品浓度/响应≥10X的空白），空白样品可能含有大于可接受限度的分析物浓度。可以根据项目的需要使用其他标准。

**9.5.3**如果在批次中的样品中发现一个接近确认浓度（参见第9.5.2节）的目标分析物，则该分析物的存在和/或浓度应被视为可疑，并可能需要质检。空白中的污染物应符合第11.6节中要研究的的大部分或全部定性标识符。如果空白符合实验室建立或项目特定的标准，样本可能需要重新提取和/或重新分析。如果分析物浓度远低于作用或调节极限或分析物被认为对项目不重要，则不再萃取和/或重新分析。

**9.5.4**当接收到新的试剂或化学物质时，实验室应监测与样品有关的任何污染迹象。如果来源没有任何问题，则无需在样品制备前对每批新的试剂或化学品进行测试。然而，如果在制备批次中改变试剂，则应为每组试剂制备单独的空白物。

**9.5.5**实验室不应将方法空白的结果从任何相关样品的结果中扣除。这种“空白扣除”可能导致负样本结果。如果方法空白结果不符合项目特定的验收标准，再分析不实用，则应向数据用户提供样本结果，方法空白结果以及实验室采取的纠正措施的讨论。

**9.6**制备和分析过程中的样品质量控制

实验室还必须制定程序以记录基质对方法性能（精密度、准确度和方法灵敏度）所产生的影响。其至少应包括质量控制样品分析，包括各分析批的方法空白溶液、基质加标、复样与实验室控制样品，如果使用替代标样，则还包括向现场样品和质量控制样品中添加的替代标样。所有方法空白溶液、基质加标样品和复样宜采用与实际样品相同的分析程序（见第11.0节）。

**9.6.1**记录基质的影响，宜包括至少一个基质加标和一个未加标复样或一个基质加标/基质加标复样对。是否制备和分析复样或基质加标/基质加标复样必须取决于对样品批中样品的认识。如果预计样品中含有目标分析物，实验室可采用基质加标和未加标现场样品重复分析。如果预计样品中不包含目标分析物，实验室宜使用基质加标和基质加标复样对。更多有关基质加标与基质加标复样验收标准制备的信息，参照方法8000。

**9.6.2**实验室控制样品宜包括在每个分析批中。实验室控制样品由一份与样品基质相似且与其等重量或等体积的洁净（控制）基质组成。适当时，向实验室控制样品中加入浓度与基质加标相同的分析物。当基质加标分析结果显示由于样品基质自身原因而存在隐患时，实验室控制样品结果可用来证明实验室可以在洁净基质中进行分析。有关实验室控制样品验收标准制备的信息，参照方法8000。

**9.6.3** 每个分析批次必须包含一个方法空白。方法空白由类似于样品和类似重量或体积的清洁（对照）基质的等分试样组成。在适当的情况下应包括其他类型的坯料（例如，设备冲洗，储存坯料等），但不同于方法空白。

**9.6.4**准备与分析过程中进行样品质量控制程序的详细信息，也可参照方法8000。评估方法性能的内部方法性能标准宜根据方法8000中的指南制备。

**9.7**必须在每个空白、现场样品、实验室质量控制和现场质量控制中加入代用品。实验室必须评估单个样品的代用物质回收率数据以及实验室中代用物质控制范围。有关代用物质数据评估及代用限的形成及发展信息请参见方法8000。评估多个代用品回收率和相关的校准措施的程序应包括在经过批准的项目计划中。

**9.8**监测IS响应，以保持灵敏度，并限制相关目标分析物浓度的测量偏差的潜力。将现场样本中的IS响应与ICAL标准或CCV标准中的相同IS的响应进行比较，并提供11.5.4.1中提出的接受标准。当IS响应超出接受限度时，需要进一步的调查，结果可能需要检测和不检测的资格。

**9.9定量下限（LLQQ）**

本节和方法8000中提供了LLOQ的一般指导。定量下限是实验室用以证明目标分析物测量可靠且报告具有一定可信度的最低浓度，不得低于校准曲线的最低点。实验室确定定量下限时，浓度应符合定量与定性要求（见第11.6节）。实验室应每年至少进行一次定量下限验证，每当准备工作或分析步骤发生重大变化时，在较低分析物浓度水平上验证定量能力。对0.5~2倍定量下限的实验室控制样品（或基质加标）进行萃取和/或分析验证。若基质对定量下限有较大干扰，具体项目的基准可能需要进行额外的定量下限验证。洁净质控物（如试剂水、空白溶剂、渥太华砂和硅藻土）或不含目标化合物的代表性基质样品可用来完成验证。最佳情况下，定量下限宜低于基于所规定数据质量目标所需的判定电平或管制行动水平。

**9.9.1定量下限验证**

**9.9.1.1**用加标洁净质控物的定量下限验证代表最佳情况下的方案，因为其没有评估现实样品的潜在基质效应。对于定量下限和确定的数据质量目标在具体项目中的应用，代表性的具体基质定量下限验证可对定量下限能力提供更为可靠的评估。

**9.9.1.2**定量下限验证（初始校准后执行）通过在0.5~2倍定量下限浓度水平上用相关分析物对洁净质控物进行加标来制备。或者，在0.5~2倍定量下限浓度水平上用相关分析物对不含目标分析物的代表性样品基质进行加标。对于环境样品及其它质量控制样品，按照相同的准备工作和分析步骤检查的定量下限。建议在能记录数据的各个仪器中分析定量下限验证，但实验室至少宜在类似的分析仪器中轮流进行验证，以便在三年之内完成。频繁进行的分析，宜至少每年对定量下限检查标准进行验证。

**9.9.1.3**定量下限验证中的目标分析物恢复宜在确定的内部限制范围内或其他具体项目的容许极限内进行，以论证定量下限水平上可接受的方法性能。除非实验室有足够的数据来确定容许极限，实验室控制样品标准±20%（即下限减少20%，上限增加20%）也可作为定量下限的验收标准。该操作规程证实了校准曲线底部存在更大不确定性的潜在可能。在实际操作中，一旦获取了足够的数据点，宜确定之前使用的定量下限的验收标准。

**9.9.2**记录浓度低于定量下限的分析物——仍可记录低于确立的定量下限的浓度，但这些分析物必须估算合格。低于定量下限的分析物的记录过程宜纳入实验室的标准操作步骤或具体项目计划表。记录的低于定量下限的分析物宜满足第11.6节中多数或全部定性标识要求。性能数据参见测定方法。

**9.10**建议实验室采用额外的质量保证做法与此方法一起使用。最有效的具体做法取决于实验室的需要和样品的性质。只要有可能，实验室应分析标准参考资料并参与相关绩效评估研究。

# 10.0校准和标准化

有关校准和标准化的信息见11.3和11.4。

# 11.0程序

**11.1** 在气相色谱分析/质谱分析之前，一般用下列任一方法制备样品。

|  |  |
| --- | --- |
| 基质 | 方法 |
| 气体（颗粒和吸附剂树脂） | 3542 |
| 水（包括毒性浸出法的沥取溶液） | 3510、3520、3535 |
| 土壤/沉淀物 | 3540、3541、3545、3546、550、3560、3561 |
| 废料 | 3540、3541、3545、3546、3550、3560、3561、3580 |

**11.2** 萃取物清洗——相对洁净的样品基质可不进行清洗，但大部分从环境和废弃物样品中萃取的萃取物在分析之前应进行额外预处理。具体的清理步骤取决于待分析的样品性质以及测量数据质量目标。关于样品萃取物清理的通用指南，详见本节和方法3600。

进行气相色谱分析/质谱分析之前，可用下列任一方法清理萃取物。

目标分析物方法方法

所有碱性、中性和酸性物质

重点污染物 3640

苯胺及其衍生物 3620

氯代烃类 3620，3640

卤代醚 3620、3640

硝基芳香化合物和环酮 3620、3640

邻苯二甲酸酯类 3610、3620、3640

有机氯杀虫剂 3610、3620、3630、3640、3660

有机磷农药 3620、3640

多环芳香烃 3611、3630、3640

多氯化联苯类 3620、3630、3660、3665

石油废物 3611、3650

酚类化合物 3630、3640

亚硝胺类 3610、3620、3640

a 如果气相色谱仪/火焰电离检测器（FID）遇到干扰，可参见方法8041中的衍生技术和气相色谱/电子捕获检测器（ECD）分析技术。

**11.3 初始校准**

使用以下的建议作为指导，设置GC/MS的运行条件。

分析物方法方法

质量范围: 35-500m/z

采集速率: 从质谱峰上能够获取至少5个（但优选10个或更多个）的质谱

扫描时间： 1秒/次扫描

初始温度： 40℃，保持4分钟

温度程序： 40-320℃，10℃/min

最终温度： 320℃，保持此温度2分钟直到苯并（g,h,i）芘被洗脱出来

注射器温度： 250-300℃

传输线温度： 250-300℃

源温： 根据制造商说明书

注射器： Grob型，不分流式

注射体积: 0.5-2µL

载气: 氢气：50cm/秒或氦气：30cm/秒

仅用于离子阱： 根据制造商的建议设置轴向调谐器,管道温度和放射电流.

如果质谱仪的灵敏度足够高，可使用分流注射。

**11.3.1** 必须调谐好气质联用仪系统的硬件，以保证50ng或低于50ng的十氟三苯基膦进样能满足制造商规定的验收标准或符合表3的要求。表3中的调谐标准根据四极质谱仪表设备制成，其他调谐标准对不同类型的仪表设备（如飞行时间质谱仪、离子阱质谱仪等）可能更有效。因此，该调谐标准应遵循制造商的调谐说明书或与其他调谐标准保持一致。然而，不论选择何种调整标准，在验收标准调整到满足样品分析（和校准标准相同）前，不得进行系统校准。

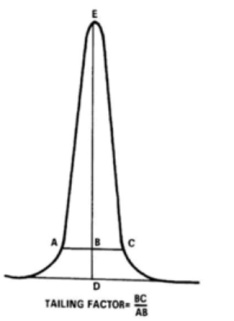
**11.3.1.1**如果没有给出具体建议指导如何从仪器制造商处获取十氟三苯基膦（DFTPP）质谱，可采用下列方法：进行三次扫描（峰时扫描一次，分别在峰前及峰后立即扫描一次），取三次结果的平均值。需采用背景差分法，且必须在溶析十氟三苯基膦的20次扫描之内由一次扫描完成。背景差分法宜设计成仅用于排除柱损失或仪器背景离子。切勿去除十氟三苯基膦峰部分或其他不与十氟三苯基膦共溶析的任何离散峰。

**11.3.1.2** 如果没有主要的调整验收标准，可采用制造商说明书中规定的十氟三苯基膦质量强度标准或表3中的数值作为默认的调整验收标准。如果方法性能没有受到不利影响，也可采用其它已经证实的调整标准（例如：合同实验室计划（CLP）或方法625）。分析员通常可自由选择比本方法中更严格的标准或采用其他已经证实的标准，只要这些标准一直被用于初始校准、校验或样品分析中即可。

注：随后所有与十氟三苯基膦分析有关的标品、样品、基质加标/基质加标复样及空白溶液都必须采用相同质谱仪仪表条件，SIM分析除外。可以在全扫描模式下分析十氟三苯膦，而在SIM中分析标准、样品和质量控制。

注：十氟三苯膦调谐检查不适用于使用SRM的CI分析或串联MS分析。然而，实验室必须在ICAL之前证明MS系统可以实现仪器制造商针对全氟三丁胺（PFTBA）内部校准物或其他合适的化学物质所规定的质量精度和质量分辨率标准。

**11.3.1.3** 采用气质联用仪调整的标准溶液也宜用于评估气相色谱柱性能和进样口惰性。二氯二苯三氯乙烷(DDT)降解为二氯苯基二氯乙烯(DDE)和二氯二苯二氯乙烷(DDD)的降解量不宜超过20%。（分解率的计算见方法8081）。联苯胺和五氯苯酚宜存在于其正常响应中且不宜超过按照下列公式计算出的2个拖尾因子中的其中一个：



式中，峰定义如下：AC指10%高度处的宽度；DE指峰高度；B指10%峰高度处的高度。此公式用于比较峰后半部分在10%高度处的宽度与其前半部分宽度。（拖尾因子计算示例见图1）

注：进行降解和拖尾因子检查以验证进样口惰性，当目标清单包含广泛的分析物化学物质，特别是反应性酚类和农药时，这些检查非常重要。当所产生的分析物不受相同的色谱或反应性问题（例如PAH，PCB）或当不执行常规全扫描分析（例如，CI，MS / MS）时使用替代MS技术时，这些检查是可选的。

**11.3.1.4**如果显示降解过度和/或色谱分析不佳，则有必要清洗进样口。可能还有必要截断该毛细管柱首端6-12英寸以除去柱中高沸点污染物。在进样口和分析柱之间使用保护柱（见第6.1.6条）可能有益于延长分析柱性能寿命。

**11.3.2**每个目标分析物和IS的基峰m / z适合用作定量的主要m / z（见表1），但质谱中另一个突出的m / z也可用于提供的定量，它一直在使用。如果出现干扰，则使用下一个最大强流离子作为量化离子（如：对于1，4-二氯苯-d4，使用m/z 150进行定量）。

**11.3.3**分析各校准标品（即：包含定量用化合物和特定替代标样及内标品）的稳定体积（一般为1-2μL）并将各目标分析物（见表1）的初级离子浓度制成表格。至少需要准备五种不同的校准标品（见第7.7节和方法8000）。如果适用质量控制要求符合本方法规定，则也可采用交替注射量。所有标品和样品萃取物的注射量必须相同。图2显示了包含碱性/中性及酸性分析物的校准标品色谱图。

注：使LLOQ能够一致和可靠地达到定量和定性要求的浓度（见第9.9和11.6节）。应在目视检查LLOQ校准标准中的目标分析物峰值，以确保峰值信号与背景充分区分，并满足11.6中概述的定性要求。

