

水和固体基体中挥发性有机物测定 ——美国环境保护署监测方法选编

梁柳玲 张新英 田 艳 黎 宁 等 编译



科学出版社

水和固体基体中挥发性有机物测定

——美国环境保护署监测方法选编

梁柳玲 张新英 田 艳 黎 宁 等 编译

科学出版社

北 京

内 容 简 介

为了还原最原始的 EPA 方法,本书以翻译的形式展示了 4 种关于固体基体中挥发性有机物测定的 EPA 方法。为了辅助读者对 EPA 方法的理解,本书增加了编译者的解释及补充,并介绍疑难问题解决的经验。另外,不仅限于 4 种关于固体基体中挥发性有机物测定的 EPA 方法的翻译,对 4 种方法提到的相关方法也同时进行了翻译,并附有方法中提到的仪器及物品图片。

本书可供环境监测系统分析人员、疾病预防控制中心研究人员、农业系统的分析人员、高校大型仪器操作人员、企业产品分析人员和第三方监测公司分析人员等使用。

图书在版编目(CIP)数据

水和固体基体中挥发性有机物测定:美国环境保护署监测方法选编/梁柳玲等编译. —北京:科学出版社, 2018.5

ISBN 978-7-03-057271-4

I. ①水… II. ①梁… III. ①挥发性有机物—测定 IV. ①X5

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 081953 号

责任编辑:郭勇斌 肖 雷 / 责任校对:彭珍珍
责任印制:张 伟 / 封面设计:蔡美宇

科学出版社出版

北京东黄城根北街 16 号
邮政编码:100717
<http://www.sciencep.com>

北京中石油彩色印刷有限责任公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2018 年 5 月第 一 版 开本:720×1000 1/16

2018 年 5 月第一次印刷 印张:10

字数:193 000

定价:68.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

本书编译组

组 长 梁柳玲

副组长 张新英 田 艳 黎 宁

编 委 (按姓氏笔画排序)

王 锦	王晓飞	韦 锋
卢 秋	叶开晓	朱开显
刘 珂	刘小萍	闭潇予
许园园	苏 荣	李世龙
何 宇	何东明	张 晶
陈 蓓	陈春霏	陈德翼
周 勤	洪 欣	秦旭芝
黄 宁	梅瀚云	梁晓曦

前 言

我国目前测定土壤中挥发性有机物的方法虽然已经有环境行业标准《土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法》(HJ 605—2011)和《土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 642—2013),但《平衡顶空法分析土壤和固体基体样品中挥发性有机物》(EPA 5021)和《密闭式吹扫捕集法检测土壤和废弃物中挥发性有机物》(EPA 5035)对物质的相互干扰,实验过程中的问题及解决方法,以及需要注意的细节均描述得非常详细,方法中列出了大量的实验数据,有很多值得借鉴之处,我国行业标准中未能体现上述内容,实有遗憾。为了还原最原始的 EPA 方法文本,本书以编译的形式展示了 4 种关于水和固体基体中挥发性有机物测定的 EPA 方法。

美国 USEPA SW-846 中 EPA 方法对固体废物中挥发性有机物标准分析方法的研究也在不断地建立和完善。EPA 5000 系列中给出了测定挥发性有机物的样品前处理方法,适用范围包括水、土壤或沉积物、固体废物、有机溶剂、空气和含油废物。主要有溶剂萃取并直接进样(高含量样品)、顶空分析(EPA 5021)、吹扫捕集(EPA 5030B)、密闭系统吹扫捕集(EPA 5035)。EPA 8000 系列给出了测定方法,其中 EPA 8015 方法是用气相色谱法测定挥发性及半挥发性非卤代烃有机化合物,EPA 8260 是用 GC 或 GC/MS 方法测定 VOCs,此项标准几乎可以测定所有的样品形式。

据笔者了解,《真空蒸馏/气相色谱/质谱(VD/GC/MS)测定挥发性有机化合物》(EPA 8261)中所提到的仪器设备在我国未见应用,即便如此,这仍可为挥发性有机物,尤其是水溶性挥发性有机物的测定提供参考。笔者在 2015~2016 年参与中国环境监测总站组织的《土壤环境监测分析方法》一书的编制工作,该书包含了《共沸蒸馏法处理不可吹扫的水溶性挥发性化合物》(EPA 5031)中关于土壤中挥发性有机物的测定,但与 EPA 5031 方法中的土壤测定和实验数据有所不同,并且缺少 EPA 5031 中其他基体中挥发性有机物的测定。

