

# 中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 713-2014

---

## 固体废物 挥发性卤代烃的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法

Solid wastes-Determination of volatile halohydrocarbons-

Purge and trap gas chromatography mass spectrometry

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2014-11-27 发布

2015-01-01 实施

---

环 境 保 护 部 发 布



# 目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 样品.....	2
7 分析步骤.....	3
8 结果计算与表示.....	6
9 精密度和准确度.....	8
10 质量保证和质量控制.....	8
11 废物处理.....	9
12 注意事项.....	9
附录 A （规范性附录） 目标物的检出限和测定下限.....	10
附录 B （资料性附录） 目标物的测定参考参数.....	12
附录 C （资料性附录） 方法的精密度和准确度.....	14

## 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》，保护环境，保障人体健康，规范固体废物中挥发性卤代烃的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固体废物中氯甲烷等 35 种挥发性卤代烃的吹扫捕集/气相色谱-质谱法。  
本标准首次发布。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：哈尔滨市环境监测中心站。

本标准验证单位：黑龙江省环境监测中心站、大连市环境监测中心、长春市环境监测中心站、鞍山市环境监测中心站、齐齐哈尔市环境监测中心站和大庆市环境监测中心站。

本标准环境保护部 2014 年 11 月 27 日批准。

本标准自 2015 年 01 月 01 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

# 固体废物 挥发性卤代烃的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法

警告：实验中所使用的内标、替代物和标准溶液均为易挥发的有毒化学品，配制过程中应在通风柜中进行操作；试样制备过程中应充分考虑其是否为有毒有害固体废物；按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

## 1 适用范围

本标准规定了测定固体废物中挥发性卤代烃的吹扫捕集/气相色谱-质谱法。

本标准适用于固体废物和固体废物浸出液中氯甲烷等 35 种挥发性卤代烃的测定。其他挥发性卤代烃如果通过验证也适用于本标准。

固体废物样品量为 5 g 时，35 种挥发性卤代烃的方法检出限为 0.2~0.4  $\mu\text{g/kg}$ ，测定下限为 0.8~1.6  $\mu\text{g/kg}$ 。固体废物浸出液体积为 5.0 ml 时，方法检出限为 0.2~0.4  $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 0.8~1.6  $\mu\text{g/L}$ 。详见附录 A。

## 2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ/T 20 工业固体废物采样制样技术规范

HJ/T 299 固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法

HJ/T 300 固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法

## 3 方法原理

样品中的挥发性卤代烃用氦气吹扫出来，吸附于捕集管中，将捕集管加热并用氦气反吹，捕集管中的挥发性卤代烃被热脱附出来，组分进入气相色谱分离后，用质谱仪进行检测。根据保留时间、碎片离子质荷比及不同离子丰度比定性，内标法定量。

## 4 试剂和材料

4.1 实验用水：二次蒸馏水或纯水设备制备的水。使用前需经过空白检验，确认无目标物或目标物浓度低于方法检出限。

4.2 甲醇（ $\text{CH}_3\text{OH}$ ）：农残级，使用前需通过检验，确认无目标物或目标物浓度低于方法检出限。

4.3 标准贮备液： $\rho=2000 \text{ mg/L}$ 。

直接购买市售有证标准溶液，-10℃以下避光保存，或参照制造商的产品说明。使用时应恢复至室温，并摇匀。

4.4 标准使用液： $\rho=2.5 \text{ mg/L}$ 。

取适量标准贮备液（4.3），用甲醇（4.2）进行适当稀释。

4.5 内标贮备液： $\rho=2000\text{ mg/L}$ 。

选用氟苯、1-氯-2-溴丙烷、4-溴氟苯作为内标。可直接购买有证标准溶液，也可用标准物质制备。

4.6 内标使用液： $\rho=2.5\text{ mg/L}$ 。

取适量内标贮备液（4.5），用甲醇（4.2）进行适当稀释。

4.7 替代物贮备液： $\rho=2000\text{ mg/L}$ 。

选用二氯甲烷- $\text{d}_2$ 、1,2-二氯苯- $\text{d}_4$  作为替代物。可直接购买有证标准溶液，也可用标准物质制备。

4.8 替代物使用液： $\rho=2.5\text{ mg/L}$ 。

取适量替代物贮备液（4.7），用甲醇（4.2）进行适当稀释。

4.9 4-溴氟苯（BFB）溶液： $\rho=25\text{ mg/L}$ ，可直接购买有证标准溶液，也可用标准物质制备，以甲醇稀释。

4.10 石英砂：20～50 目。使用前需要通过检验，确认无目标物或目标物低于方法检出限。

4.11 氦气：纯度 $\geq 99.999\%$ ，经脱氧剂脱氧，分子筛脱水。

## 5 仪器和设备

5.1 采样器材：铁铲和不锈钢药勺。

5.2 采样瓶：聚四氟乙烯硅胶衬垫螺旋盖的60 ml的广口玻璃瓶。

5.3 样品瓶：具聚四氟乙烯衬垫螺旋盖的 40 ml 棕色玻璃瓶和无色玻璃瓶。

5.4 气相色谱-质谱联用仪：EI 电离源。

5.5 色谱柱：石英毛细管柱，长 30 m，内径 0.25 mm，膜厚 1.4  $\mu\text{m}$ ，固定相为 6 %腈丙苯基/94 %二甲基聚硅氧烷，也可使用其他等效毛细柱。