**11.3.4 初始校准计算**

列出定量离子（见表1中建议的离子）对每个目标分析物和每个IS的浓度的响应。与内标品（见表4）相关的各目标分析物响应因子（RFs）计算公式如下：



式中：

As——分析物或替代标样的峰面积（或高度）。

Ais——内标品的峰面积（或高度）。

Cs——分析物或替代标样的浓度，单位：μg/L。

Cis——内标品浓度，单位：μg/L。

11.3.4.1 根据下列公式计算各目标分析物的平均响应因子及该响应因子的相对标准偏差（RSD）。

式中：

RFi——各校准标品的响应因子；

——初始校准中各化合物的平均响应因子；

n——校准标品的数量，如：5个；

SD——标准偏差。

**11.3.4.2** 每个目标分析物的RSD应≤20％（见第11.3.5节）。表4包含可用作确定系统是否正常运行的指导的最低RF，以及检查校准标准是否正确的检查。因为表4中的最小RF是使用可能变化的特定离子和仪器条件来确定的，因此既不期望也不要求所有分析物满足这些最小RF。信息仅作为指导。实验室应在其SOP中建立程序（例如，实验室建立的最小RF，信噪比（S / N）检查等），以确保仪器正常工作，并准确地准备校准标准。

注：对于RF <0.01（峰值响应为IS的响应<1/100）的目标分析物，建议增加其与其他分析物相关的浓度，使其响应与其他分析物更相似。

**11.3.5**目标分析物的线性——若所有目标分析物的相对标准偏差都等于或小于20%,则意味着相对响应因子在校准范围内恒定且其平均值可用于定量（第11.7.2条)。平均RF不应该用于RSD大于20％的化合物，除非浓度按估计报告。

**11.3.5.1** 若任一目标分析物的相对标准偏差大于20%，则需参照方法8000中的其他方案对其进行校准。在这种情况下，必须采用一种方案对气质联用仪进行校准或重新进行初始校准。

注：通过在实验室试剂空白中一致检测的分析物的原点强制校准模型，可以更好地估计空白污染物的背景水平。当空白水平有问题时，需要准确估计背景污染物以设定方法分析物的方法报告限值。

**11.3.5.2** 若相对标准偏差大于20%，可绘制校准曲线并且通过目测检查方式从而达到有效的诊断效果。通过目测分析可以反映一些问题，比如标准品制备误差、色谱系统中是否存在活性部位以及色谱特性较差的分析物等。

**11.3.5.3** 如果超过10％的ICAL包含的化合物（或超过10％的报告）超过20％RSD限值，且不符合最小相关标准（r2≥0.99或相对标准误差（RSE）≤20％），则色谱系统被认为过反应，无法进行分析。纠正问题的根源; 然后从第11.3节开始重复校准程序。如果化合物不符合这些标准，相关浓度仍然可以确定，但必须按估计报告。为了不检测报告，必须证明在适用的LLOQ下检测失败的化合物是否有足够的灵敏度。有关RSE的进一步讨论，请参考方法8000。参考文献19中可以找到RSE计算示例。

**11.3.5.4**由于可能通过该方法分析的化合物数量非常大，一些化合物可能不符合这些标准。在这些情况下，承认失败的化合物对具体项目可能并不重要。分析师应努力更加重视满足那些关键项目化合物化合物的校准标准，而不是满足那些较不重要的化合物的标准。没有必要符合未报告的化合物的标准。

注：一旦校准模型已经完成，选择一个替代拟合，仅仅根据具体情况通过样品和相关质量控制的推荐质量控制标准，是不适当的。

**11.3.6**校准，特别是使用线性回归模型时，可能会在校准曲线下部产生显着的偏差。应使用该标准使用的最终校准曲线重新计算（未重新分析）最低校准点（即将低浓度校准标准品的反应重新拟合到曲线中）。有关详细信息，请参见方法8000。低标定点的重新计算浓度（特别是使用线性回归拟合法）应在标准品的真实浓度的±50％以内，并且在LLOQ之上的任何校准标准物的重新计算浓度应在±30％以内。替代标准可以根据项目的需要来确定;然而，应在实验室SOP或项目特定QAPP中明确界定这些标准。不符合重新标准的分析物应进行评估以进行纠正。如果在低点发生故障，并且相当于LLOQ，则分析物应按照该浓度估计估计，或者LLOQ应以较高的浓度重新建立。

**11.3.7** ICV - 在分析样品之前，如果随时可用，使用从第二个制造商获得的标准或独立于用于校准批次制造的制造商批次的标准验证ICAL。该ICV分析的建议接受限值为70 - 130％。对于不符合ICAL验证标准的分析物，不应进行定量样品分析。然而，对于那些不符合标准的分析物，可能会继续进行分析，这些结果可用于筛选目的，并将被视为估计值。

**11.3.8 SIM和SRM分析的其他注意事项**

SIM和SRM可能有利于对需要低于电子冲击四极杆质谱法正常范围内的定量极限的应用，而且这两种方法都是允许的。使用初级m / z进行定量和至少一个次要m / z进行确认，根据色谱保留时间设置收集组。所选择的m / z值应包括在仪器上获得的目标分析物质谱中注意到的任何质量缺陷，通常小于0.2 amu。每个离子的停留时间可以由仪器软件自动计算，或者可以根据所产生的分析物的峰宽，每个峰需要获得的光谱数以及需要的并行离子数来计算。当在每个段中监测到较少的质量时，可以增加每个质量块的采集时间，从而增加系统的灵敏度。MS的总循环时间应足够短，每个色谱峰获得至少五个，但优选十个或更多个光谱。

当采用SIM或SRM模式分析样本（通常达到较低的报告限制或减少干扰）时，建议采用以下最佳做法：

- 应对每个目标分析物监测至少两个离子，并使用校准曲线的中点为每种化合物建立适当的离子比。初级和次级离子的比例是SIM和SRM运行中唯一可用的定性工具（保留时间除外），这增加了其在正确识别中的重要性。当给定矩阵中预期或观察到干扰时，获取多个二次离子可有助于定性鉴定。

- 所有监控的离子必须正确集成才能达到合适的离子比例。初级/次级离子比和参考质谱应从中点ICAL标准更新。

在最新的CLP半挥发性有机方法SOW中可以找到执行SIM分析，特别是PAH和苯酚目标分析物化合物的附加指导。有关详细信息，请参见以下CLP SOW的SIM部分：EPA CLP多浓度有机物分析、SOM01.2 SOW（参考文献12）或方法625的当前版本。

**11.4** CCV - 在任何样品分析之前，必须在每个12小时分析期开始时分析CCV标准。

**11.4.1** GC / MS曲线检查解决方案的日常分析不再需要作为CCV的一部分。然而，分析人员也应密切监测色谱作为CCV中的目标和IS响应系统的恶化。了解更多细节，见11.4.4.2中的注释。

**11.4.2**在样品分析之前，每种目标化合物的初始校准必须每12小时验证1次。验证时采用同样品相同的技术及条件。验证需要分析校准标准溶液（包括所有定量化合物）浓度处于GC/MS校准范围中心浓度附近或项目动作浓度附近时的状态。分析结果需和最新的初始校准曲线对比，并且必须符合第11.4.5-11.4.6节中所提供的检验验收标准。

注：如果在ICAL的12小时内对样品进行分析，可以省略CCV，并且可以使用最后一个ICAL标准的注入作为评估的起始时间参考。

**11.4.3**分析样品前，应对方法空白（样品）进行分析以确保整个系统（进样装置、输送管线以及GC/MS系统）不含污染物。若方法空白含污染物，则其可用于分析溶剂空白以便证明污染物并非源自标准品或样品的转移过程。有关方法空白性能标准，参见方法8000。

**11.4.4校验标准溶液标准**

**11.4.4.1** CCV标准中每个被分析物的计算浓度或数量应在预期值的±20％以内。

注：对于RF校准模型，校准验证标准中分析物的计算RF与ICAL分析物的RFavg之间的％差异（％D）与计算的与预期浓度的％漂移值相同。有关计算％D和％漂移的指导，请参考方法8000。

**11.4.4.2**如果每种化合物的差异百分比及偏差百分比≤20%，可以认为初始校正是有效的。由于本方法需要大量化合物进行分析，所以预计一些化合物会无法满足这一标准。若初始校准中化合物的差值百分比或偏差百分比不能大于20%，则在分析样品前须采取纠正措施。在化合物不符合上述标准的情况下，若能证明系统足够灵敏，可以检测适用定量限界范围内的化合物，则仍可将其报告成“无法检测”。存在不合格化合物的情况下，须将浓度报告成估算值。

注：日常拖尾和退化检查是系统反应性和维护需要的良好指标。因为这些不再需要分析师每天密切监测CCV的反应和色谱，以表明该系统对反应过度反应以进行继续分析（例如，失活的分析物，异常拖尾，失去分辨率）。如果发生目标分析物/ ISs的显着损失（<50％恢复）或色谱发生显着降解（拖尾因子> 2），则必须执行系统维护，或者分析人员必须证明LLOQ具有足够的灵敏度。

**11.4.4.3**与初始校准下面列出的相似问题也同样会影响到通过校验标准溶液分析的能力。如果问题不能采取其它的措施校正，必须重新进行初始校准。样品分析前，必须满足校验标准。

**11.4.5**内标保留时间 - 数据采集前后，必须评估校验标准物质中内标物的保留时间。如果从最近的初始校准的中点标准浓度开始的任一内标物的保留时间变化超过30秒，则应检查色谱系统是否有故障并采取必要的矫正措施。当采取矫正措施过后，所有在系统故障期间分析的样品都必需重新分析。

**11.4.6**内标回应 - 如果从最近的初始校准的中点标准浓度开始，校验标准物质中的任何内标物的萃取离子电流曲图（EICP）的面积变化超过达到两位数以上（-50%到+100%），则必须检查质谱仪是否有故障并采取合适的矫正措施。当采取矫正措施过后，所有在系统故障期间分析的样品都必需重新分析。

**11.5 样品的气相色谱/质谱分析**

**11.5.1** 特别建议通过使用气质联用仪系统中有同一型号毛细管柱的气相色谱/火焰电离检测器或气相色谱/光电离检测器筛选出样品萃取物。这样可以将极高浓度有机化合物对气质联用仪系统的污染降至最低。分析样品前必须满足GC / MS校准验证标准。

**11.5.2**将样品萃取物预热至室温。在开始分析之前，向1mL浓缩样品萃取物中加入10μL内标溶液。

**11.5.3** 将等量的样品萃取物注入气质联用仪系统中，采用与校准（第11.3节）相同的操作条件。注射量必须与校正标准溶液的使用量相同。

**11.5.4** 如果任何量化离子的响应超过气质联用仪系统的初始校准范围，必须对样品萃取物进行稀释并重新分析。稀释的萃取物必须另外加入内标溶液以保持与标准溶液浓度（通常为40ng/μL，除非使用的气质联用仪系统的灵敏度非常高）相同。只有当样品干扰到初级离子时，才宜使用次级离子量化。

**11.5.4.1** 必须在所有样本、尖峰和空白中监测IS响应（面积计数）和RT，以有效检查方法性能并预测系统维护的需求。如果样本、峰值和空白中的任何IS的主要m / z的响应从最近的中点标准水平确定的响应变化了两倍（从50％到200％）， ICAL序列或CCV标准（以最近分析者为准），应采取纠正措施。样本、尖峰或空白应重新分析，或相关数据应合格。

**11.5.4.2**当检测样品化合物离子达到饱和时，该分析结束后，宜对只装有洁净溶剂的空白仪器进行分析。如果空白分析受到干扰，必须净化该系统。经证明空白溶液分析不受干扰之后，才可恢复样品分析。样品的污染从一种传染到另一种通常发生在注射器中。如果采用洗涤器对注射器进行洗涤，则可以避免高浓度样品之间互相污染。

**11.5.4.3**建议将超过校准范围和所需稀释度的目标分析物的校准范围的上半部分的反应定位到目标分析物中。

**11.6 分析物鉴定**

**11.6.1**目标识别 - 通过该方法确定的化合物的定性鉴定基于RT和样品质量的比较频谱，背景校正后，具有参考质谱中的特征离子。如果满足下列标准，则认为存在化合物。

**11.6.1.1** 化和物的特征离子强度必须在相同扫描中或互相扫描中达到最大限度。

**11.6.1.2** 在12小时期间开始的CCV运行中（RT RT 0.17分钟），RT相对于相关IS的偏移（±10秒）应在RT的±10秒内ΔRT为±10秒）。应仔细检查色谱图，以尽量减少假阳性和假阴性结果的发生。如果IS的RT已经移动，则应检查样品的相似目标分析物的相似位移。如果RT漂移是显着的，则可以使用相对保留时间（RRT）作为Δ保留时间的替代方法。附加信息见第11.4节方法8000。

注：一些分析物如酚类可能具有比相关IS更大的RT移位（相对于IS移位大于±10秒），但其仍然是目标分析物。在这些情况下，将变量增量 RT与具有类似化学物质的化合物（例如酚类替代物）进行比较以帮助鉴定靶标可能更有用。此外，建议稀释或加标样品以帮助最小化基质对靶标洗脱的影响有助于目标识别。

**11.6.1.3** 特征离子相对强度小于或等于参考波谱中离子相对强度的30%。（如：对于参考波谱中丰度为50%的离子，其在样谱中的相应丰度为20%~80%。）观察到干扰后，需要利用专业的判断力进行判断。在有限离子获取模式（即SIM或SRM）中未获得的样品质谱的定性鉴定也可以通过与11.6.2所述的参考文库进行比较来印证。

**11.6.1.4**具有相似质谱的未解决的结构异构体被鉴定为异构对。只有峰值至少达到50％（即，两个异构体峰之间的谷的高度是两个峰高的平均值的50％，或者是1- [谷高] / [平均峰高 ]≥50％），异构体才被认为是解决的。如果要报道严密洗脱的异构体（例如苯并（b）荧蒽和苯并（k）荧蒽），应该对ICAL的中点浓度以及实验室指定的CCV水平进行核实。