张新英负责全书的总体策划和指导,项目依托广西壮族自治区环境监测中心

站，感谢编译组所有成员的辛勤付出，在方法编译过程中编译组得到了广西壮族自治区环境监测中心站领导伍毅、陈鸿腾的大力支持，在此表示衷心的感谢。

本书可供从事水和固体基体中挥发性有机物分析的人员参考使用。为了辅助读者对 EPA 方法的理解，本书增加了编译者解释及补充，将翻译的 4 个方法中提到的相关方法名称列在本书的最后，待今后继续翻译。每一章的最后有编译者补充的内容，列出了其他相关方法的应用数据，并附有方法中提到的部分仪器及物品图片。

本书编译过程参考了台湾环境保护主管部门 NIEA M157.00C《土壤及固体基体样品制备与萃取方法——平衡状态顶空处理法》、NIEA M155.01C《土壤、底泥及事业废弃物中挥发性有机物检测之样品制备与萃取方法——密闭式吹气捕捉法》、NIEA M191.00C《真空蒸馏方法》和 NIEA M190.00C《共沸蒸馏法》。感谢台湾环境保护主管部门陈文斌对编译组提供的帮助，感谢重庆市环境监测中心张晓岭的指导和帮助。

由于每个人对英文的理解不同，为了便于读者更好地理解原文，对一些特定的专业术语或容易引起误解的词，本书在给出中文翻译的同时，括号内附上原标准中的英文内容。

编译组为本书付出了很多努力，但由于水平有限，若有不当之处，恳请读者批评指正。

梁柳玲

2017年1月

目 录

前言

1 EPA 5021 平衡顶空法分析土壤和固体基质样品中挥发性有机物	1
1.1 适用范围	1
1.2 方法概要	4
1.3 干扰	4
1.4 设备	5
1.5 试剂	6
1.6 样品的采样、保存及处理	8
1.7 步骤	10
1.8 质量控制	13
1.9 方法性能	14
参考文献	14
附表	14
附图	15
附录	16
2 EPA 5035 密闭式吹扫捕集法检测土壤和废弃物中挥发性有机物	25
2.1 范围及应用	25
2.2 方法概述	26
2.3 干扰	27
2.4 设备及材料	28
2.5 试剂	31
2.6 样品的采集、保存和处理	32
2.7 步骤	37
2.8 质量控制	45
2.9 精密度与准确度	45
参考文献	46
附表	47
附图	47
附录	50

3 EPA 8261 真空蒸馏 / 气相色谱 / 质谱 (VD / GC / MS) 测定挥发性有机化合物	61
3.1 适用范围	61
3.2 方法概要	65
3.3 定义	66
3.4 干扰	67
3.5 安全	68
3.6 设备与耗材	68
3.7 试剂和耗材	71
3.8 样品收集、保存和处理	75
3.9 质量控制	75
3.10 校准和标准化	77
3.11 步骤	77
3.12 数据分析和计算	92
3.13 方法性能	92
3.14 污染防控	92
3.15 废弃物管理	93
参考文献	93
附表	94
附图	122
附录	124
4 EPA 5031 采用共沸蒸馏法处理不可吹扫的水溶性挥发性化合物	128
4.1 适用范围及应用	128
4.2 方法概述	130
4.3 干扰	130
4.4 仪器和材料	131
4.5 试剂	132
4.6 样品的采集、保存及处理	135
4.7 步骤	136
4.8 质量控制	138
4.9 方法性能	138
4.10 安全性	138
参考文献	139
附图	139
附录	142
本书涉及的文本说明	150

1 EPA 5021 平衡顶空法分析土壤和固体基体样品中挥发性有机物

1.1 适用范围

(1) 本方法描述了土壤/沉积物和固体废弃物中挥发性有机物的样品制备, 以及相应的气相色谱仪 (GC) 或气相色谱-质谱仪 (GC/MS) 的检测。本方法适用于利用平衡顶空法从土壤/固体基体样品中有效地分离多数具高挥发性的有机物。已使用过本方法进行土壤样品处理的化合物如表 1-1 所示。