5.6 吹扫捕集装置：适用于固体样品和粘稠液体样品的测定。捕集管使用 1/3Tenax、1/3 硅胶、1/3 活性炭混合吸附剂或其他等效吸附剂。

5.7 微量注射器：10  $\mu\text{l}$ 、25  $\mu\text{l}$ 、100  $\mu\text{l}$ 、250  $\mu\text{l}$ 、500  $\mu\text{l}$  和 1000  $\mu\text{l}$ 。

5.8 天平：精度为 0.01 g。

5.9 往复式振荡器：振荡频率150次/min，可固定样品瓶。

5.10 棕色密实瓶：2 ml，具聚四氟乙烯衬垫。

5.11 pH计：精度为 $\pm 0.05$ 。

5.12 便携式冷藏箱：容积20 L，温度4℃以下。

5.13 一次性巴斯德玻璃吸液管。

5.14 一般实验室常用仪器和设备。

## 6 样品

### 6.1 样品的采集

按照 HJ/T 20 的相关要求采集固体废物样品。可在采样现场使用用于挥发性卤代烃测定的便携式 VOC 测定仪对样品进行浓度高低的初筛。低浓度样品均应至少采集 3 个平行样。采样前在样品瓶（5.3）中放一个磁力搅拌子，密封，称重（精确至 0.01 g）。用采样器材收集约 5 g

样品至样品瓶中，快速清除掉样品瓶螺纹及外表面黏附的样品，立即密封样品瓶。另外采集一份样品于采样瓶（5.2）中用于高含量样品和固体废物浸出液样品的测定。样品采集后置于便携冷藏箱(5.12)内带回实验室。

注 1：现场初步筛选挥发性卤代烃含量测定结果大于 200 µg/kg 时，视该样品为高含量样品。

注 2：样品采集时勿搅动固体废物，以免造成固体废物中有机物的挥发。采样人员一定要做好防护工作。

## 6.2 样品的保存

样品到达实验室后，应尽快分析。若不能及时分析，应将样品低于 4 °C 下保存，保存期为 14 d。样品存放区域应无有机物干扰。

## 6.3 试样的制备

### 6.3.1 固体废物低含量试样

取出样品瓶（5.3），待恢复至室温后，称重（精确至 0.01 g）。加入 5.0 ml 实验用水（4.1）、10 µl 替代物（4.8）和 10 µl 内标物（4.6），待测。

### 6.3.2 固体废物高含量试样

取出采样瓶（5.2），待恢复至室温后，称取 5 g 样品置于样品瓶（5.3）中，迅速加入 10.0 ml 甲醇（4.2），密封，在往复式振荡器（5.9）上以 150 次/min 的频率振荡 10 min。静置沉降后，用一次性巴斯德玻璃吸液管（5.13）移取约 1 ml 提取液至 2 ml 棕色密实瓶（5.10）中，必要时，提取液可进行离心分离。该提取液可置于冷藏箱内 4°C 下保存，保存期为 14 d。

在分析前将提取液恢复至室温后，向样品瓶（5.3）中加入 5 g 石英砂（4.10）、5.0 ml 实验用水（4.1）、10~100 µl 甲醇提取液、10 µl 替代物（4.8）和 10 µl 内标物（4.6），立即密封，待测。

注 3：若甲醇提取液中目标物浓度较高，可通过加入甲醇进行适当稀释。

注 4：若用高含量方法分析浓度值过低或未检出，应采用低含量方法重新分析样品。

### 6.3.3 固体废物浸出液试样

执行 HJ/T 299 或 HJ/T 300 的方法制备固体废物浸出液试样。取 5.0 ml 浸出液移入样品瓶（5.3）中，加入 10 µl 替代物（4.8）和 10 µl 内标物（4.6），立即密封，待测。

## 6.4 空白试样的制备

### 6.4.1 固体废物低含量空白试样

以 5 g 石英砂（4.10）代替样品，按照 6.3.1 步骤制备低含量空白试样。

### 6.4.2 固体废物高含量空白试样

以 5 g 石英砂（4.10）代替样品，按照 6.3.2 步骤制备高含量空白试样。

### 6.4.2 固体废物浸出液空白试样

按照 HJ/T 299 或 HJ/T 300 的浸提方法，以石英砂（4.10）代替样品，按照 6.3.3 步骤制备固体废物浸出液空白试样。

## 7 分析步骤

不同型号吹扫捕集装置、气相色谱-质谱联用仪的最佳工作条件不同，应按照仪器使用说明书进行操作，本标准推荐仪器参考条件如下：

7.1 仪器参考条件

7.1.1 吹扫捕集装置参考条件

吹扫流量：40 ml/min；吹扫温度：40 ℃；吹扫时间：11 min；干吹时间：2 min；脱附温度：180 ℃；脱附时间：3min；烘烤温度：200 ℃；烘烤时间：10 min；传输线温度：110 ℃。