**11.6.1.5** 如果不用色谱法分析样品成分，且样品成分产生的质谱含有多种分析物产生的离子，则鉴别受到阻碍。如果气相色谱峰明显代表多种样品成分（如，双肩宽峰或两个以上峰值之间的低谷），选择合适的分析物光谱与背景光谱至关重要。

**11.6.1.6** 检查离子的EICP有助于选择质谱及化合物定性鉴别。如果分析物共洗脱（如，很明显只有一个色谱峰），可能会达到鉴别标准，但是各分析物质谱将包含共洗脱化合物产生的外部离子。

**11.6.2**初步鉴定—对于包含与校准用标准品无关成分的样品，可制定库搜索以进行初步鉴定。数据系统图书馆的搜索应不要使用正常化的途径，那可能会错误地显示质谱库或当作比较时，显示不能识别此质谱图。例如，RCRA许可或《废弃物抛弃要求》需要报告无目标分析物。只有将样品质谱与最近的库检索进行目视比较之后，分析人员才可进行初步鉴别。初步鉴定准则：

（1）参考谱中主要离子的相对强度（离子强度大于丰度最大离子的10%）应在样品谱中体现出来。

（2）参考谱中的分子离子应存在于样品谱中。如果分子离子不存在，请仔细检查参考文献的匹配，以避免识别错误。

（3）检查样品谱中存在的主要离子，但非参考光谱，以确定它们是否可由共洗脱化合物引起。

（4）参考光谱中存在的离子而不是在样品质谱中进行非预期的减法。数据系统库减少程序有时会产生这些差异。

（5）质谱库搜索算法通常根据未知质谱与谱图谱的比较，将匹配因子分配到峰值标识。对于满足上述条件的光谱，可考虑大于0.8（80%）的匹配因子确定证据。在识别数据收集中的已知限制的情况下，例如存在不完全解析的光谱干扰，则可以考虑低匹配系数。对于具有相似匹配因子的多个谱图谱（例如，对于具有低丰度分子离子或结构异构体的烃），分配给未知的暂定识别可以更好地表示为更通用的结构（例如，未知的烃，C 4苯结构异构体）。了解更多信息见第18.16节中的参考文献。

**11.7 定量分析**

**11.7.1** 当一种目标化合物被鉴别后，化合物的量化是基于EICP 中主要特征离子的综合丰度。使用的应该是与给定分析物的RT最近的一个。

**11.7.1.1**由于软件生成的整合更高，所以如果整合正确，强烈推荐使用。但是，由于底线选择不适当、错过正确的峰值、共析结合、峰值部分结合等原因，软件无法生成正确的整合，需要进行手动整合；分析员负责确保软件整合或手动整合的正确性。

**11.7.1.2** 合理维护仪器或调整方法（如更新保留时间和集成参数文件），不得代替手动集成。分析人员应通过合理维护仪器、更新保留时间与配置峰值集成参数，尽量减小手动集成。

**11.7.2**如果化合物响应系数的相对标准偏差（RSD）为20%或更少，则可对ICAL使用RF校准模型（见11.3.4节）。关于描述内标校准与线性或非线性校准的公式，见方法8000。

**11.7.3** 当可以实行时，应评估样品中鉴别到的非目标分析物的浓度（第11.6.2节）.使用相同的公式进行计算，公式只作如下修正：AX和AIS来自于总的离子色谱图中，化合物的回应因子值假定为1。

**11.7.4** 报告的浓度结果应显示此结果为估计值。使用不含干扰的最近的内标物。

**11.7.5** 多种组成成份的化合物（例如：毒杀芬、氯化三联苯）的量化不在方法8270的范围之内。当8270用于确认PCB时，主要是确认异构体的质谱（定性）或确认氯化水平，其中个体同源物不能被分解。一般地，量化使用GC/ECD进行，方法为8081或8082。只要灵敏度足以用于数据应用，并且来自其它部件的干扰最小，就可以使用这种方法确定单个部件（例如，PCB同系物的子集）。对于PCBs、Cochran和Frame（第16节的参考文献14），提供了PCB同源物分析化学的文献综述，包括鉴定在不同色谱条件下凝固的同系物。 Parris等人的表1（1996）和Kucklick等人的表8（2013年）（第16节中的参考文献15和16）提供了可能由所描述的条件下8270确定的PCB同类物清单，以及确定的共流出同系物。了解校准和定量多组分分析物如厌氧菌素、毒杀芬和氯丹的指导，参考方法8081和8082。有关PCBs作为同源基团的校准和定量的信息，请参阅方法680。有关PCBs作为个别同源物的定量的更多信息，请参阅方法1668。有关通过负离子化学电离GC / MS测量毒杀芬的指导，请参阅方法8276。

**11.7.6**不推荐使用本方法描述的IS技术对多组分参数如柴油有机物（DRO）和总石油烃（TPH）进行定量。通常，使用GC / FID分析的方法8015进行这些参数的定量; 但然而，可以使用通过外部标准校准从该方法产生的总离子色谱可以定量的参数。建议使用外部标准校准，以减少在TPH色谱图中减去多个非目标峰（如IS）贡献的面积的需要。进一步指导见11.11.3中的11.4.2方法8015中的方法8000。

# 12.0数据分析和计算

有关数据分析和计算的信息，见第11.7节和方法8000。

# 13.0方法性能

**13.1**SW-846方法中提供的性能数据和相关信息仅作为实例和指导。这些数据不代表方法使用者所需的性能标准。相反，性能标准宜根据具体项目制定，实验室宜制定适用于本方法应用的内部质量控制性能标准。这些性能数据不作为且不许作为实验室认证用绝对的质量控制验收标准。第16节参考文献13中提供的性能数据仅供参考。

**13.2**利用带疏水膜的改良连续液-液萃取器（见方法3520），对五个样品重复测量，可得到单独实验室的性能数据初始论证。在这种情况下，仅可利用CLP校准标准和适用的CLP目标分析物进行单独的酸性pH萃取。这些数据位于http://www.epa.gov/hw-sw846/validated-test-method-8270e-semivolatile-organic-compounds-gas-chromatographymass-spectrometry。各实验室应根据萃取条件和仪器条件生成自己的验收标准。（见方法8000）。

**13.3**将第0天与第7天的样品一起分析的校准用标准物质的色谱图作比较，以便发现可能的GC性能变异。这些回收率数据（利用方法3510萃取）见http://www.epa.gov/hw-sw846/validated-test-method-8270e-semivolatile-organic-compounds-gas-chromatographymass-spectrometry。这些数据仅具有指导意义。

**13.4**http://www.epa.gov/hw-sw846/validated-test-method-8270e-semivolatile-organic-compounds -gas-chromatographymass-spectrometry中给出了利用方法3541（自动索氏萃取）得到的方法性能数据。在6mg/kg浓度时，为每种化合物加标，可得到粘土中半挥发性有机物在单独实验室的精度数据。加标溶液在加料时与土壤混合，平衡1小时候才可过滤。按照方法3541的规定萃取加标溶液。萃取三次，每次的萃取物都按照方法8270用气相色谱质质谱联用仪进行分析。挥发性越强的化合物的回收率越低，因为在平衡时挥发掉的原因。数据来源为“参考文献7”，仅具有指导意义。

**13.5**按照方法0010进行空气取样，经过对田间动态加标研究，得到http://www.epa.gov/hw-sw846/validated-test-method-8270e-semivolatile-organic-compounds-gas-chromatographymass-spectrometry中的代用物质的准确度数据及精确度数据。配制诱捕培养基，按方法3542进行分析，然后按照方法8270进行分析。这些数据仅具有指导意义。

**13.6**利用方法3545（承压流体提取）得到的半挥发性有机化合物的单个实验室精度和偏差数据见http://www.epa.gov/hw-sw846/validated-test-method-8270e-semivolatile-organic-compounds-gas-chromatographymass-spectrometry。这些样品是经处理的加料样品，由商业供应商制备和检查，含有57种半挥发性有机化合物，3种浓度值（分别为250、2500和12,500μg/kg），土壤类型3种（黏土、沃土、沙土）。加料样品萃取方式包括Dionex快速溶剂萃取系统和Perstorp环境索氏萃取™（自动萃取)。http://www.epa.gov/hw-sw846/validated-test-method-8270e-semivolatile-organic-compounds-gas-chromatographymass -spectrometry中的数据表示单独样品的七种平行物的萃取及分析，请参考“参考文献7”。所有自动索氏萃取数据相关的分析物及平行物的三种基体中的平均回收率数据为：黏土96.8%、沃土98.7%、沙土102.1%。与自动索氏萃取相关的三种浓度的平均回收率数据为：低浓度-101.2%、中浓度-97.2%、高浓度-99.2%。这些数据仅具有指导意义。

**13.7**利用2种有证标准物质（即，来自加拿大环境部的湖泊沉积物EC-1和加拿大科学与工程研究委员会的海底沉积物HS-3，两者均被多环芳香烃污染），采用方法3561（多环芳香烃的超临界流体萃取，有可变的限流器及固态的捕集材料）得到方法分析物在单个实验室的精度和偏差数据。萃取使用的超临界流体萃取仪器为Hewlett-Paackard 7680型。样品经GC/MS分析。根据湖泊沉积物的标准值（如果无法获得某种分析物的标准值，可使用索氏提取值），六个平行萃取物的平均回收率为85%-148% （总平均数100%）。根据海底沉积物的标准值，三个平行萃取物的平均回收率为73%-133%（总平均数92%）。数据见http://www.epa.gov/hw-sw846/validated-test-method-8270e-semivolatile-organic-compounds-gas-chromatographymass-spectrometry，数据来源为“参考文献10”。这些数据仅具有指导意义。

**13.8**利用有证标准物质（即被多环芳香烃污染的土壤），采用方法3561（多环芳香烃的超临界流体萃取，有固定限流器及液态的捕集材料）得到12种方法分析物在单个实验室的精度和偏差数据。萃取采用的超临界流体萃取仪器为Dionex 703M型。样品经GC/MS分析。根据标准值，四个平行萃取物的平均回收率为60%-122% （总平均数89%）。萃取3.4g样品的仪器条件是：压力300atm；时间60min.；萃取液体：二氧化碳；改良剂：10%的1:1（v/v）甲醇/二氯甲烷；烘箱温度：80℃；限流器温度：120℃；捕集液体：氯仿（也可使用二氯甲烷）。数据见http://www.epa.gov/hw-sw846/validated-test-method-8270e-semivolatile-organic-compounds-gas-chromatographymass-spectrometry，数据来源为“参考文献9”。这些数据仅具有指导意义。

**13.9**http://www.epa.gov/hw-sw846/validated-test-method-8270e-semivolatile-organic -compounds-gas-chromatographymass-spectrometry为使用方法3535固相萃取TCLP缓冲溶液的单个实验室的精度数据，TCLP缓冲溶液有两种加标浓度。这些数据仅具有指导意义。

**13.10** http://www.epa.gov/hw-sw846/validated-test-method - 8270e-semivolatile -organic -compounds-gas-chromatographymass-spectrometry内数据为使用方法3535固相萃取加标TCLP土壤沥取液的多个实验室数据。这些数据仅具有指导意义。

**13.11**http://www.epa.gov/hw-sw846/validated-test-method-8270e-semivolatile-organic-compounds-gas-chromatographymass-spectrometry的数据为利用方法3546对污染的土壤和标准参考物质微波萃取的单个实验室的PAH回收率数据。这些数据仅具有指导意义。

# 14.0污染防治

**14.1**污染防治包括任何能够在产生废弃物时减少废弃物数量与/或清除废弃物毒性的技术。在实验室操作过程中，存在许多污染防治机会。EPA已制定了环境管理技术的优先分级结构，该结构将污染防治作为首选管理方案。实验室人员宜采用污染防治技术解决产生垃圾问题（如适用）。如果不能从源头上切实可行地减少废料，则该机构推荐的下一个最佳方案是回收。

**14.2** 实验室和研究机构适用的污染防治信息请参阅政府关系和科学政策，美国化学学会的文章：http://www.acs.org/content/dam/acsorg/about/governance/committees/chemicalsafety/publicatio ns/less-is-better.pdf.

# 15.0废弃物管理

美国环保署规定，应按照所有适用的法律法规实施实验室废弃物管理。美国环保署极力呼吁各实验室通过最大程度减少和控制防护罩和工作台运行时产生的所有释放物，遵守任何下水道排放许可证和法规要求和精神，以及所有固体和有害废物法规，特别是有害废物识别法规和土埋限令，来避免空气、水和土地受到污染。关于更多废弃物管理信息，请参阅《实验室人员用废弃物管理手册》（*The Waste Management Manual for Laboratory Personnel*），该手册可从美国化学协会获得，地址见http://www.labsafetyinstitute.org/FreeDocs/WasteMgmt.pdf。

# 16.0 参考文献

1. J. W. Eichelberger, L. E. Harris, and W. L. Budde, "Reference Compound to Calibrate Ion Abundance Measurement in Gas Chromatography-Mass Spectrometry Systems,"

*Analytical Chemistry*, 47, 995-1000, 1975.