表 1-1 平衡顶空法适用的化合物

化合物中文名	化合物英文名	CAS No.*
苯	Benzene	71-43-2
溴氯甲烷	Bromochloromethane	74-97-5
一溴二氯甲烷	Bromodichloromethane	75-27-4
溴仿	Bromoform	75-25-2
溴甲烷	Bromomethane	74-83-9
四氯化碳	Carbon tetrachloride	56-23-5
氯苯	Chlorobenzene	108-90-7
氯乙烷	Chloroethane	75-00-3
氯仿	Chloroform	67-66-3
氯甲烷	Chloromethane	74-87-3
二溴一氯甲烷	Dibromochloromethane	124-48-1
1,2-二溴-3-氯丙烷	1,2-Dibromo-3-chloropropane	96-12-8
1,2-二溴乙烷	1,2-Dibromoethane	106-93-4
二溴甲烷	Dibromomethane	74-95-3
1,2-二氯苯	1,2-Dichlorobenzene	95-50-1
1,3-二氯苯	1,3-Dichlorobenzene	541-73-1

续表

化合物中文名	化合物英文名	CAS No.*
1,4-二氯苯	1,4-Dichlorobenzene	106-46-7
二氯二氟甲烷	Dichlorodifluoromethane	75-71-8
1,1-二氯乙烷	1,1-Dichloroethane	75-34-3
1,2-二氯乙烷	1,2-Dichloroethane	107-06-2
1,1-二氯乙烯	1,1-Dichloroethene	75-35-4
反-1,2-二氯乙烯	<i>trans</i> -1,2-Dichloroethene	156-60-5
1,2-二氯丙烷	1,2-Dichloropropane	78-87-5
乙苯	Ethylbenzene	100-41-4
六氯丁二烯	Hexachlorobutadiene	87-68-3
二氯甲烷	Methylene chloride	75-09-2
萘	Naphthalene	91-20-3
苯乙烯	Styrene	100-42-5
1,1,1,2-四氯乙烷	1,1,1,2-Tetrachloroethane	630-20-6
1,1,2,2-四氯乙烷	1,1,2,2-Tetrachloroethane	79-34-5
四氯乙烯	Tetrachloroethene	127-18-4
甲苯	Toluene	108-88-3
1,2,4-三氯苯	1,2,4-Trichlorobenzene	120-82-1
1,1,1-三氯乙烷	1,1,1-Trichloroethane	71-55-6
1,1,2-三氯乙烷	1,1,2-Trichloroethane	79-00-5
三氯乙烯	Trichloroethene	79-01-6
三氯一氟甲烷	Trichlorofluoromethane	75-69-4
1,2,3-三氯丙烷	1,2,3-Trichloropropane	96-18-4
氯乙烯	Vinyl chloride	75-01-4
邻-二甲苯	<i>o</i> -Xylene	95-47-6
间-二甲苯	<i>m</i> -Xylene	108-38-3
对-二甲苯	<i>p</i> -Xylene	106-42-3
汽油范围内的有机物	Gasoline Range Organics	

* 化学文摘社登记号码。

(2) 使用 EPA 8260^①方法进行测定时，其方法检出限随待测物、样品基体和

① EPA 8260: GC 或 GC/MS 方法测定挥发性有机物。

仪器的不同,方法检出限范围为 0.1~3.4 $\mu\text{g}/\text{kg}$,测定浓度范围为 10~200 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。难以有效地从土壤中进行提取的待测物,浓度低时无法检测,但浓度足够时,可得到可接受的精密度和准确度。

(3) 表 1-2 中的化合物也可用本方法进行检测,可能可以用作替代物。

表 1-2 平衡顶空法替代物

化合物中文名	化合物英文名	CAS No.
溴苯	Bromobenzene	108-86-1
正丁基苯	<i>n</i> -Butylbenzene	104-51-8
仲丁基苯	sec-Butylbenzene	135-98-8
叔丁基苯	tert-Butylbenzene	98-06-6
2-氯甲苯	2-Chlorotoluene	95-49-8
4-氯甲苯	4-Chlorotoluene	106-43-4
顺-1,2-二氯乙烯	<i>cis</i> -1,2-Dichloroethene	156-59-4
1,3-二氯丙烷	1,3-Dichloropropane	142-28-9
2,2-二氯丙烷	2,2-Dichloropropane	594-20-7
1,1-二氯丙烯	1,1-Dichloropropene	563-58-6
异丙基苯	Isopropylbenzene	98-82-8
4-异丙基甲苯	4-Isopropyltoluene	99-87-6
正丙基苯	<i>n</i> -Propylbenzene	103-65-1
1,2,3-三氯苯	1,2,3-Trichlorobenzene	87-61-6
1,2,4-三甲基苯	1,2,4-Trimethylbenzene	95-63-6
1,3,5-三甲基苯	1,3,5-Trimethylbenzene	108-67-8