7.1.2 气相色谱仪参考条件

程序升温：35 ℃(5 min) →5 ℃/min →180 ℃ →20 ℃/min →200 ℃(5 min)；进样口温度：180℃；进样方式：分流进样（20:1）；载气：氦气；接口温度：230℃；柱流量：1.2ml/min。

7.1.3 质谱仪参考条件

离子化方式：EI；离子源温度：200 ℃；传输线温度：230 ℃；电子加速电压：70 eV；检测方式：Full Scan法；质量范围：35~300amu。

7.2 校准

7.2.1 仪器性能检查

分析样品前应对气相色谱-质谱仪进行性能检查。取 4-溴氟苯（BFB）（4.9）溶液 1 μl 直接进气相色谱分析。4-溴氟苯关键离子丰度应满足表 1 中规定的标准，否则需对质谱仪和一些参数进行调整或清洗离子源。

表 1 BFB 关键离子丰度标准

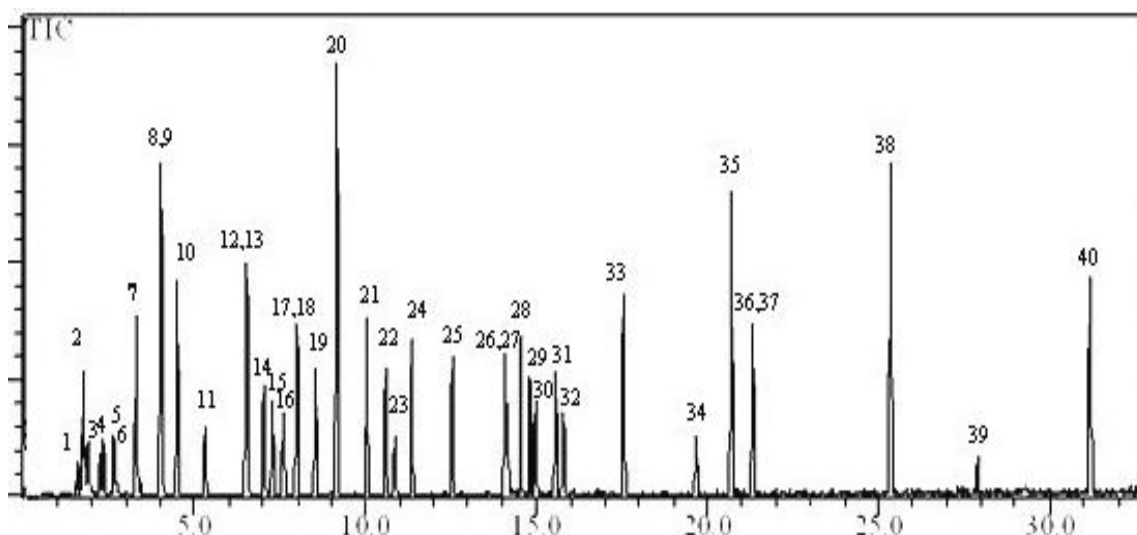
质量	离子丰度标准	质量	离子丰度标准
50	质量 95 的 15%~40%	174	大于质量 95 的 50%
75	质量 95 的 30%~60%	175	质量 174 的 5%~9%
95	基峰，100%相对丰度	176	质量 174 的 95%~101%
96	质量 95 的 5%~9%	177	质量 176 的 5%~9%
173	小于质量 174 的 2%	—	—

7.2.2 校准曲线的绘制

（1）测定固体废物的校准曲线绘制

用微量注射器分别移取一定量的标准使用液（4.4）和替代物使用液（4.8），至盛有 5 g 石英砂（4.10）、5.0 ml 实验用水（4.1）的样品瓶（5.3）中，配制目标物和替代物含量分别为 5、10、25、50、100 ng 的校准系列，并分别加入 10 μl 内标使用液（4.6），立即密封。按照仪器参考条件（7.1）依次进样分析，以目标物定量离子的响应值与内标物定量离子的响应值的比值为纵坐标，目标物含量（ng）与内标物含量的比值为横坐标，绘制校准曲线。图 1 为在本标准规定的仪器条件下，目标物的色谱图。





出峰顺序：1—二氯二氟甲烷；2—氯甲烷；3—氯乙烯；4—溴甲烷；5—氯乙烷；6—三氯氟甲烷；7—1,1-二氯乙烯；8—二氯甲烷-d<sub>2</sub>（替代物 1）；9—二氯甲烷；10—反-1,2-二氯乙烯；11—1,1-二氯乙烷；12—2,2-二氯丙烷；13—顺-1,2-二氯乙烯；14—溴氯甲烷；15—氯仿；16—1,1,1-三氯乙烷；17—四氯化碳；18—1,1-二氯丙烯；19—1,2-二氯乙烷；20—氟苯（内标 1）；21—三氯乙烯；22—1,2-二氯丙烷；23—二溴甲烷；24—一溴二氯甲烷；25—顺-1,3-二氯丙烯；26—反-1,3-二氯丙烯；27—1-氯-2-溴丙烷（内标 2）；28—1,1,2-三氯乙烷；29—四氯乙烯；30—1,3-二氯丙烷；31—二溴一氯甲烷；32—1,2-二溴乙烷；33—1,1,1,2-四氯乙烷；34—溴仿；35—4-溴氟苯（内标 3）；36—1,1,2,2-四氯乙烷；37—1,2,3-三氯丙烷；38—1,2-二氯苯-d<sub>4</sub>（替代物 2）；39—1,2-二溴-3-氯丙烷；40—六氯丁二烯。