1. "Interlaboratory Method Study for EPA Method 625 - Base/Neutrals, Acids, and Pesticides," Final Report for EPA Contract 68-03-3102.
2. S. V. Lucas, R. A. Kornfeld, "GC-MS Suitability Testing of RCRA Appendix VIII and Michigan List Analytes," U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, OH 45268, Contract No. 68-03-3224, February 20, 1987.
3. T. M. Engel, R. A. Kornfeld, J. S. Warner, and K. D. Andrews, "Screening of Semivolatile Organic Compounds for Extractability and Aqueous Stability by SW-846, Method 3510," U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, OH 45268, Contract 68-03-3224, June 5, 1987.
4. V. Lopez-Avila (W. Beckert, Project Officer), "Development of a Soxtec Extraction Procedure for Extraction of Organic Compounds from Soils and Sediments," U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Las Vegas, NV, EPA 600/X-91/140, October 1991.
5. J. Bursey, R. Merrill, R. McAllister, and J. McGaughey, "Laboratory Validation of VOST and SemiVOST for Halogenated Hydrocarbons from the Clean Air Act Amendments List," Vol. 1 and 2, U.S. Environmental Protection Agency, EPA 600/R-93/123a and b, (NTIS PB 93-227163 and 93-27171), Research Triangle Park, NC, July 1993.
6. B. Richter, J. Ezzell, and D. Felix, "Single Laboratory Method Validation Report: Extraction of Target Compound List/Priority Pollutant List BNAs and Pesticides using Accelerated Solvent Extraction (ASE) with Analytical Validation by GC/MS and GC/ECD," Document 101124, Dionex Corporation, Salt Lake City, UT, June 16, 1994.
7. H. B. Lee, T. E. Peart, R. L. Hong-You, and D. R. Gere, "Supercritical Carbon Dioxide Extraction of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons from Sediments," *J. Chromatography*, A, 653, 83-91 (1993).
8. S. Warner, "SFE Extraction of PNAs from Solid Matrices Using the Dionex 703M SFE Extractor and a Liquid Trap," EPA Region III, Central Regional Laboratory, 839 Bestgate Road, Annapolis, MD 21401, December 12, 1994.
9. C. Markell, "3M Data Submission to EPA," letter to B. Lesnik, June 27, 1995.
10. U.S. EPA Method 525.3, "Determination of Semivolatile Organic Chemicals in Drinking Water by Solid Phase Extraction and Capillary Column Gas Chromatography/Mass Spectrometry," National Exposure Research Laboratory, Office of Research and Development, US EPA, Cincinnati, OH, Version 1.0, February, 2012.
    1. USEPA, Superfund Analytical Services/Contract Laboratory Program (CLP), Multi-Media, Multi-Concentration Organics Analysis, SOM01.2, Exhibit D - Analytical Methods, "Analytical Method for the Analysis of Semivolatile Organic Compounds," June, 2007.
11. Department of Defense Environmental Data Quality Workgroup (EDQW), Data from 2012 Department of Defense Laboratory Control Sample Control Limit Study (2012 DOD LCS Study), July 15, 2013.
12. J. Cochran and G. Frame, "Recent Developments in the High-Resolution Gas Chromatography of Polychlorinated Biphenyls", *Journal of Chromatography A*, 843, 1-434, May 28, 1999.
13. Parris et al., "NIST/NOAA NS&T/EPA EMAP Intercomparison Exercise Program for Organic Contaminants in the Marine Environment: Description and Results of 1995 Organic Intercomparison Exercises", NOAA Technical Memorandum NOS ORCA 104, 1996.
14. Kucklick et al., "Persistent Organic Pollutants and Vitamins in Northern Fur Seals (Callorhinus ursinus) Collected from St. Paul Island, Alaska as Part of the Alaska Marine Mammal Tissue Archival Project", NISTIR 7958, August 2013.
15. EPA Contract Laboratory Organic Statement of Work (SOMO2.3d), which can be found at the website: [http://www.epa.gov/sites/production/files/2015-10/documents/som23d.pdf.](http://www.epa.gov/sites/production/files/2015-10/documents/som23d.pdf)
16. NIST/EPA/NIH Mass Spectral Library (NIST 14) and NIST Mass Spectral Search Program (Version 2.2) User’s Guide. National Institute of Standards and Technology, June 2014.
17. R. Burrows, Basic RSE calculator v2 and instructions, December 2016.

# 17.0表格、图表、流程图以及验证数据

以下页面包含此方法引用的表格和图形。

**表1**

**半挥发性化合物的特征离子（按保留时间排序）a**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 化和物b | 初级离子 | 次级离子 |
| 乙烯萘-d10（IS） | 164 | 162, 160 |
| 苊 | 154 | 153, 152 |
| 苊 | 152 | 151, 153 |
| 苯乙酮 | 105 | 71, 51, 120 |
| 2-乙酰氨基芴 | 181 | 180, 223, 152 |
| 1-乙酰基-2-硫脲 | 118 | 43, 42, 76 |
| 奥尔德林 | 66 | 263, 220 |
| 2-氨基蒽醌 | 223 | 167, 195 |
| 氨基偶氮 | 197 | 92, 120, 65, 77 |
| 4-氨基联苯 | 169 | 168, 170, 115 |
| 敌菌灵 | 239 | 241, 143, 178, 89 |
| 苯胺 | 93 | 66, 65 |
| 邻氨基苯甲醚 | 108 | 80, 123, 52 |
| 蒽 | 178 | 176, 179 |
| 杀螨酯 | 185 | 191, 319, 334, 197, 321 |
| 阿特拉津 | 200 | 173, 215 |
| 亚磷酸甲酯（谷硫磷） | 160 | 132, 93, 104, 105 |
| 偶氮苯 | 182 | 105, 77 |
| 燕麦灵 | 222 | 51, 87, 224, 257, 153 |
| 苯甲醛 | 77 | 105, 106 |
| 苯并（A）蒽 | 228 | 229, 226 |
| 联苯胺 | 184 | 92, 185 |
| 苯并（b）中荧蒽 | 252 | 253, 125 |
| 苯并（K）荧蒽 | 252 | 253, 125 |
| 苯甲酸 | 122 | 105, 77 |
| 化和物b | 初级离子 | 次级离子 |
| 苯并（G，H，I）二萘嵌苯 | 276 | 138, 277 |
| 苯并（a）芘 | 252 | 253, 125 |
| 苯并[e]芘 | 252 | 253, 125 |
| 对苯醌 | 108 | 54, 82, 80 |
| 苯甲醇 | 108 | 79, 77 |
| α-BHC | 183 | 181, 109 |
| β-BHC | 181 | 183, 109 |
| γ-BHC（林丹） | 183 | 181, 109 |
| δ-BHC | 183 | 181, 109 |
| 1,1'-二苯基 | 154 | 153, 76 |
| 双（2-氯-1-甲基乙基）醚 | 45 | 77, 121 |
| 双（2-氯乙基）醚 | 93 | 63, 95 |
| 双（2-氯乙氧基）甲烷 | 93 | 95, 123 |
| 邻苯二甲酸二 | 149 | 167, 279 |
| 溴苯腈（溴苯腈除草剂） | 277 | 279, 88, 275, 168 |
| 4-溴苯基苯基醚 | 248 | 250, 141 |
| 邻苯二甲酸丁基苄酯 | 149 | 91, 206 |
| 己内酰胺 | 113 | 55, 56 |
| 敌菌丹 | 79 | 77, 80, 107 |
| 卡普坦 | 79 | 149, 77, 119, 117 |
| 西维因 | 144 | 115, 116, 201 |
| 咔 | 167 | 166, 139 |
| 呋喃丹 | 164 | 149, 131, 122 |
| 硫磷 | 157 | 97, 121, 342, 159, 199 |
| 毒虫畏 | 267 | 269, 323, 325, 295 |
| 4-氯苯胺 | 127 | 129, 65, 92 |
| 乙酯杀螨醇 | 251 | 139, 253, 111, 141 |
| 化和物b | 初级离子 | 次级离子 |
| 5-氯-2-甲基苯胺 | 106 | 141, 140, 77, 89 |
| 4-氯-3-甲基苯酚 | 107 | 144, 142 |
| 1-氯萘 | 162 | 127, 164 |
| 2-氯萘 | 162 | 127, 164 |
| 2-氯酚 | 128 | 64, 130 |
| 4-氯苯基苯基醚 | 204 | 206, 141 |
| 4-氯-1,2-苯二胺 | 142 | 144, 80 |
| 4-氯-1,3-苯二胺 | 142 | 144, 80 |
| 屈 | 228 | 226, 229 |
| 屈-d12（IS） | 240 | 120, 236 |
| 蝇毒磷 | 362 | 226, 210, 364, 97, 109 |
| *p*-甲酚定 | 122 | 94, 137, 77, 93 |
| 丁烯磷 | 127 | 105, 193, 166 |
| 2-环己基-4,6-二硝基苯酚 | 231 | 185, 41, 193, 266 |
| 4,4'- DDD | 235 | 237, 165 |
| 4,4'- DDE | 246 | 248, 176 |
| 4,4'-二氯二苯三氯乙 | 235 | 237, 165 |
| 内吸磷-O | 88 | 89, 60, 61, 115, 171 |
| 内吸磷-S | 88 | 60, 81, 89, 114, 115 |
| 对照（顺式或反式） | 86 | 234, 43, 70 |
| 2,4-二氨基甲苯 | 121 | 122, 94, 77, 104 |
| 二苯并（A，j）的吖啶 | 279 | 280, 277, 250 |
| 二苯并（A，H）蒽 | 278 | 139, 279 |
| 二苯并（A，E）芘 | 302 | 151, 150, 300 |
| 二苯并呋喃 | 168 | 139 |
| 1,2-二溴-3-氯丙烷 | 75 | 155, 157 |
| 邻苯二甲酸二正丁酯 | 149 | 150, 104 |
| 化和物b | 初级离子 | 次级离子 |
| 二氯萘醌 | 191 | 163, 226, 228, 135, 193 |
| 1,2-二氯苯 | 146 | 148, 111 |
| 1,3-二氯苯 | 146 | 148, 111 |
| 1,4-二氯苯 | 146 | 148, 111 |
| 1,4-二氯苯-d4（IS） | 152 | 150, 115 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 252 | 254, 126 |
| 2,4-二氯酚 | 162 | 164, 98 |
| 2,6-二氯 | 162 | 164, 98 |
| 二氯乙酸（敌敌畏） | 109 | 185, 79, 145 |
| 百治磷 | 127 | 67, 72, 109, 193, 237 |
| 狄氏剂 | 79 | 263, 279 |
| 邻苯二甲酸二乙酯 | 149 | 177, 150 |
| 硫酸二乙酯 | 139 | 45, 59, 99, 111, 125 |
| 己烯雌酚 | 268 | 145, 107, 239, 121, 159 |
| 乐果 | 87 | 93, 125, 143, 229 |
| 3,3'- 二甲氧基联苯胺 | 244 | 201, 229 |
| 二甲基氨基偶氮苯 | 225 | 120, 77, 105, 148, 42 |
| 邻苯二甲酸二甲酯 | 163 | 194, 164 |
| 7,12-二甲基苯并（A）蒽 | 256 | 241, 239, 120 |
| 3,3'-二甲基联 | 212 | 106, 196, 180 |
| 2,4-二甲基苯酚 | 122 | 107, 121 |
| α，α-二甲基苯胺 | 58 | 91, 65, 134, 42 |
| 1,2-二硝基苯 | 168 | 50, 63, 74 |
| 1,3-二硝基苯（1,3-DNB） | 168 | 76, 50, 75, 92, 122 |
| 1,4-二硝基苯 | 168 | 75, 50, 76, 92, 122 |
| 4,6-二硝基-2-甲基苯酚 | 198 | 51, 105 |
| 2,4-二硝基苯酚 | 184 | 63, 154 |
| 化和物b | 初级离子 | 次级离子 |
| 2,6-二硝基苯酚 | 162 | 164, 126, 98, 63 |
| 2,4-二硝基甲苯 | 165 | 63, 89 |
| 2,6-二硝基甲苯 | 165 | 63, 89 |
| 敌螨普 | 69 | 41, 39 |
| 地乐酚 | 211 | 163, 147, 117, 240 |
| 邻苯二甲酸二正辛酯 | 149 | 167, 43 |
| 1,4-二恶烷 | 88 | 43, 58 |
| 苯妥英 | 180 | 104, 252, 223, 209 |
| 1,2-二苯肼 | 77 | 105, 182 |
| 二苯胺 | 169 | 168, 167 |
| 二硫 | 88 | 97, 89, 142, 186 |
| 硫丹一 | 195 | 339, 341 |
| 硫丹二 | 337 | 339, 341 |
| 硫丹硫酸盐 | 272 | 387, 422 |
| 异狄氏剂 | 263 | 82, 81 |
| 异狄氏剂醛 | 67 | 345, 250 |
| 异狄氏剂酮 | 317 | 67, 319 |
| 苯硫磷 | 157 | 169, 185, 141, 323 |
| 乙硫磷 | 231 | 97, 153, 125, 121 |
| 氨基甲酸乙酯 | 62 | 44, 45, 74 |
| 乙磺酸甲酯 | 79 | 109, 9745, 65 |
| 氨磺磷 | 218 | 125, 93, 109, 217 |
| 丰索磷 | 293 | 97, 308, 125, 292 |
| 倍硫磷 | 278 | 125, 109, 169, 153 |
| 氟消草 | 306 | 63, 326, 328, 264, 65 |
| 荧蒽 | 202 | 101, 203 |
| 芴 | 166 | 165, 167 |
| 化和物b | 初级离子 | 次级离子 |
| 2-氟联苯 | 172 | 171 |
| 2-氟苯酚 | 112 | 64 |
| 七氯 | 100 | 272, 274 |
| 七氯环氧化物 | 353 | 355, 351 |
| 六氯苯 | 284 | 142, 249 |
| 六氯丁二烯 | 225 | 223, 227 |
| 六氯环戊二烯 | 237 | 235, 272 |
| 六氯乙烷 | 117 | 201, 199 |
| 六氯酚 | 196 | 198, 209, 211, 406, 408 |
| 六氯丙烯 | 213 | 211, 215, 117, 106, 141 |
| 六甲基磷酰胺（HPMA） | 135 | 44, 179, 92, 42 |
| 对苯二酚 | 110 | 81, 53, 55 |
| 茚并（1,2,3-CD）芘 | 276 | 138, 277 |
| 异艾 | 193 | 66, 195, 263, 265, 147 |
| 异佛尔酮 | 82 | 95, 138 |
| 异黄樟素 | 162 | 131, 104, 77, 51 |
| 开蓬 | 272 | 274, 237, 178, 143, 270 |
| 对溴磷 | 171 | 377, 375, 77, 155, 379 |
| 马拉硫磷 | 173 | 125, 127, 93, 158 |
| 马来酸酐 | 54 | 98, 53, 44 |
| 美雌醇 | 277 | 310, 174, 147, 242 |
| 美沙吡林 | 97 | 50, 191, 71 |
| 甲氧 | 227 | 228, 152, 114, 274, 212 |
| 甲磺酸甲酯 | 80 | 79, 65, 95 |
| 甲基对硫磷 | 109 | 125, 263, 79, 93 |
| 3-甲基 | 268 | 252, 253, 126, 134, 113 |
| 4,4'-亚甲基双（2-氯苯胺） | 231 | 266, 268, 140, 195 |
| 化和物b | 初级离子 | 次级离子 |
| 4,4'-亚甲基二（N，N-二甲基苯胺） | 254 | 253, 134 |
| 1-甲基萘 | 142 | 141 |
| 2-甲基萘 | 142 | 141 |
| -2-甲基苯酚 | 107 | 108, 77, 79, 90 |
| 四分之三-甲基酚醛 | 107 | 108, 77, 79, 90 |
| 速灭磷 | 127 | 192, 109, 67, 164 |
| 兹克威 | 165 | 150, 134, 164, 222 |
| 灭蚁灵 | 272 | 237, 274, 270, 239, 235 |
| 久效磷 | 127 | 192, 67, 97, 109 |
| 二溴磷 | 109 | 145, 147, 301, 79, 189 |
| 萘 | 128 | 129, 127 |
| 萘-d8（IS） | 136 | 68 |
| 1,4-萘醌 | 158 | 104, 102, 76, 50, 130 |
| 1-萘胺 | 143 | 115, 89, 63 |
| 2-萘胺 | 143 | 115, 116 |
| 尼古丁 | 84 | 133, 161, 162 |
| 5-硝基苊 | 199 | 152, 169, 141, 115 |
| 2-硝基苯胺 | 65 | 92, 138 |
| 3硝基苯胺 | 138 | 108, 92 |
| 4-硝基苯胺 | 138 | 65, 108, 92, 80, 39 |
| 5-硝基-邻-茴香胺 | 168 | 79, 52, 138, 153, 77 |
| 硝基苯 | 77 | 123, 65 |
| 硝基苯-d5（surr） | 82 | 128, 54 |
| 4-硝基联苯 | 199 | 152, 141, 169, 151 |
| 除草醚 | 283 | 285, 202, 139, 253 |
| 2-硝基苯酚 | 139 | 109, 65 |
| 4-硝基苯酚 | 139 | 109, 65 |
| 化和物b | 初级离子 | 次级离子 |
| 4-硝基喹啉-1-氧化物 | 174 | 101, 128, 75, 116 |
| N-亚硝基二正丁胺 | 84 | 57, 41, 116, 158 |
| N-亚硝基二乙胺 | 102 | 42, 57, 44, 56 |
| N-二甲基亚硝胺 | 42 | 74, 44 |
| 正亚硝基二苯胺 | 169 | 168, 167 |
| N- 亚硝基二正丙胺 | 70 | 42, 101, 130 |
| N-亚硝基甲基乙基胺 | 88 | 42, 43, 56 |
| N-亚硝基吗啉 | 56 | 116, 86 |
| N-亚硝基哌啶 | 114 | 42, 55, 56, 41 |
| n-亚硝基吡咯烷 | 100 | 41, 42, 68, 69 |
| 5-硝基 - 邻甲苯胺 | 152 | 106, 79 |
| 八甲磷 | 135 | 44, 199, 286, 153, 243 |
| 4,4'-二氨基二苯醚 | 200 | 108, 171, 80, 65 |
| 对硫磷 | 109 | 97, 291, 139, 155 |
| 五氯苯 | 250 | 252, 108, 248, 215, 254 |
| 五氯硝基苯 | 237 | 142, 214, 249, 295, 265 |
| 五氯酚 | 266 | 264, 268 |
| 苝 | 252 | 253, 125 |
| 苝-d12（IS） | 264 | 260, 265 |
| 非那西丁 | 108 | 180, 179, 109, 137, 80 |
| 菲 | 178 | 179, 176 |
| 菲-D10（IS） | 188 | 94, 80 |
| 苯巴比妥 | 204 | 117, 232, 146, 161 |
| 苯酚 | 94 | 65, 66 |
| 苯酚-d6（surr） | 99 | 42, 71 |
| 1,4-苯二胺 | 108 | 80, 53, 54, 52 |
| 甲拌磷 | 75 | 121, 97, 93, 260 |
| 化和物b | 初级离子 | 次级离子 |
| 伏杀硫磷 | 182 | 184, 367, 121, 379 |
| 亚胺硫磷 | 160 | 77, 93, 317, 76 |
| 磷胺 | 127 | 264, 72, 109, 138 |
| 邻苯二甲酸酐 | 104 | 76, 50, 148 |
| 2-甲基吡啶 | 93 | 66, 92 |
| 哌嗪基亚砜 | 162 | 135, 105, 77 |
| 丙酰胺（路缘） | 173 | 175, 145, 109, 147 |
| 丙基硫氧嘧啶 | 170 | 142, 114, 83 |
| 芘 | 202 | 200, 203 |
| 吡啶 | 79 | 52, 50 |
| 3-（氯甲基）吡啶盐酸盐 | 92 | 127, 129, 65, 39 |
| 间苯二酚 | 110 | 81, 82, 53, 69 |
| 黄樟素 | 162 | 104, 77, 103, 135 |
| 士的宁 | 334 | 334, 335, 333 |
| 草克死 | 188 | 88, 72, 60, 44 |
| 特丁硫磷 | 231 | 57, 97, 153, 103 |
| 三联苯d14 | 244 | 122, 212 |
| 1,2,4,5-四氯苯 | 216 | 214, 179, 108, 143, 218 |
| 2,3,4,6-四氯苯酚 | 232 | 131, 230, 166, 234, 168 |
| 四氯乙烯 | 329 | 109, 331, 79, 333 |
| 四乙基二硫代磷酸酯 | 97 | 202, 238, 266 |
| 焦磷酸四乙酯 | 99 | 155, 127, 81, 109 |
| 虫线磷 | 107 | 96, 97, 143, 79, 68 |
| 硫酚（苯硫醇） | 110 | 66, 109, 84 |
| 2,4-甲苯二异氰酸酯 | 174 | 145, 173, 146, 132, 91 |
| 邻甲基苯胺 | 106 | 107, 77, 51, 79 |
| 毒杀芬 | 159 | 231, 233 |
| 化和物b | 初级离子 | 次级离子 |
| 2,4,6-三溴苯酚 | 330 | 332, 141 |
| 1,2,4-三氯苯 | 180 | 182, 145 |
| 2,4,5-三氯 | 196 | 198, 97, 132, 99 |
| 2,4,6-三氯 | 196 | 198, 200 |
| O，O，O-三乙基硫代磷酸酯 | 198 | 121, 93 |
| 三氟乙酸 | 306 | 43, 264, 41, 290 |
| 磷酸三甲酯 | 110 | 79, 95, 109, 140 |
| 2,4,5-三甲基苯胺 | 120 | 135, 134, 91, 77 |
| 1,3,5-三硝基苯 | 75 | 74, 213, 120, 91, 63 |
| 三（2,3-二溴丙基）酯 | 201 | 137, 119, 217, 219, 199 |
| 磷酸三对甲苯酯 | 368 | 367, 107, 165, 198 |