(4) 另外,平衡顶空法可以用自动样品导入装置来筛选挥发性有机物样本,筛选时,建议根据 EPA 8021 方法,但不需要使用过多的校准和质量控制手段,使用一个试剂空白和单个校正点即可获得半定量的数据。

(5) 根据本方法的操作条件,可从土壤基体中萃取出有足够挥发性的有机物,如表 1-2 所列的及其他挥发性有机化合物。对于有机物超过 1% 的土壤样品或高辛醇/水分配系数的化合物,平衡顶空法测得的结果可能略低于动态吹扫捕集法和甲醛萃取后的动态吹扫捕集法的后果。

(6) 本方法必须由对挥发性有机物分析、平衡顶空装置及检测方法步骤有经验的分析人员操作,或者在有经验的人员指导下进行。

1.2 方法概要

(1) 采集至少 2 g 样品，密封于压盖式或螺旋式玻璃顶空瓶中。

(2) 向每份样品中加入基体改性剂作为化学保存剂，再向每份样品中加入内标及标准物质。在采样现场或在实验室收样时加入均可。

(3) 需要称量样品干重或进行高浓度样品分析时，需采集多瓶样品并密封于样品瓶中。

(4) 在实验室将样品瓶反复旋转混合，使内标及标准物质渗入样品基体中，再将样品瓶放入自动进样器转盘中，保持室温状态。在进行分析前 1 h，将样品瓶移入自动进样器加热区中，并使其达到平衡状态，样品以机械振荡的方式混合，并保持高温。

(5) 将氦气通入样品瓶中进行加压，使部分顶空气体经过已加热的连接管线，转入气相色谱仪中。

(6) 使用气相色谱仪或气相色谱-质谱仪进行检测。

1.3 干扰

1.3.1 实验室干扰

实验室内普遍存在挥发性有机物，会严重干扰挥发性有机物的分析。检测二氯甲烷时必须特别注意，样品分析和储存区域必须与存在二氯甲烷的区域完全隔离，否则会产生背景干扰。由于二氯甲烷可穿透聚四氟乙烯管线，所以所有吹气管线和气相色谱仪气路管线应使用不锈钢管或铜管。分析人员进行液-液萃取时，若衣物暴露于二氯甲烷蒸气中，可能会造成样品的污染。在进行挥发性有机物测定的实验室中，若存放其他有机溶剂，注意可能会产生背景干扰。

1.3.2 样品基体干扰

样品基体本身会产生严重的干扰，这些干扰包括土壤本身的吸附效应、土壤中微生物的活动、土壤的组成等。高油质土壤和有机污泥废弃物会抑制挥发性有机物进入顶空空间的比例，导致回收率降低。“基体效应”很难处理，建议在样

品基体中添加标准物质或氘代化合物（对于 GC/MS 方法来说），测定回收率。回收率可指示“基体效应”的影响程度，但不需要以此校正样品。此外，使用本方法中的高浓度操作步骤，可减少油状废弃物和其他有机污泥废弃物对挥发性有机物测定的干扰。

1.4 设备

1.4.1 样品瓶

样品瓶选用有顶空装置的 22 ml 透明玻璃瓶。样品瓶可在采样现场用附有聚四氟乙烯垫片的压盖式密封盖或螺旋盖密封，在高温密封状态该垫片中的化合物不得析出，最好每个样品瓶和垫片有一致的净重。使用前，用洗涤剂水溶液清洗样品瓶和垫片，再用自来水及无有机物的试剂水淋洗，放入 105 °C 烘箱中烘烤 1 h，从烘箱中取出后冷却，存放在不含有机溶剂的区域中备用，也可使用其他尺寸的样品瓶，垫片要合适。