图 1 目标物的色谱图

## （2）测定固体废物浸出液的校准曲线绘制

用微量注射器分别移取一定量的标准使用液（4.4）和替代物使用液（4.8），至盛有 5.0 ml 浸提剂的样品瓶（5.3）中，配制目标物和替代物浓度分别为 1、2、5、10、20 μg/L 的校准系列，并分别加入 10 μl 内标使用液（4.6），立即密封。按照仪器参考条件（7.1）依次进样分析，以目标物定量离子的响应值与内标物定量离子的响应值的比值为纵坐标，目标物浓度（μg/L）与内标物浓度的比值为横坐标，绘制校准曲线。图 1 为在本标准规定的仪器条件下的目标物色谱图。

### 7.2.2.1 用平均响应因子建立校准曲线

标准系列第  $i$  点目标物（或替代物）的相对响应因子（ $RRF_i$ ），按公式（1）进行计算。

$$RRF_i = \frac{A_i}{A_{ISi}} \times \frac{\rho_{ISi}}{\rho_i} \quad (1)$$

式中： $RRF_i$ ——标准系列中第  $i$  点目标物（或替代物）的相对响应因子；

$A_i$ ——标准系列中第  $i$  点目标物（或替代物）定量离子的响应值；

$A_{ISi}$ ——标准系列中第  $i$  点目标物（或替代物）相对应内标定量离子的响应值；

$\rho_{ISi}$ ——标准系列中内标的浓度，ng；

$\rho_i$ ——标准系列中第  $i$  点目标物（或替代物）的质量浓度 ng。

目标物（或替代物）的平均相对响应因子，按照公式（2）进行计算。

$$\overline{RRF} = \frac{\sum_{i=1}^n RRF_i}{n} \quad (2)$$

式中： $\overline{RRF}$ ——目标物（或替代物）的平均相对响应因子；

$RRF_i$ ——标准系列中第  $i$  点目标物（或替代物）的相对响应因子；

$n$ ——标准系列点数。

RRF 的标准偏差，按照公式（3）进行计算。

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RRF_i - \overline{RRF})^2}{n-1}} \quad (3)$$

RRF 的相对标准偏差，按照公式（4）进行计算。

$$RSD = \frac{SD}{\overline{RRF}} \times 100\% \quad (4)$$

标准系列目标物（或替代物）相对响应因子（RRF）的相对标准偏差（RSD）应小于等于 20%。

#### 7.2.2.2 用最小二乘法绘制校准曲线

以目标化合物和相对应内标的响应值比为纵坐标，浓度比为横坐标，用最小二乘法建立校准曲线，标准曲线的相关系数  $\geq 0.990$ 。若校准曲线的相关系数小于 0.990 时，也可以采用非线性拟合曲线进行校准，但应至少采用 6 个浓度点进行校准。

### 7.3 样品测定

将制备好的试样（6.3）按照仪器参考条件（7.1）进行测定。

### 7.4 空白试验

将制备好的空白试样（6.4）按照仪器参考条件（7.1）进行测定。

## 8 结果计算与表示

### 8.1 定性分析

以全扫描方式（Scan）采集数据，以样品中目标物相对保留时间（RRT）、辅助定性离子和目标离子丰度比（Q）与标准溶液中的变化范围来定性。样品中目标物的相对保留时间与校准曲线该化合物的相对保留时间的差值应在  $\pm 0.06$  内。样品中目标物的辅助定性离子和定量离子峰面积比（ $Q_{\text{样品}}$ ）与校准曲线目标物的辅助定性离子和定量离子峰面积比（ $Q_{\text{标准}}$ ）相对偏差控制在  $\pm 30\%$  以内。

按公式（5）计算相对保留时间 RRT

$$RRT = \frac{RT_x}{RT_{IS}} \quad (5)$$

式中： $RRT$ ——相对保留时间；

$RT_x$ ——目标物的保留时间，min；

$RT_{IS}$ ——内标物的保留时间，min。

平均相对保留时间 ( $\overline{RRT}$ )：标准系列中同一目标物的相对保留时间平均值按公式 (6) 计算辅助定性离子和定量离子峰面积比 ( $Q$ )