IS=内标

surr=代用品

a提交的数据由DB-5分析柱获得。

b芳氯物。氯丹（NOS）和多氯联苯（NOS）不包括在此表中，因为定量离子随单个组分而变化。

c化合物不能分离用于定量

d替代非特异性混合物，磷酸三甲苯酯

**表2**

**2012年国防部研究室对照样品控制每种制备方法极限研究平均复原百分比**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 化合物 | | | CAS 号 | | 3510 | 3520 | 3540/ | 3545 | 3550 | 3580 |
| 3541 |
|  | | |  | |  |  |  |  |  |
| 萘嵌戊烷 | | | 83-32-9 | | 80 | 83 | 77/89 | 80 | 76 | - |
| 苊 | | | 208-96-8 | | 79 | 85 | 77/92 | 79 | 79 | 86 |
| 苯乙酮 | | | 98-86-2 | | 81 | 77 | 65/61 | 70 | 73 | - |
| 2-乙酰氨基芴 | | | 53-96-3 | | 87 | 100 | -/- | 91 | 80 | - |
| 1-乙酰基-2-硫脲 | | | 591-08-2 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 奥尔德林 | | | 309-00-2 | | 95 | - | -/- | - | 97 | - |
| 2-氨基蒽醌 | | | 117-79-3 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 氨基偶氮 | | | 60-09-3 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 4-氨基联苯 | | | 92-67-1 | | 82 | 67 | -/- | - | 32 | - |
| 3-氨基-9-乙基咔唑 | | | 132-32-1 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 敌菌灵 | | | 101-05-3 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 苯胺 | | | 62-53-3 | | 60 | 61 | 53/51 | 49 | 63 | - |
| 邻氨基苯甲醚 | | | 90-04-0 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 蒽 | | | 120-12-7 | | 86 | 86 | 80/89 | 83 | 82 | - |
| 杀螨酯 | | | 140-57-8 | | 83 | 90 | -/- | - | 71 | - |
| 阿特拉津 | | | 1912-24-9 | | 91 | 94 | 90/- | 86 | 86 | - |
| 亚磷酸甲酯（Guthion） | | | 86-50-0 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 偶氮苯 | | | 103-33-3 | | 83 | 92 | -/- | - | 82 | - |
| 燕麦灵 | | | 101-27-9 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 苯甲醛 | | | 100-52-7 | | 71 | 86 | 66/- | 68 | 68 | - |
| 联苯胺 | | | 92-87-5 | | 46 | 26 | -/12 | 61 | 37 | - |
| 苯并（a）蒽 | | | 56-55-3 | | 89 | 89 | 81/91 | 86 | 84 | 101 |
| 苯并（b）中荧蒽 | | | 205-99-2 | | 89 | 89 | 75/91 | 87 | 86 | 98 |
| 苯并（K）荧蒽 | | | 207-08-9 | | 91 | 90 | 83/95 | 89 | 87 | 100 |
| 苯甲酸 | | | 65-85-0 | | 29 | 58 | 46/64 | 48 | 71 | 93 |
| 苯并（G，H，I）二萘嵌苯 | | | 191-24-2 | | 89 | 90 | 78/98 | 84 | 86 | 101 |
| 苯并（a）芘 | | | 50-32-8 | | 88 | 87 | 78/95 | 88 | 84 | 91 |
| 苯并[e]芘 | | | 192-97-2 | | 84 | - | -/- | - | 77 | - |
| 化合物 | | | CAS 号 | | 3510 | 3520 | 3540/ | 3545 | 3550 | 3580 |
| 3541 |
|  | | |  | |  |  |  |  |  |
| 对苯醌 | | | 106-51-4 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 苯甲醇 | | | 100-51-6 | | 66 | 80 | 75/82 | 63 | 74 | - |
| α-BHC | | | 319-84-6 | | 95 | - | -/- | - | 95 | - |
| β-BHC | | | 319-85-7 | | 91 | - | -/- | - | 95 | - |
| δ-BHC | | | 319-86-8 | | 96 | - | -/- | - | 97 | - |
| γ-BHC（林丹） | | | 58-89-9 | | 94 | - | -/- | - | 98 | - |
| 1,1'-二苯基 | | | 92-52-4 | | 80 | 77 | 73/82 | 69 | 73 | - |
| 双（2-氯乙氧基）甲烷 | | | 111-91-1 | | 81 | 83 | 76/89 | 70 | 75 | 94 |
| 双（2-氯乙基）醚 | | | 111-44-4 | | 77 | 79 | 75/88 | 68 | 71 | - |
| 双（2-氯-1-甲基乙基）醚C | | | 108-60-1 | | 76 | 83 | -/- | - | 76 | - |
| 邻苯二甲酸二 | | | 117-81-7 | | 93 | 94 | 87/94 | 83 | 90 | 103 |
| 4-溴苯基苯基醚 | | | 101-55-3 | | 86 | 89 | 78/91 | 78 | 82 | - |
| 溴苯腈 | | | 1689-84-5 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 邻苯二甲酸丁基苄酯 | | | 85-68-7 | | 91 | 94 | 84/95 | 82 | 88 | 99 |
| 己内酰胺 | | | 105-60-2 | | 21 | 42 | 76/- | 86 | 80 | - |
| 敌菌丹 | | | 2425-06-1 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 卡普坦 | | | 133-06-2 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 西维因 | | | 63-25-2 | | - | - | -/- | - | - | - |
| **卡勃里奥尔** | 86-74-8 | | | | 89 | 90 | 75/88 | 84 | 87 | - |
| 呋喃丹 | 1563-66-2 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 硫磷 | 786-19-6 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 氯丹（NOS）\* | 57-74-9 | | | | 95 | - | -/- | - | 94 | - |
| 毒虫畏 | 470-90-6 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 4-氯苯胺 | 106-47-8 | | | | 74 | 77 | 56/71 | 54 | 63 | - |
| 乙酯杀螨醇 | 510-15-6 | | | | 93 | 103 | -/- | 93 | 76 | - |
| 5-氯-2-甲基苯胺 | 95-79-4 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 4-氯-3-甲基苯酚 | 59-50-7 | | | | 82 | 86 | 79/91 | 76 | 81 | - |
| 3-（氯甲基）吡啶盐酸盐 | 6959-48-4 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 1-氯萘 | 90-13-1 | | | | - | 83 | -/- | - | 80 | - |
| 2-氯萘 | 91-58-7 | | | | 75 | 78 | 75/85 | 72 | 75 | - |
|  |  | | | |  |  |  |  |  |  |
| 化合物 | | | CAS 号 | | 3510 | 3520 | 3540/ | 3545 | 3550 | 3580 |
| 3541 |
|  | | |  | |  |  |  |  |  |
| 2-氯酚 | 95-57-8 | | | | 73 | 77 | 77/87 | 68 | 74 | 93 |
| 4-氯-1,2-苯二胺 | 95-83-0 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 4-氯-1,3-苯二胺 | 5131-60-2 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 4-氯苯基苯基醚 | 7005-72-3 | | | | 84 | 87 | 79/91 | 76 | 80 | - |
| 屈 | 218-01-9 | | | | 89 | 89 | 82/91 | 87 | 85 | 100 |
| 蝇毒磷 | 56-72-4 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| *p*-甲酚定 | 120-71-8 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 丁烯磷 | 7700-17-6 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 2-环己基-4,6-二硝基苯酚 | 131-89-5 | | | | - | - | -/- | - | - |  |
| 4,4'- DDD | 72-54-8 | | | | 96 | - | -/- | - | 101 | - |
| 4,4'- DDE | 72-55-9 | | | | 94 | - | -/- | - | 100 | - |
| 4,4'-二氯二苯三氯乙 | 50-29-3 | | | | 94 | - | -/- | - | 96 | - |
| 内吸磷-O | 298-03-3 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 内吸磷-S | 126-75-0 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 燕麦敌（顺式或反式） | 2303-16-4 | | | | 89 | 93 | -/- | 87 | 79 | - |
| 2,4-二氨基甲苯 | 95-80-7 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 二苯并（A，j）的吖啶 | 224-42-0 | | | | - | - | -/- | - | 89 | - |
| 二苯并（A，H）蒽 | 53-70-3 | | | | 89 | 90 | 80/97 | 86 | 87 | 101 |
| 二苯并呋喃 | 132-64-9 | | | | 82 | 86 | 75/92 | 73 | 80 | - |
| 二苯并（A，E）芘 | 192-65-4 | | | | 94 | - | -/- | - | 93 | - |
| 1,2-二溴-3-氯丙烷（DBCP） | 96-12-8 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 邻苯二甲酸二正丁酯 | 84-74-2 | | | | 90 | 93 | 83/93 | 82 | 87 | - |
| 二氯萘醌 | 117-80-6 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 1,2-二氯苯 | 95-50-1 | | | | 68 | 69 | 70/86 | 65 | 72 | - |
| 1,3-二氯苯 | 541-73-1 | | | | 65 | 67 | 68/84 | 63 | 69 | 93 |
| 1,4-二氯苯 | 106-46-7 | | | | 66 | 69 | 72/85 | 64 | 70 | - |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 91-94-1 | | | | 79 | 75 | 57/83 | 78 | 73 | 78 |
| 2,4-二氯酚 | 120-83-2 | | | | 81 | 82 | 80/91 | 72 | 77 | - |
| 2,6-二氯 | 87-65-0 | | | | 83 | 81 | 96/84 | 71 | 78 | - |
| 化合物 | | | CAS 号 | | 3510 | 3520 | 3540/ | 3545 | 3550 | 3580 |
| 3541 |
|  | | |  | |  |  |  |  |  |
| 二氯乙酸 | 62-73-7 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 百治磷 | 141-66-2 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 狄氏剂 | 60-57-1 | | | | 96 | - | -/- | - | 98 | - |
| 邻苯二甲酸二乙酯 | 84-66-2 | | | | 88 | 91 | 80/93 | 79 | 84 | - |
| 硫酸二乙酯 | 64-67-5 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 己烯雌酚 | 56-53-1 | | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 乐果 | 60-51-5 | | | | 88 | 108 | -/- | - | 80 | - |
| 3,3'-二甲氧基联苯胺 | | 119-90-4 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 二甲基氨基偶氮苯 | | 60-11-7 | | | 87 | 99 | -/- | 92 | 88 | - |
| 邻苯二甲酸二甲酯 | | 131-11-3 | | | 85 | 90 | 80/93 | 77 | 83 | - |
| 7,12-二甲基苯并（A）蒽 | | 57-97-6 | | | 98 | 89 | -/- | 79 | 91 | - |
| 3,3'-二甲基联 | | 119-93-7 | | | 47 | 48 | -/- | 48 | 23 | - |
| α,α-二甲基苯乙胺 | | 122-09-8 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 2,4-二甲基苯酚 | | 105-67-9 | | | 75 | 68 | 54/87 | 71 | 74 | 95 |
| 1,2-二硝基苯 | | 528-29-0 | | | 86 | 77 | -/- | - | 80 | - |
| 1,3-二硝基苯（1,3-DNB） | | 99-65-0 | | | 83 | 96 | -/- | 82 | 81 | - |
| 1,4-二硝基苯 | | 100-25-4 | | | 85 | - | -/- | - | 74 | - |
| 4,6-二硝基-2-甲基苯酚 | | 534-52-1 | | | 88 | 90 | 72/75 | 69 | 82 | 85 |
| 2,4-二硝基苯酚 | | 51-28-5 | | | 80 | 82 | 59/63 | 57 | 74 | 70 |
| 2,4-二硝基甲苯 | | 121-14-2 | | | 90 | 91 | 84/95 | 81 | 85 | 98 |
| 2,6-二硝基甲苯 | | 606-20-2 | | | 88 | 90 | 83/94 | 78 | 82 | 95 |
| 敌螨普 | | 39300-45-3 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 地乐酚 | | 88-85-7 | | | 92 | 95 | -/67 | - | 52 | - |
| 邻苯二甲酸二正辛酯 | | 117-84-0 | | | 93 | 94 | 84/96 | 87 | 89 | 108 |
| 1,4-二恶烷 | | 123-91-1 | | | 41 | 57 | 49/40 | 48 | 48 | - |
| 二苯胺 | | 122-39-4 | | | 82 | 89 | -/90 | - | 77 | - |
| 苯妥英 | | 57-41-0 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 1,2-二苯肼 | | 122-66-7 | | | 83 | 85 | 84/88 | 73 | 82 | 97 |
| 二硫 | | 298-04-4 | | | 87 | 95 | -/- | - | 72 | - |
| 硫丹一 | | 959-98-8 102 | | | | - | -/- | - | 102 | - |
|  | |  | | |  |  |  |  |  |  |
| 化合物 | | | CAS 号 | | 3510 | 3520 | 3540/ | 3545 | 3550 | 3580 |
| 3541 |
|  | | |  | |  |  |  |  |  |
| 硫丹二 | | 33213-65-9 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 硫丹硫酸盐 | | 1031-07-8 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 异狄氏剂 | | 72-20-8 | | | 99 | - | -/- | - | 99 | - |