1.4.2 顶空系统

本方法采用全自动化平衡顶空装置系统。有不同厂家品牌可供选择，此系统必须符合以下规范。

(1) 系统必须能适用各种不同类型的样品，在高温状态下，平衡环境具有可重现性。

(2) 可准确地将具有代表性的顶空气体导入毛细管柱气相色谱仪中，并且对气相色谱仪或检测器无不良影响。

(3) 本方法中所使用设备的操作条件列在 1.7 节中。其他仪器设备和操作条件也可使用，但需要提供目标物的实验室性能验证，使用合适的监测方法达到预期的应用要求。

1.4.3 现场采样设备

1.4.3.1 土壤采样器

可盛装至少 2 g 的土壤采样器，如吹扫捕集土壤采样器。

1.4.3.2 自动注射器

已校正的 10.0 ml 自动注射器，用来添加基体改性剂。

1.4.3.3 微量注射器

已校正的自动注射器，用于添加内标和标准物质。

1.4.3.4 样品瓶压盖器

若使用螺旋盖，则不需要此压盖器。

1.4.4 其他设备

40 ml 或 60 ml VOA 瓶，附有聚四氟乙烯垫片的压盖式密封盖或螺旋盖。用于样品筛查、高浓度样品分析（如果需要）和干重测定。

1.5 试剂

1.5.1 不含有机物的试剂水

不含待测的目标物。

1.5.2 甲醇（CH₃OH）

农残级或同级品，与其他溶剂分开存放。宜采用小瓶装（规格为 0.5L 或 1L）以减少污染。

1.5.3 内标、校正标准样品、替代物的标准储备液和中间液

有关内标、校正标准样品、替代物的标准储备液和中间液的准备，参见相应的检测方法及 EPA 5000 方法。

1.5.3.1 校正添加液

制备 5 个包含所有目标物及替代物的不同浓度的标准使用溶液（甲醇溶剂），

向 22 ml 样品瓶中加入 1.0 μl 各校正添加液, 校正曲线浓度范围必须涵盖检测器的线性分析范围, 例如, EPA 8260 方法建议目标物及替代物浓度分别为 5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、40 mg/L 和 50 mg/L; 建议内标浓度为 20 mg/L (使用气相色谱仪时, 可不用内标)。1.0 μl 内标需另外单独加入, 或者与标准中间液预先混合, 保证内标在各溶液中的浓度均为 20 mg/L。上述浓度可根据气相色谱-质谱仪的相对灵敏性及其他检测方法进行适当调整。

1.5.3.2 内标和替代物

根据各检测方法给出的建议, 选择适当的内标和替代物。向每个样品中添加浓度为 20 mg/L (甲醇溶剂) 的内标和替代物。若使用气相色谱仪进行分析, 最好使用外标法, 而不用内标法。上述浓度可根据气相色谱-质谱仪的相对灵敏性及其他检测方法进行适当调整。

1.5.4 试剂空白^①

将 10.0 ml 基体改性剂 (见 1.5.6) 加入样品瓶中, 再加入一定量的内标和替代物, 密封样品瓶, 置入自动进样器中, 与未知样品进行相同的分析步骤。分析此试剂空白, 可判定自动进样器及顶空设备是否有问题。

1.5.5 校正标准样品^②

按照 1.5.4 中试剂空白的制备方法, 加入 1.5.3.1 的校正添加液。

1.5.6 基体改性剂

向 500 ml 不含有机物的试剂水中逐滴加入浓磷酸 (H_3PO_4), 直至 pH 计测得 pH=2 为止^③。加入 180 g NaCl, 混合均匀直至所有成分溶解, 按照 1.5.4 的方式, 从每批次基体改性剂中取 10.0 ml 进行分析, 以确认溶液中不含污染物。存放在不

① 本方法仅用纯水作为基体, 而《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 643—2013) 中在纯水基体中加入石英砂。为了了解实际样品的基体效应, 本方法 1.3.2 中指出做基体加标即可。编者认为加入石英砂利弊共存。石英砂与实际基体不一致, 不能代表实际样品的处理效率, 并且增加污染的机会, 加入石英砂可能会使得水、气、固三相体积与实际样品更为相似, 三相分配与实际样品更为相似。

② 同①。

③ 《土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 642—2013) 和《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 643—2013) 所述与此方法有所差别, 即调节 pH \leq 2。而《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》(GB 5085.3—2007) (附录 Q 固体废物 挥发性有机物的测定 平衡顶空法) 与本方法一致, 即调节 pH=2。

含有机物区域、4℃密封瓶中保存。

注：此基体改性剂可能不适用于含有机碳的土壤样品，见 1.6.2 (4)。

1.6 样品的采样、保存及处理

采集低浓度样品于特殊的顶空样品瓶中有三种方法。一种是在采样现场加入基体改性剂和标准物质。选择这种方法应预先知道现场情况、土壤中有机碳含量、目标物种类和分析结果的预期用途。另外两种方法不用在采样现场加入基体改性剂和标准物质。使用任何一种方法均需要在每个采样点采集 3~4 瓶样品，必要时进行重复分析。另外，如果进行干重测定和高浓度分析，需独立采集样品。