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

式中： $A_i$ ——定量离子峰面积；

$A_q$ ——辅助定性离子峰面积。

## 8.2 定量分析

根据目标物和内标定量离子的响应值进行计算。当样品中目标物的定量离子有干扰时，可以使用辅助离子定量，具体见附录 B。

### 8.2.1 目标物（或替代物）质量 $m_i$ 的计算

#### 8.2.1.1 用平均相对响应因子计算

当目标物（或替代物）采用平均相对响应因子进行校准时，目标物的含量  $m_i$  按公式 (7) 进行计算。

$$m_i = \frac{A_x \times m_{IS}}{A_{IS} \times RRF} \quad (7)$$

式中： $m_i$ ——目标物（或替代物）的含量，ng；

$A_x$ ——目标物（或替代物）定量离子的响应值；

$m_{IS}$ ——内标物的量，ng；

$A_{IS}$ ——与目标物（或替代物）相对应内标定量离子的响应值；

$RRF$ ——目标物（或替代物）的平均相对响应因子。

#### 8.2.1.2 用线性或非线性校准曲线计算

当目标物采用线性或非线性校准曲线进行校准时，目标物的含量  $m_i$  通过相应的校准曲线计算。

### 8.2.2 低含量样品中挥发性卤代烃的含量，按照公式 (8) 进行计算。

$$\omega = \frac{m_1}{m} \quad (8)$$

式中： $\omega$ ——样品中目标物的含量， $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；

$m_1$ ——试料中目标物（或替代物）的量，ng；

$m$ ——采样量，g。

### 8.2.3 高含量样品中挥发性卤代烃的含量，按照公式 (9) 进行计算。

$$\omega = \frac{m_1 \times V_c \times f}{V_s \times m} \quad (9)$$

式中： $\omega$ ——样品中目标物的含量， $\mu\text{g/kg}$ ；

$m_1$ ——试料中目标物（或替代物）的量， $\text{ng}$ ；

$V_c$ ——提取液体积， $\text{ml}$ ；

$m$ ——采样量， $\text{g}$ ；

$V_s$ ——用于吹扫的提取液体积， $\text{ml}$ ；

$f$ ——提取液的稀释倍数。

#### 8.2.4 固体废物浸出液的结果计算

测定固体废物浸出液时，挥发性卤代烃的浓度直接从校准曲线查得，以 $\mu\text{g/L}$ 表示。

#### 8.3 结果表示

测定固体废物，当测定结果小于  $100 \mu\text{g/kg}$  时，保留小数点后 1 位；当测定结果大于等于  $100 \mu\text{g/kg}$  时，保留 3 位有效数字。

测定固体废物浸出液，当测定结果小于  $100 \mu\text{g/L}$  时，保留小数点后 1 位；当测定结果大于等于  $100 \mu\text{g/L}$  时，保留 3 位有效数字。

### 9 精密度和准确度

#### 9.1 精密度

六家实验室分别对  $0.4 \mu\text{g/kg}$ 、 $2.0 \mu\text{g/kg}$  和  $10.0 \mu\text{g/kg}$  的固体废物加标样品进行了测定。实验室内相对标准偏差分别为： $5.2\% \sim 18\%$ ， $1.1\% \sim 18\%$ ， $0.8\% \sim 17\%$ ；实验室间相对标准偏差分别为： $4.2\% \sim 14\%$ ， $3.6\% \sim 12\%$ ， $2.3\% \sim 12\%$ ；重复性限范围分别为： $0.1 \sim 0.2 \mu\text{g/kg}$ ， $0.5 \sim 0.7 \mu\text{g/kg}$ ， $1.3 \sim 2.5 \mu\text{g/kg}$ ；再现性限范围分别为： $0.1 \sim 0.3 \mu\text{g/kg}$ ， $0.5 \sim 0.9 \mu\text{g/kg}$ ， $1.6 \sim 3.8 \mu\text{g/kg}$ ，详见附录 C.1。

六家实验室分别对  $0.4 \mu\text{g/kg}$ 、 $2.0 \mu\text{g/kg}$  和  $10.0 \mu\text{g/L}$  的浸出液加标样品进行了测定。实验室内相对标准偏差分别为： $5.2\% \sim 21\%$ ， $1.3\% \sim 21\%$ ， $1.1\% \sim 21\%$ ；实验室间相对标准偏差分别为： $4.5\% \sim 20\%$ ， $4.8\% \sim 16\%$ ， $3.2\% \sim 16\%$ ；重复性限范围分别为： $0.1 \sim 0.2 \mu\text{g/L}$ ， $0.6 \sim 0.8 \mu\text{g/L}$ ， $1.6 \sim 3.2 \mu\text{g/L}$ ；再现性限范围分别为： $0.2 \sim 0.3 \mu\text{g/L}$ ， $0.6 \sim 1.0 \mu\text{g/L}$ ， $1.7 \sim 5.3 \mu\text{g/L}$ ，详见附录 C.2。

#### 9.2 准确度

六家实验室分别对 2 种固体废物实际样品进行了加标分析测定，加标量为  $1.0 \mu\text{g/kg}$ ，加标回收率范围分别为： $74.1\% \sim 130\%$ ， $70.9\% \sim 129\%$ ，详见附录 C.1。

六家实验室分别对 2 种固体废物浸出液实际样品进行了加标分析测定，加标量为  $1.0 \mu\text{g/L}$ ，加标回收率范围分别为： $74.2\% \sim 122\%$ ， $71.2\% \sim 129\%$ ，详见附录 C.2。