| 异狄氏剂醛 | | 7421-93-4 | | | 99 | - | -/- | - | 100 | - |
| 异狄氏剂酮 | | 53494-70-5 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 苯硫磷 | | 2104-64-5 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 乙硫磷 | | 563-12-2 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 氨基甲酸乙酯 | | 51-79-6 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 甲基磺酸乙酯 | | 62-50-0 | | | 87 | 76 | -/- | 64 | 75 | - |
| 氨磺磷 | | 52-85-7 136 | | | | - | -/- | - | 174 | - |
| 丰索磷 | | 115-90-2 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 倍硫磷 | | 55-38-9 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 氟消草 | | 33245-39-5 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 荧蒽 | | 206-44-0 | | | 89 | 90 | 82/92 | 87 | 86 | 100 |
| 芴 | | 86-73-7 | | | 84 | 86 | 79/90 | 82 | 80 | - |
| 七氯 | | 76-44-8 | | | 93 | - | -/- | - | 96 | - |
| 环氧七 | | 1024-57-3 | | | 95 | - | -/- | - | 99 | - |
| 六氯苯 | | 118-74-1 | | | 86 | 86 | 79/89 | 78 | 81 | - |
| 六氯丁二烯 | | 87-68-3 | | | 68 | 72 | 73/89 | 70 | 74 | - |
| 六氯环戊二烯 | | 77-47-4 | | | 59 | 39 | 57/46 | 53 | 69 | 70 |
| 六氯乙烷 | | 67-72-1 | | | 64 | 66 | 72/84 | 64 | 69 | - |
| 六氯酚 | | 70-30-4 | | | 74 | - | -/- | - | - | - |
| 六氯丙烯 | | 1888-71-7 | | | 59 | 45 | -/78 | 60 | 66 | - |
| 六甲基磷酰胺(HMPA) | | 680-31-9 | | | - | - | -/- | - | - | - |
|  | |
|  | | |  |  |  |  |  |  |
| 氢醌 | | 123-31-9 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 茚并（1,2,3-cd）芘 | | 193-39-5 | | | 89 | 89 | 81/98 | 85 | 87 | 102 |
| 异艾 | | | 465-73-6 | | 92 | 97 | -/- | 82 | 79 | - |
| 异佛尔酮 | | | 78-59-1 | | 79 | 84 | 75/89 | 70 | 74 | 89 |
| 化合物 | | | CAS 号 | | 3510 | 3520 | 3540/ | 3545 | 3550 | 3580 |
| 3541 |
|  | | |  | |  |  |  |  |  |
| 异黄樟素 | | | 120-58-1 | | 85 | 78 | -/- | 68 | 78 | - |
| 开蓬 | | | 143-50-0 | | 64 | - | -/- | - | 52 | - |
| 对溴磷 | | | 21609-90-5 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 马拉硫磷 | | | 121-75-5 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 马来酸酐 | | | 108-31-6 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 美雌醇 | | | 72-33-3 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 美沙吡林 | | | 91-80-5 | | 41 | - | -/- | - | - | - |
| 甲氧 | | | 72-43-5 | | 95 | - | -/- | - | 94 | - |
| 甲磺酸甲酯 | | | 66-27-3 | | 72 | 69 | -/- | - | 73 | - |
| 甲基对硫磷 | | | 298-00-0 100 | | | 109 | -/- | - | 73 | - |
| 3-甲基 | | | 56-49-5 | | 84 | 91 | -/- | 86 | 82 | - |
| 4,4'-亚甲基双（2-氯苯胺） | | | 101-14-4 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 4,4'-亚甲基二（N，N-二甲基 | | | 101-61-1 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 苯胺） | | |
|  | |  |  |  |  |  |  |
| 1-甲基萘 | | | 90-12-0 | | 76 | 78 | 78/- | 78 | 77 | - |
| 2-甲基萘 | | | 91-57-6 | | 75 | 80 | 75/89 | 77 | 77 | - |
| -2-甲基苯酚 | | | 95-48-7 | | 67 | 79 | 73/87 | 69 | 74 | 93 |
| -3-甲基 | | | 108-39-4 | | 65 | 81 | 75/91 | 71 | 77 | - |
| -4-甲基苯酚 | | | 106-44-5 | | 65 | 81 | 75/91 | 71 | 77 | - |
| 速灭磷 | | | 7786-34-7 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 兹克威 | | | 315-18-4 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 灭蚁灵 | | | 2385-85-5 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 久效磷 | | | 6923-22-4 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 二溴磷 | | | 300-76-5 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 萘 | | | 91-20-3 | | 75 | 77 | 74/89 | 77 | 74 | 98 |
| 1,4-萘醌 | | | 130-15-4 | | 68 | 66 | -/- | 80 | 72 | - |
| 1-萘胺 | | | 134-32-7 | | 68 | 64 | -/- | - | 30 | - |
| 2-萘胺 | | | 91-59-8 | | 69 | 53 | -/- | - | 31 | - |
| 尼古丁 | | | 54-11-5 | | - | - | -/- | - | - | - |
|  | | |  | |  |  |  |  |  |  |
| 化合物 | | | CAS 号 | | 3510 | 3520 | 3540/ | 3545 | 3550 | 3580 |
| 3541 |
|  | | |  | |  |  |  |  |  |
| 5-硝基苊 | | | 602-87-9 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 2-硝基苯胺 | | | 88-74-4 | | 88 | 90 | 79/88 | 78 | 84 | 91 |
| 3硝基苯胺 | | | 99-09-2 | | 80 | 87 | 66/78 | 70 | 76 | 71 |
| 4-硝基苯胺 | | | 100-01-6 | | 91 | - | -/- | - | 86 | - |
| 5-硝基-邻-茴香胺 | | | 99-59-2 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 硝基苯 | | | 98-95-3 | | 80 | 80 | 73/89 | 68 | 75 | 95 |
| 4-硝基联苯 | | | 92-93-3 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 除草醚 | | | 1836-75-5 | | - | - | -/- | - | - | - |
| 2-硝基苯酚 | | | 88-75-5 | | 81 | 82 | 77/89 | 70 | 76 | - |
| 4-硝基苯酚 | | | 100-02-7 | | 38 | 83 | 70/86 | 74 | 80 | 94 |
| 氧化物 | | | 56-57-5 100 | | | 76 | -/- | 63 | 96 | - |
| 丁胺 | | | 924-16-3 | | 87 | 86 | -/90 | - | 86 | - |
| 亚硝胺 | | | 55-18-5 | | 76 | 78 | -/80 | 64 | 78 | - |
| N-亚硝基二甲胺 | | | 62-75-9 | | 48 | 75 | 67/75 | 61 | 69 | 86 |
| N-亚硝基二苯胺 | | | 86-30-6 | | 85 | 81 | 77/91 | 78 | 80 | - |
| N-亚硝基二异丙胺 | | | 621-64-7 | | 82 | 84 | 75/86 | 71 | 75 | - |
| N-亚硝基甲基乙基胺 | | | 10595-95-6 | | 70 | 77 | -/74 | 64 | 75 | - |
| N-亚硝基吗啉 | | | 59-89-2 | | 80 | 83 | -/- | 73 | 91 | - |
| N-亚硝基哌啶 | | | 100-75-4 | | 83 | 82 | -/85 | - | 80 | - |
| n-亚硝基吡咯烷 | | 930-55-2 | | | 78 | 81 | -/84 | 76 | 79 | - |
| 5-硝基-o-甲苯胺盐酸盐 | | 99-55-8 | | | 84 | 90 | -/- | 90 | 63 | - |
| 八甲磷 | | 152-16-9 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 4,4’-二氨基二苯醚 | | 101-80-4 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 对硫磷 | | 56-38-2 | | | 96 | 112 | -/- | - | 72 | - |
| 五氯苯 | | 608-93-5 | | | 87 | 88 | -/87 | 74 | 87 | - |
| 五氯硝基苯 | | 82-68-8 | | | 91 | 98 | -/- | 85 | 80 | - |
| 五氯酚 | | 87-86-5 | | | 83 | 84 | 66/79 | 79 | 78 | 97 |
| 苝 | | 198-55-0 | | | 87 | - | -/- | - | 75 | - |
| 非那西丁 | | 62-44-2 | | | 91 | 96 | -/- | 88 | 80 | - |
| 菲 | | 85-01-8 | | | 87 | 88 | 80/90 | 82 | 83 | - |
|  | |  | | |  |  |  |  |  |  |
| 化合物 | | | CAS 号 | | 3510 | 3520 | 3540/ | 3545 | 3550 | 3580 |
| 3541 |
|  | | |  | |  |  |  |  |  |
| 苯巴比妥 | | 50-06-6 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 苯酚 | | 108-95-2 | | | 37 | 76 | 76/88 | 69 | 74 | 86 |
| 1,4-苯二胺 | | 106-50-3 | | | - | - | -/- | 12 | - | - |
| 甲拌磷 | | 298-02-2 | | | 79 | 100 | -/- | - | 69 | - |
| 伏杀硫磷 | | 2310-17-0 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 亚胺硫磷 | | 732-11-6 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 磷胺 | | 13171-21-6 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 邻苯二甲酸酐 | | 85-44-9 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 甲基（2-甲基吡啶） | | 109-06-8 | | | 59 | 69 | -/- | 60 | 64 | - |
| 胡椒基亚砜 | | 120-62-7 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 多氯联苯（NOS） | | 1336-36-3 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 拿草（缘） | | 23950-58-5 | | | 87 | 99 | -/- | 86 | 75 | - |
| 丙基硫氧嘧啶 | | 51-52-5 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 芘 | | 129-00-0 | | | 89 | 90 | 81/93 | 86 | 85 | 98 |
| 吡啶 | | 110-86-1 | | | 42 | 53 | 67/- | 44 | 52 | - |
| 间苯二酚 | | 108-46-3 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 黄樟油 | | 94-59-7 | | | 84 | 82 | -/- | 68 | 77 | - |
| 士的宁 | | 57-24-9 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 草克死 | | 95-06-7 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 特丁硫磷 | | 13071-79-9 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 1,2,4,5-四氯苯 | | 95-94-3 | | | 75 | 84 | 87/85 | 70 | 76 | - |
| 2,3,4,6-四氯苯酚 | | 58-90-2 | | | 87 | 89 | 92/83 | 83 | 80 | - |
| 杀虫畏 (四氯烯 | | 961-11-5 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 磷) | |
|  | | |  |  |  |  |  |  |
| 四乙基二硫代焦磷酸酯 | | 3689-24-5 | | | 86 | 101 | -/- | - | 69 | - |
| 四乙基焦磷酸盐 | | 107-49-3 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 虫线磷 | | 297-97-2 103 | | | | 105 | -/- | - | 81 | - |
| 苯硫酚 | | 108-98-5 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 2,4-甲苯二异氰酸酯 | | 584-84-9 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 化合物 | | | CAS 号 | | 3510 | 3520 | 3540/ | 3545 | 3550 | 3580 |
| 3541 |
|  | | |  | |  |  |  |  |  |
| 邻甲基苯胺 | | 95-53-4 | | | 75 | 62 | -/- | 56 | 39 | - |
| 毒杀芬 | | 8001-35-2 100 | | | | - | -/- | - | 99 | - |
| 1,2,4-三氯苯 | | 120-82-1 | | | 68 | 72 | 74/89 | 68 | 72 | - |
| 2,4,5-三氯苯酚。 | | 95-95-4 | | | 85 | 87 | 80/93 | 76 | 79 | 98 |
| 2,4,6-三氯酚 | | 88-06-2 | | | 84 | 86 | 80/90 | 74 | 79 | 98 |
| O，O，O-乙基硫代磷酸酯 | | 126-68-1 | | | 87 | 90 | -/- | - | 75 | - |
| 氟（氟） | | 1582-09-8 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 磷酸三甲酯 | | 512-56-1 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 2，4，5- 三甲基苯胺 | | 137-17-7 | | | - | - | -/- | - | - | - |
| 1，3，5 -三硝基苯 | | 99-35-4 | | | 85 | 98 | -/- | 95 | 85 | - |
| 三（2,3-二溴丙基）酯 | | | | 126-72-7 | - | - | -/- | - | - | - |
| 磷酸三对甲苯酯 | | | | 78-32-0 |  |  |  |  |  |  |