在采样时，向 22 ml 顶空样品瓶中加入 10.0 ml 基体改性剂、内标和替代物（见 1.6.2），基体改性剂可以消除分析物的生物作用，使分析物损失最小化，通过调节 pH，使脱卤化氢作用最小化。

在野外取样存在弊端，增加了基体改性剂和标液污染的可能性。另外，需要有经验的操作人员精准地加入基体改性剂，特别是内标和替代物。

若基体改性剂、内标和替代物不在野外采样时加入（见 1.6.1），可以使上述问题最小化。但是，如果在实验室重新打开样品瓶，挥发性有机物可能产生严重损失。

如果预计样品含高浓度（大于 200 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）的挥发性有机物，将样品收集于 22 ml 样品瓶中，不加基体改性剂，按照 1.7.5 高浓度检测方法直接向样品瓶中加入甲醇。

1.6.1 样品采集时不加基体改性剂及标准样品

(1) 使用附聚四氟乙烯垫片的压盖式密封盖或螺旋盖的标准 22 ml 顶空样品瓶（其他瓶子也可使用，参见 1.4.1）。

(2) 使用吹扫捕集土壤采样器（见 1.4.3.1），将 2~3 cm（约 2 g）的土壤样品迅速装入已预先称重的 22 ml 顶空样品瓶中，瓶盖内垫片的聚四氟乙烯层需面向样品。将样品装入玻璃顶空瓶中时，动作需轻缓以减少震动，以免挥发性有机物损失。

1.6.2 样品采集时加基体改性剂及标准样品

(1) 使用附聚四氟乙烯垫片的压盖式密封盖或螺旋盖的标准 22 ml 玻璃顶空瓶（其他瓶子也可使用，参见 1.4.1）。

(2) 在采样之前预先加入 10.0 ml 基体改性剂。

(3) 使用吹扫捕集土壤采样器 (见 1.4.3.1), 将 2~3 cm (约 2 g) 的土壤样品迅速装入已预先称重的 22 ml 玻璃顶空瓶中, 动作需轻缓以减少震动, 瓶盖内垫片的聚四氟乙烯层需面向样品。

(4) 使用合适的量器 (如 10 μ l), 按照选定的方法, 小心地刺穿垫片加入一定量的内标和替代物^①。

注意, 以往的经验显示, 当有机碳含量超过 1% 时, 加入基体改性剂可能会使回收率偏低, 这种样品则不适合加入基体改性剂。

1.6.3 样品采集时加不含有机物的试剂水

在采样之前, 向样品瓶中加入 10.0 ml 不含有机物的试剂水。此试剂水可以在野外采样时加入, 也可在实验室加入并一同携带到野外。

(1) 使用附聚四氟乙烯垫片的压盖式密封盖或螺旋盖的标准 22 ml 玻璃顶空瓶 (其他瓶子也可使用, 参见 1.4.1)。

(2) 使用吹扫捕集土壤采样器 (见 1.4.3.1), 将 2~3 cm (约 2 g) 的土壤样品迅速装入已预先称重、装有 10 ml 不含有机物的试剂水的 22 ml 玻璃顶空瓶中, 瓶盖内垫片的聚四氟乙烯层需面向样品。将样品装入玻璃顶空瓶中时, 动作需轻缓以减少震动, 以免挥发性有机物损失。

1.6.4 现场空白

无论选择哪种方法, 都要制备现场空白。如果在野外不添加基体改性剂, 那么现场空白是将 10.0 ml 不含有机物的试剂水加入干净的样品瓶中, 立即密封。如果在野外添加基体改性剂和标准样品, 那么现场空白是将 10.0 ml 基体改性剂、内标和替代物加入干净的样品瓶中。

1.6.5 附加样品

在每一采样点另外用 40 ml 或 60 ml VOA 瓶装满样品, 用于样品干重测定、样品筛查检测和必要时进行高浓度样品分析。样品筛查不是必须的, 如果分析高浓度样品不会带来交叉污染的问题, 则可以不考虑样品筛查。

^① 以刺穿垫片的方式加入内标和替代物, 即使在实验室分析时仪器加压也不会引起组分泄露损失, 广西壮族自治区环境监测中心站实验室做过相关验证。