### 10 质量保证和质量控制

#### 10.1 仪器性能检查

每 24 小时需进行仪器性能检查，得到的 BFB 的关键离子和丰度必须全部满足表 1 的要求。

## 10.2 校准

校准曲线至少需5个浓度系列，目标物相对响应因子的RSD应小于等于20%。或者校准曲线的相关系数大于等于0.990，否则应查找原因或重新建立校准曲线。

每12小时分析1次校准曲线中间浓度点，中间浓度点测定值与校准曲线相应点浓度的相对偏差不超过30%。

## 10.3 空白

每批样品应至少测定一个全程序空白样品，目标物浓度应小于方法检出限。如果目标物有检出，需查找原因。

## 10.4 平行样的测定

每批样品（最多20个）应选择一个样品进行平行分析。当测定结果为10倍检出限以内（包括10倍检出限），平行双样测定结果的相对偏差应 $\leq 50\%$ ，当测定结果大于10倍检出限，平行双样测定结果的相对偏差应 $\leq 20\%$ 。

## 10.5 回收率的测定

每批样品至少做一次加标回收率测定，样品中目标物和替代物加标回收率应在70%~130%之间，否则重复分析样品。若重复测定替代物回收率仍不合格，说明样品存在基体效应。应分析一个空白加标样品。

## 11 废物处理

实验产生的含挥发性有机物的废物应集中保管，送具有资质单位集中处理。

## 12 注意事项

12.1 为了防止采样工具污染，采样工具在使用前要用甲醇、纯净水充分洗净。在采集其它样品时，要注意更换采样工具和清洗采样工具，以防止交叉污染。

12.2 在样品的保存和运输过程中，要避免沾污，样品应放在便携的冷藏箱中冷藏贮存。

12.3 在分析过程中必要的器具、材料、药品等事先分析测定有无干扰目标物测定的物质。器具、材料可采用甲醇清洗，尽可能除去干扰物质。

12.4 高含量样品分析后，应分析空白样品，直至空白样品中目标物的浓度小于检出限时，才可以进行后续分析。

附录 A  
(规范性附录)

目标物的检出限和测定下限

当采样量为 5 g 时，固体废物的方法检出限和测定下限见附表 A.1。当固体废物样品浸出液为 5.0 ml 时，固体废物浸出液的方法检出限和测定下限见附表 A.1。

附表 A.1 目标物的检出限和测定下限

序号	名称	英文名	固体废物		固体废物浸出液	
			检出限 ( $\mu\text{g/kg}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/kg}$ )	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )
1	二氯二氟甲烷	dichlorodifluoromethane	0.2	0.8	0.2	0.8
2	氯甲烷	chloromethane	0.2	0.8	0.2	0.8
3	氯乙烯	Vinyl chloride	0.2	0.8	0.2	0.8
4	溴甲烷	bromomethane	0.3	1.2	0.3	1.2
5	氯乙烷	chloroethane	0.2	0.8	0.2	0.8
6	三氯氟甲烷	trichlorofluoromethane	0.2	0.8	0.2	0.8
7	1,1-二氯乙烯	1,1-dichloroethene	0.2	0.8	0.2	0.8
8	二氯甲烷	methylene chloride	0.3	1.2	0.3	1.2
9	反式-1,2-二氯乙烯	Trans-1,2- dichloroethene	0.2	0.8	0.2	0.8
10	1,1-二氯乙烷	1,1-dichloroethane	0.4	1.6	0.4	1.6
11	2,2-二氯丙烷	2,2-dichloropropane	0.2	0.8	0.2	0.8
12	顺式-1,2-二氯乙烯	cis-1,2- dichloroethene	0.2	0.8	0.2	0.8
13	溴氯甲烷	bromochloromethane	0.3	1.2	0.3	1.2
14	氯仿	chloroform	0.2	0.8	0.2	0.8
15	1,1,1-三氯乙烷	1,1,1-trichloroethane	0.3	1.2	0.2	0.8
16	四氯化碳	carbon tetrachloride	0.4	1.6	0.4	1.6
17	1,1-二氯丙烯	1,1-dichloropropene	0.2	0.8	0.2	0.8
18	1,2-二氯乙烷	1,2-dichloroethane	0.2	0.8	0.2	0.8
19	三氯乙烯	trichloroethylene	0.2	0.8	0.2	0.8
20	1,2-二氯丙烷	1,2-dichloropropane	0.2	0.8	0.2	0.8
21	二溴甲烷	dibromomethane	0.3	1.2	0.3	1.2
22	一溴二氯甲烷	bromodichloromethane	0.2	0.8	0.3	1.2
23	顺-1,3-二氯丙烯	cis-1,3-dichloropropene	0.2	0.8	0.2	0.8
24	反-1,3-二氯丙烯	Trans-1,3-dichloropropene	0.2	0.8	0.2	0.8
25	1,1,2-三氯乙烷	1,1,2-trichloroethane	0.2	0.8	0.2	0.8
26	四氯乙烯	tetrachloroethylene	0.2	0.8	0.2	0.8
27	1,3-二氯丙烷	1,3-dichloropropane	0.2	0.8	0.2	0.8
28	二溴一氯甲烷	dibromochloromethane	0.3	1.2	0.3	1.2
29	1,2-二溴乙烷	1,2-dibromoethane	0.2	0.8	0.3	1.2
30	1,1,1,2-四氯乙烷	1,1,1,2-tetrachloroethane	0.2	0.8	0.2	0.8
31	溴仿	bromoform	0.3	1.2	0.3	1.2