\*来自γ-氯丹的氯丹（NOS）的平均回收率为国防部（DOD）研究结果。

**表3**

**DFTPP主要离子及离子丰度标准a,b**

|  |  |
| --- | --- |
| 原子质量 | 离子丰度标准 |
| 68 | <原子质量69的2% |
| 69 | 基峰 |
| 70 | <原子质量69的2% |
| 197 | <原子质量198的2% |
| 198 | 标准峰（或称基峰） |
| 199 | 原子质量198的5~9% |
| 365 | >原子质量198的1% |
| 441 | <原子质量443的150% |
| 442 | 标准峰（或称基峰） |
| 443 | 原子质量442的15~24% |

a标准来源于参考11（方法525.2）。

b如果不具备制造商的最优操作条件，则该表所列的标准将用作四极仪器的默认标准。其它的调整方法也可以使用（例如，CLP，方法625），只要是方法性能不受到负面影响。见第11.3.1节。

**表4**

**使用表1所建议的离子进行初始校准的响应因子指导标准（见第11.3.4.2节）**

| 半挥发性化合物 | 最小响应因数（RF） |
| --- | --- |
| 萘嵌戊烷 | 0.9 |
| 苊 | 0.9 |
| 苯乙酮 | 0.01 |
| 蒽 | 0.7 |
| 阿特拉津 | 0.01 |
| 苯甲醛 | 0.01 |
| 苯并（a）蒽 | 0.8 |
| 苯并（a）芘 | 0.7 |
| 苯并（b）中荧蒽 | 0.7 |
| 苯并（G，H，I）二萘嵌苯 | 0.5 |
| 苯并（K）荧蒽 | 0.7 |
| 1,1'-二苯基 | 0.01 |
| 双（2-氯乙氧基）甲烷 | 0.3 |
| 双（2-氯乙基）醚 | 0.7 |
| 双-（2-乙基己基）邻苯二甲酸酯 | 0.01 |
| 4-溴苯基 - 苯基醚 | 0.1 |
| 邻苯二甲酸丁基苄酯 | 0.01 |
| 己内酰胺 | 0.01 |
| 咔 | 0.01 |
| 4-氯苯胺 | 0.01 |
| 4-氯-3-甲基苯酚 | 0.2 |
| 2-氯萘 | 0.8 |
| 2-氯酚 | 0.8 |
| 4-氯苯基 - 苯基醚 | 0.4 |
| 屈 | 0.7 |
| 二苯并（A，H）蒽 | 0.4 |
| 二苯并呋喃 | 0.8 |
| 邻苯二甲酸二正丁酯 | 0.01 |
| 3,3'-二氯联苯胺 | 0.01 |
| 2,4-二氯酚 | 0.2 |
| 邻苯二甲酸二乙酯 | 0.01 |
| 邻苯二甲酸二甲酯 | 0.01 |
| 2,4-二甲基苯酚 | 0.2 |
| 4,6-二硝基-2-甲基苯酚 | 0.01 |
| 2,4-二硝基苯酚 | 0.01 |
| 2,4-二硝基甲苯 | 0.2 |
| 2,6-二硝基甲苯 | 0.2 |
| 邻苯二甲酸二正辛酯 | 0.01 |
| 荧蒽 | 0.6 |
| 芴 | 0.9 |
| 六氯苯 | 0.1 |
| 六氯丁二烯 | 0.01 |
| 六氯环戊二烯 | 0.05 |
| 六氯乙烷 | 0.3 |
| 茚并（1,2,3-CD）芘 | 0.5 |
| 异佛尔酮 | 0.4 |
| 2-甲基萘 | 0.4 |
| -2-甲基苯酚 | 0.7 |
| -4-甲基苯酚 | 0.6 |
| 萘 | 0.7 |
| 2-硝基苯胺 | 0.01 |
| 3硝基苯胺 | 0.01 |
| 4-硝基苯胺 | 0.01 |
| 硝基苯 | 0.2 |
| 2-硝基苯酚 | 0.1 |
| 4-硝基苯酚 | 0.01 |
| N-亚硝基-二-正-丙胺 | 0.5 |
| 的N-亚硝基 | 0.01 |
| 2,2'-氧代双（1-氯丙烷） | 0.01 |
| 五氯酚 | 0.05 |
| 菲 | 0.7 |
| 苯酚 | 0.8 |
| 芘 | 0.6 |
| 1,2,4,5-四氯苯 | 0.01 |
| 2,3,4,6-四氯苯酚 | 0.01 |
| 2,4,5-三氯酚 | 0.2 |
| 2,4,6-三氯酚 | 0.2 |

这些RF仅作为指导，并非必须。

了解更多信息见11.3.4.2和附录B。**表5**

**量化时指定的半挥发性内标物及其相应的分析物**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 1,4-二氯苯-d4 | 萘-d8 | 苊-d10 |
| 苯胺 | 苯乙酮 | 萘嵌戊烷 |
| 苯甲醛 | 苯甲酸 | 苊 |
| 苯甲醇 | 双（2-氯乙氧基）甲烷 | 1,1′-联苯 |
| 双（2-氯乙基）醚 | 己内酰胺 | 1-氯萘 |
| 双（2-氯-1-甲基乙基）醚 | 4-氯苯胺 | 2-氯萘 |
| 2-氯酚 | 4-氯-3-甲基苯酚 | 4-氯苯基苯基 |
| 1,2-二氯苯 | 2,4-二氯酚 | 醚 |
| 1,3-二氯苯 | 2,6-二氯 | 二苯并呋喃 |
| 1,4-二氯苯 | α,α-二甲基苯乙胺 | 二乙基苯二甲酸酯 |
| 1,4-二恶烷 | 2,4-二甲基苯酚 | 邻苯二甲酸二甲酯 |
| 乙磺酸甲酯 | 六氯丁二烯 | 2,4-二硝基酚 |
| 2-氟苯酚（surr） | 异佛尔酮 | 2,4-二硝基甲苯 |
| 六氯乙烷 | 2-甲基萘 | 2,6-二硝基甲苯 |
| 甲磺酸甲酯 | 1-甲基萘 | 芴 |
| -2-甲基苯酚 | 萘 | 2-联苯（surr） |
| -4-甲基苯酚 | 硝基苯 | 六氯环戊二烯 |
| N-二甲基亚硝胺 | 硝基苯-d8（surr） | 1-萘胺 |
| N-亚硝基-二-正-丙胺 | 2-硝基苯酚 | 2-萘胺 |
| 苯酚 | N-甲硝基二正丁胺 | 2-硝基苯胺 |
| 苯酚-d6（surr） | N-亚硝基哌啶 | 3-硝基苯胺 |
| 2-甲基吡啶 | 1,2,4-三氯苯 | 4-硝基苯胺 |
| 吡啶 |  | 对硝基苯酚 |
|  |  | 五氯苯 |
|  |  | 1，2，4，5-四氯苯 |
|  |  | 2，3，4，6-四氯苯酚 |
|  |  | 2，4，6-三溴苯酚（surr） |
|  |  | 2，4，6三氯酚 |
|  |  | 2，4，5-三氯苯酚 |

**表5**

**（续）**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 菲-d10 | 屈-d12 | 二萘嵌苯-d12 |
| 4-氨基联苯 | 联苯胺 | 苯并（b）中荧蒽 |
| 蒽 | 苯并（a）蒽 | 苯并（K）荧蒽 |
| 莠去津 | 邻苯二甲酸二 | 苯并（G，H，I）二萘嵌苯 |
| 4-苯基醚 | 邻苯二甲酸丁基苄酯 | 苯并（a）芘 |
| 咔唑 | 屈 | 苯并[e]芘 |
| 邻苯二甲酸二丁酯 | 3,3'-二氯联苯胺 | 二苯并（A，j）的吖啶 |
| 4,6-二硝基-2-甲基苯 | 二甲基氨基偶氮苯 | 二苯并（A，H）蒽 |
| 二苯胺 | 邻苯二甲酸二正辛酯 | -7,12- |
| 荧蒽 | 芘 | 二甲基苯(a)蒽 |
| 六氯苯 | 三联苯d14（surr） | 茚并（1,2,3-CD）芘 |
| 氧化物 |  | 3-甲基胆蒽 |
| N-五氯酚 |  | 苝 |
| 五氯硝基苯 |  |  |
| 非那西丁 |  |  |
| 菲 |  |  |
| 拿草 |  |  |
|  |  |  |

（surr）=代用物质**表6**

**使用8270Ea的QC标准概要**

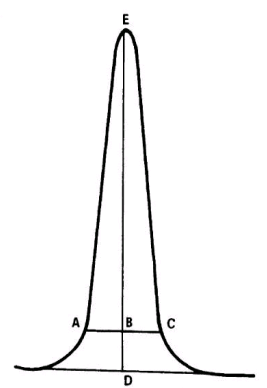
|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 质量控制类型 | 最低频率 | 规范 | 建议验收标准 |
| 仪器性能检查（9.3.1,11.3.1） | 在初始校准之前 | 注入≤50ng十氟三苯基膦 | 符合参考化合物的离子比标准：DFTPP（表3）或备选文件标准; 尾矿≤2，降解≤20％ |
| 初始校准（ICAL）（9.3.2,11.3） | 在分析样品之前，如果不能满足持续的性能标准，需要时 | RF和线性回归最小为5分，（二次回归）最小为6分QRs> 90％报告的目标分析物符合ICAL标准 | 对于平均RF校准模型：RF的±20％RSD。对于LR或QR模型：R≥0.995，R2≥0.99。独立于校准模型：低标准重新计算（改装）应为真值的±50％; 其他标准> LLOQ推荐为±30％的真实值。或相对误差（RSE）≤20％（参见方法8000和参考19进行计算）。有关其他标准，请参见方法8000。 |
| 初始校准验证（ICV）（Secs.9.3.2,11.3.7） | 在每个ICAL之后和分析样品之前 | 由不同来源的目标分析物而非由标准物质制备 | 目标分析物的计算浓度为真值的±30％ |
| 持续校准验证（CCV）（Secs.9.3.3,11.4） | 至少一次 | > 80％的目标分析物每12小时达到CCV标准 | 目标是≤20％差异或漂移; IS答复在ICAL中点的50％至200％或ICAL IS的平均水平; 并且IS的保留时间（RT）相对于ICAL没有移动> 30秒 |
| 空白（第9.5节） | 20个或更少样品的每个制备批次的一种方法空白（MB）; | NA | 空白样品中的目标分析物浓度在场样品中为<1/2LLOQ，或≤10％的浓度 |

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 质量控制类型 | 最低频率 | 规范 | 建议验收标准 |
|  | 根据仪器空白需要 | NA |  |
| 实验室控制标准（LCS）（9.6.2节） | 每个准备批次中有20个或更少的样品 | NA | 符合恢复标准 |
| 重复和矩阵尖峰（9.6.1节） | 每个制剂20个或更少的样品（不需要每批）的重复和矩阵峰值或矩阵峰值/矩阵峰值重复 | NA | 基于性能或项目定义的矩阵峰值恢复标准; 样本和实验室重复测量浓度之间或MS和MSD中的相对百分比差异（RPD）标准 |
| 代用品（第9.7节） | 添加到每个样品 | NA | 基于绩效的实验室建立的恢复标准或为项目选择的标准 |
| 内部标准（IS）（第9.8，11.5.4） | 添加到每个样品 | NA | IS反应在同一个IS在ICAL标准中位数（或ICAL平均值）或最近CCV的响应的50-200％内 |
| 定性分析物鉴定（第11.6.1节） | 每个目标分析物 | NA | 样品中的RT在ICAL或CCV标准中点的±10秒内）。特征离子参考光谱中预期离子比的±30％以内; 或者匹配参考库光谱≥0.8（仅适用于全质量范围采集模式） |

a默认验收标准; 可以为给定的应用指定替代标准。了解更多信息，参见第9.5节。

**图1**

**拖尾因子计算**



拖尾因子 = BC/AB

计算实例：峰高 = DE = 100mm

10% 峰高 = BD = 10mm

10% 峰高处峰宽 = AC = 23mm

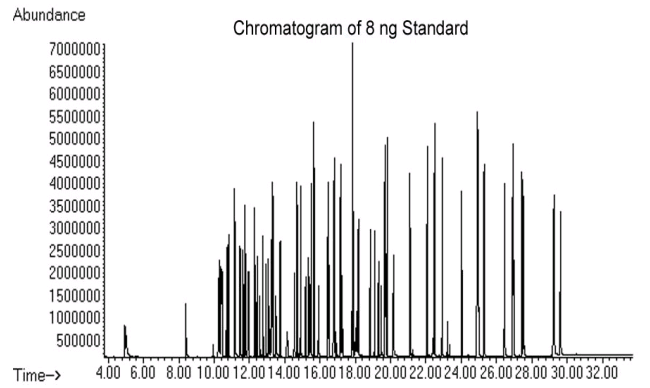
AB = 11mm

BC = 12mm

因此，拖尾因子 =12/11 = 1.1

**图2**

**碱性/中性及酸性校准标准物质的气相色谱**



裕度

时间

8ng标准物质的色谱图

a资料由EPA 第6分局提供

**附录A**

**相比8270d对修订5（更新V）的更改，改变了8270e，修订6（更新VI）**

**1.** 在整个过程中：术语质量被替换为m / z的比例，因为这是实际测量的。面积或高度被响应所取代。

**2.**第1.1节中的图表：分析表中适当的制备技术的指定。1.1从X变为****更直观。除去有问题的化合物的所有缩写，并用\*替代（定义和特定分析物添加到第1.4节）。分析物表1.1使用2012年DOD LCS研究的数据更新。如果平均回收率（％R）在50-150％之间，则将其制备技术指定为足够的。如果研究中的数据不足，则使用 - （破折号）或****\*（****\*用于列出的分析物在以前的版本中具有足够的恢复）。加入方法3545作为制备技术。脚注c更新了附加信息。分析物列表的关键字对于表中使用的符号有新的定义。

**3.** 将以下分析物加入到表中：莠去津、偶氮苯、苯甲醛、苯并（e）芘、1,1'-联苯、己内酰胺、咔唑，1,4-二恶烷、1-甲基萘、苝和吡啶。更新以下名称以匹配NIST数据库：苯并（g，h，i）苝、4-硝基喹啉-1-氧化物和2,4-甲苯二异氰酸酯。

**4.**第1.2节：方法3545来自1.2并添加到1.1的分析物表中，因为它是常用的。加入方法3511作为允许的制备方法。

**5.** 第1.3节：添加GC / MS / MS作为多组分技术。

**6.**第1.4节：分析表中的缩写。1.1被移至第二节。1.4（新版本1.4.10至1.4.17）。如果已知有其他分析物是有问题的（第1.4.7和1.4.14节）。添加了关于在一些分析物的水提取之前调节pH值的1.4.8节。在1.4.10节中添加了更多挥发性分析物的替代化合物建议。

**7.** 第1.5节：删除关于LLOQ和旧表2的部分。添加了讨论使用氢气载体和串联质谱仪的语言。

**8.**第2.3节：喷射分离器界面被去除。

**9.**第4.2节：添加关于空白污染的信息可能不会从样品中减去，并可能需要样品鉴定。

**10.**第5.0节：增加参考使用氢载气的新附录B.

**11.**第6.1.1节：添加了特定的GC进样口类型。对列供应商的引用已被删除。

**12.**第6.1.3节：从每个峰值的扫描速率变为最小光谱数。添加串联质量规格（6.1.3.3节）和SIM / CI（第6.1.3.4节）的子部分。

**13**. 第7.4.3节：增加了关于标准过期日期和标准必须被丢弃的语言。

**14.**第7.5节：删除11.3.2对于IS标准，方法8000的11.4.3（IS校准）。

**15.**第7.6节：增加了在替代溶剂中制备DFTPP的警告。

**16.**第7.7.1节：添加关于回归曲线类型的校准标准的最小数量和低于或低于LLOQ的语言

**17.**第7.7.2节：增加CCV段落。

**18.**第7.7.3节：添加了关于使用第二个来源执行ICV的段落。

**19.**第7.8节：增加额外替代品的参考。关于验证替代解决方案的注意事项。

**20.**第7.8.1节：从方法3561中删除了关于替代要求的注释。

**21**. 第7.9节：增加了对LCS尖峰溶液使用完整分析物列表的建议。添加关于在使用或故障排除之前验证解决方案的注意事项。

**22**. 第7.11节：向试剂和标准部分添加载气。

**23.**第9.3.1节：将调试验证频率更改为刚刚进入ICAL。添加了关于验证目的的语言。

**24**. 第9.3.2节：需要ICV时说明。

**25.**第9.3.4节：删除了相对保留时间段（RRT）。

**26**. 第9.5节：对空白部分进行了重大修改/补充。增加了关于空白浓度（1/2 LLOQ）中的浓度的澄清信息，空白浓度与样品浓度（<1/10）的关系以及合格数据的一些指导。

**27.**第9.6.3节：在每个批次中增加要求使用MB的段落。

**28.**第9.7节：要求使用替代品。

**29.**第9.8节：增加了样本中ISs监测的语言。

**30.**第9.9节：添加了来自Method 8000的LLOQ语言。对LLOQ语言的附加信息/修订（例如，LLOQ验证添加的浓度范围为0.5 - 2X;频率）。报告浓度低于LLOQ的部分。

**31**. 第11.1节：方法3560被去除。添加方法3511。

**32.**第11.2节：去除了方法8041中对衍生化的引用。加入方法3640。

**33.**第11.3节和第11.4节：重组部分放置所有标准和检查ICAL（例如，曲线计算和标准，改装低点和ICV）。 11.3并将所有标准和检查CCV置于第11.4。删除了冗余信息，并澄清了要求。

**34.**第11.3节：更新GC / MS操作条件。

**35.**第11.3.1.2节：更新了关于执行SIM /扫描的调试验证的注释。添加关于CI或串联MS分析的仪器性能检查的注意事项。

**36.**第11.3.1.3节：添加拖尾图形,并补充有限分析物列表不需要降解和拖尾检查。

**37.** 第11.3.2节：删除与IS相比的目标相对时间参考（0.8-1.2）

**38.**第11.3.3节：增加了关于LLOQ具有足够敏感度的注释。

**39.**第11.3.4.2节：增加了表4中的最小RF的语言指导。增加了实验室建立标准制定程序的建议。添加了关于低反应的分析物的注释（RF <0.01）。

**40.**第11.3.5.1节：当存在空白污染时，添加关于曲线拟合的注释。

**41.** 第11.3.5.3节：增加回归曲线和RSE标准。删除了RRT语言。

**42**. 第11.3.6节：修改低廉ICAL点的澄清语言。更改了适用于±50％的标准。 [从11.4.5.6中移出]

**43.**第11.3.7节：增加了关于ICV要求的部分。

**44.**第11.3.8节：更新SIM和SRM指导。 [从11.5.5中移出]

**45**. 第11.4.1节：在ICAL之前将DFTPP调整检查，拖尾和故障频率从每12小时减少一次。

**46.**第11.4.2节：澄清注释，允许最后一个ICAL标准的注射时间为12小时制的开始。

**47.** 第11.4.3节：澄清校准后需要空白。

**48.**第11.4.4节：删除了检查最小RF的要求。使用混合校准模型的浓度增加了单个CCV评估报告的津贴。

**49**. 第11.4.4.2节：在没有退化和拖尾检查的情况下增加了关于监控系统性能的注释。

**50.**第11.4.6节：明确要求对CCV进行ISs监控。

**51.**第11.5.4节：膨胀稀释目标范围包括曲线中间。

**52**. 第11.6.1节：增加需要评估目标分析物绝对位移的语言。为分析物增加了更多的变化语言。修订的RRT是评估RT转移的替代方法。

**53.**第11.6.1.4节：更新了验证峰值分辨率的计算。

**54.**第11.6.2节：修订的暂定识别语言。

**55.**第11.7.5节：添加了使用低分辨率和高分辨率质谱法作为同系物系统进行PCB分析作为个体同源物的参考。

**56.** 第11.7.6节：TPH（GRO和DRO）的澄清语言。增加使用GC / MS分析的津贴。

**57.**第13.0节：删除对表的所有引用，并替换为：http://www.epa.gov/hw-sw846/validated-test-method-8270e-semivolatile-organic-compounds-gas-chromatographymass-spectrometry。

**58.**第14节和第15节：以前的ACS文档的网站链接已更新，因为列出的旧文档不再可用。参考文献更新为http://www.acs.org/content/dam/acsorg/about/governance/committees/chemicalsafety/publications/ less-is-better.pdf和http://www.labsafetyinstitute.org/FreeDocs /WasteMgmt.pdf。

**59.**第16.0节：增加DOD数据的参考。增加了PCB分析的参考。

**60.**表1：用建议的离子添加新的分析物。删除了氨氯分。

**61.**表2：删除了LLOQ限制。取代2012年DOD研究数据。

**62.**表3：根据EPA方法525.3的标准更新了DFTPP标准。

**63**. 表4：最小RF表更名为指导。小心加入下表。化合物按名称按字母顺序排列。

**64**. 表5：添加了建议的IS的新分析物。化合物按名称按字母顺序排列。

**65.**表6-22：从8270D中删除表6-22，其中包含性能数据。请参阅13中的网页链接。

**附录B：使用氢气载气的指导**

**B1.0**使用氢载气的指导

**B1.1**氢气是用于此分析的可行的载气。但也需要进行以下修改以使分析与氦载气相当：

**B1.1.1**建议使用最高纯度的氢气（即99.999％或更好），例如来自发生器或将具有最小干扰的高纯度气瓶（例如碳氢化合物和水）。使用不锈钢管代替铜管可能会增加气体管线的使用寿命，因为使用氢气的老铜线可能会随时间而变脆。MS离子源材料应被设计和批准用于氢气。请联系MS的制造商以确认离子源是否兼容。

此外，当使用氢气以防止化学电离或其他有害反应发生时，源中的压力应降低。这可以通过使用较窄的孔柱（0.18mm ID或更小），减少到MS的流量和/或通过使用具有更大体积或泵送效率的内部MS真空泵（涡轮泵）来完成。对于具有内部扩散泵的系统，氢气可能不适合用作载气。

**B1.1.2.**使用氢气将清洁（擦洗）附着在表面（通常为碳氢化合物）的化合物的分析系统的金属表面，并增加这些干扰的背景存在。使用高氢流量的系统烘烤可将这些干扰降低到不会干扰分析的水平。在切换到氢气之前，还建议在气体管线上安装新的过滤器，以防止从过滤器中清除杂质。

**B1.1.3**当用氢气作载气时，用于校准标准品和提取物中的二氯甲烷可在入口处形成盐酸（HCl）。随着时间的推移，可能会在色谱系统中产生活性位点积聚HCl，并可能由于腐蚀而导致对敏感部件的永久性损坏。使用替代溶剂如乙酸乙酯制备校准标准品应减少HCl的形成。然而，这也需要溶剂开关来提取任何相关的制备方法，因为萃取物需要与校准标准品相同（最终浓度> 80％）。使用最低的实际入口温度设定（例如225℃），使用分流喷射和/或频繁更换入口衬垫也可以防止如果使用二氯甲烷形成HCl。建议定期更换入口衬管以减轻与活性部位和HCl形成相关的性能问题。只要用户能够充分展示他们的项目需求，则可以使用替代注射技术。

**B1.2**与氦气相比，使用氢气作为载气也可能降低目标分析物的响应（即约2 - 5次）。表4中列出的RF标准是使用氦载气开发的，由于一些分析物的反应降低，不适合氢载气。如果使用最小RF来评估校准，实验室应制定自己的标准或使用仪器制造商的已发布RF。目标分析物的反应性将随仪器条件而变化。作为IDP过程的一部分，在预期的分析条件下评估目标分析物的稳定性。

**B1.3**与任何方法修改一样，第在分析样品前，应使用氢气作为载气，重复该方法9.0。如果使用，这将包括使用替代溶剂用于提取物和校准标准。

**B1.4**由于氢气易燃，可能需要额外的安全控制措施，以防止爆炸性气体的形成。这可以通过将GC进样口和MS粗泵中的排气管连接到实验室的排气系统并对所有气体管线连接进行泄漏测试来实现。在GC上打开气体管线之前，以及排气之前（例如进行维护时），氢气流也应在源处关闭。在实施使用前，用户应参考仪器制造商安全使用氢气的其他指导原则。