附表 A.1 目标物的检出限和测定下限（续表）

序号	名称	英文名	固体废物		固体废物浸出液	
			检出限 ( $\mu\text{g/kg}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/kg}$ )	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )
32	1,1,2,2-四氯乙烷	1,1,2,2-tetrachloroethane	0.3	1.2	0.2	0.8
33	1,2,3-三氯丙烷	1,2,3-trichloropropane	0.2	0.8	0.2	0.8
34	1,2-二溴-3-氯丙烷	1,2-dibromo-3-chloropropane	0.4	1.6	0.4	1.6
35	六氯丁二烯	hexachlorobutadiene	0.2	0.8	0.2	0.8

附录 B  
(资料性附录)  
目标物的测定参考参数

附表 B.1 给出了目标物的 CAS No.、定量内标、定量离子和辅助离子等测定参考参数。

附表 B.1 目标物的测定参考参数

序号	名称	英文名	CAS No.	定量 内标	定量 离子	辅助 离子
1	二氯二氟甲烷	dichlorodifluoromethane	75-71-8	1	85	87
2	氯甲烷	chloromethane	74-87-3	1	50	52
3	氯乙烯	Vinyl chloride	75-01-4	1	62	64
4	溴甲烷	bromomethane	74-83-9	1	94	96
5	氯乙烷	chloroethane	75-00-3	1	64	66
6	三氯氟甲烷	trichlorofluoromethane	75-69-4	1	101	103
7	1,1-二氯乙烯	1,1-dichloroethene	75-35-4	1	96	61,63
8	二氯甲烷-d <sub>2</sub>	Dichloromethane-d <sub>4</sub>	1665-00-5	1	51	86,88
9	二氯甲烷	methylene chloride	75-09-2	1	84	86,49
10	反式-1,2-二氯乙烯	Trans-1,2- dichloroethene	156-60-5	1	96	61,98
11	1,1-二氯乙烷	1,1-dichloroethane	75-34-3	1	63	65,83
12	2,2-二氯丙烷	2,2-dichloropropane	594-20-7	1	77	97
13	顺式-1,2-二氯乙烯	cis-1,2- dichloroethene	156-59-2	1	96	61,98
14	溴氯甲烷	bromochloromethane	74-97-5	1	128	49,130
15	氯仿	chloroform	67-66-3	1	83	85
16	1,1,1-三氯乙烷	1,1,1-trichloroethane	71-55-6	1	99	97,61
17	四氯化碳	carbon tetrachloride	56-23-5	1	119	117
18	1,1-二氯丙烯	1,1-dichloropropene	563-58-6	1	110	75,77
19	1,2-二氯乙烷	1,2-dichloroethane	107-06-2	1	62	98
20	氟苯	Fluorobenzene	462-06-6	内标1	96	70,50
21	三氯乙烯	trichloroethylene	79-01-6	2	130	132
22	1,2-二氯丙烷	1,2-dichloropropane	78-87-5	2	63	62, 112
23	二溴甲烷	dibromomethane	74-95-3	2	93	95
24	一溴二氯甲烷	bromodichloromethane	75-27-4	2	83	85,127
25	顺-1,3-二氯丙烯	cis-1,3-dichloropropene	10061-01-5	2	75	110
26	反-1,3-二氯丙烯	Trans-1,3-dichloropropene	10061-02-6	2	75	110
27	1-氯-2-溴丙烷	2-Bromo-1-chloropropane	3017-95-6	内标2	77	41,79
28	1,1,2-三氯乙烷	1,1,2-trichloroethane	79-00-5	2	97	83,85
29	四氯乙烯	tetrachloroethylene	127-18-4	2	166	164
30	1,3-二氯丙烷	1,3-dichloropropane	142-28-9	2	76	78
31	二溴一氯甲烷	dibromochloromethane	124-48-1	2	129	127
32	1,2-二溴乙烷	1,2-dibromoethane	106-93-4	2	107	109,188



附表 B.1 目标物的测定参考参数（续表）

序号	名称	英文名	CAS No.	定量 内标	定量 离子	辅助 离子
33	1,1,1,2-四氯乙烷	1,1,1,2-tetrachloroethane	630-20-6	3	131	133,119
34	溴仿	bromoform	75-25-2	3	173	175,254
35	4-溴氟苯	4-BroMofluorobenzene	460-00-4	内标3	174	95
36	1,1,2,2-四氯乙烷	1,1,2,2-tetrachloroethane	79-34-5	3	83	131,85
37	1,2,3-三氯丙烷	1,2,3-trichloropropane	96-18-4	3	75	77
38	1,2-二氯苯-d <sub>4</sub>	1,2-dichlorobenze-d <sub>4</sub>	2199-69-1	3	150	152
39	1,2-二溴-3-氯丙烷	1,2-dibromo-3-chloropropane	96-12-8	3	155	755,157
40	六氯丁二烯	hexachlorobutadiene	87-68-3	3	225	223,227

附录 C  
(资料性附录)

方法的精密度和准确度

附表 C.1 为取样量为 5 g 时, 固体废物方法的重复性限、再现性限、相对标准偏差和加标回收率等精密度和准确度指标。附表 C.2 为取样量为 5 ml 时, 固体废物浸出液方法的重复性限、再现性限、相对标准偏差和加标回收率等精密度和准确度指标。

附表 C.1 固体废物方法的精密度和准确度

名称	总平均值 (μg/kg)	实验室内 相对标准 偏差 (%)	实验室间 相对标准 偏差 (%)	重复性限 r (μg/kg)	再现性限 R (μg/kg)	固体废物1 加标回收率 $\overline{p\%} \pm 2S_p$ (%)	固体废物2 加标回收率 $\overline{p\%} \pm 2S_p$ (%)
二氯二氟甲烷	0.4	8.5~13	8.7	0.2	0.2	98.8±19.7	98.7±17.0
	2.0	9.0~15	7.3	0.6	0.7		
	9.8	1.8~13	3.7	1.8	1.9		
氯甲烷	0.5	8.9~14	5.1	0.2	0.2	100±18.9	100±20.6
	2.1	8.5~18	6.5	0.7	0.8		
	9.8	1.7~14	6.3	1.9	2.5		
氯乙烯	0.4	7.9~15	14	0.2	0.2	86.5±8.3	86.5±8.6
	2.0	6.1~14	11	0.6	0.8		
	9.5	1.9~17	12	2.3	3.8		
溴甲烷	0.4	8.7~13	8.0	0.2	0.2	97.8±22.4	97.5±22.9
	2.0	3.8~12	4.0	0.6	0.6		
	10.0	1.7~15	7.7	2.5	3.2		
氯乙烷	0.4	8.5~17	6.6	0.2	0.2	90.3±15.2	90.0±17.5
	2.1	2.1~16	5.2	0.7	0.7		
	10.0	1.7~13	6.7	2.3	2.9		
三氯氟甲烷	0.4	8.1~14	6.7	0.2	0.2	95.7±20.3	95.3±21.8
	1.9	2.3~16	4.6	0.6	0.6		
	9.4	1.8~15	6.5	2.3	2.7		
1,1-二氯乙烯	0.4	8.3~12	4.8	0.2	0.2	100±21.8	100±22.9
	2.0	4.2~15	4.6	0.6	0.6		
	9.8	1.2~11	4.2	1.8	2.0		
二氯甲烷-d <sub>2</sub>	0.4	8.3~18	14	0.2	0.3	92.8±10.3	92.3±10.4
	2.0	8.2~14	11	0.7	0.9		
	9.6	1.8~17	9.3	2.2	3.2		
二氯甲烷	0.5	9.2~14	5.5	0.2	0.2	89.3±15.3	89.5±15.0
	2.0	3.2~14	4.5	0.6	0.6		
	10.2	1.1~14	6.8	2.3	2.9		
反-1,2-二氯乙烯	0.4	5.5~10	4.6	0.1	0.1	96.0±16.3	96.2±15.9
	2.0	2.4~14	5.2	0.5	0.6		
	9.4	1.2~9.4	2.7	1.7	1.7		

附表 C.1 固体废物方法的精密度和准确度（续表 1）

名称	总平均值 ( $\mu\text{g/kg}$ )	实验相对 标准偏差 (%)	实验室 间相对 标准偏 差 (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/kg}$ )	再现性 限 $R$ ( $\mu\text{g/kg}$ )	固体废物1 加标回收率 $\overline{p\%} \pm 2S_p^-$ (%)	固体废物2 加标回收率 $\overline{p\%} \pm 2S_p^-$ (%)
1,1-二氯乙烷	0.4	9.2~15	7.9	0.2	0.2	96.0 $\pm$ 16.9	96.0 $\pm$ 16.8
	2.0	2.3~12	4.0	0.6	0.6		
	9.9	1.3~11	4.2	1.6	1.9		
2,2-二氯丙烷	0.4	7.2~12	4.3	0.1	0.1	92.5 $\pm$ 10.9	92.5 $\pm$ 13.8
	1.9	4.3~14	6.0	0.6	0.6		
	9.5	1.5~14	4.5	2.1	2.3		
顺-1,2-二氯乙烯	0.4	8.5~12	5.1	0.2	0.2	101 $\pm$ 15.3	101 $\pm$ 19.6
	2.0	2.3~13	6.4	0.6	0.6		
	9.8	1.4~11	4.3	1.7	2.0		
溴氯甲烷	0.4	5.2~12	5.1	0.2	0.2	105 $\pm$ 25.4	106 $\pm$ 22.5
	2.0	2.2~12	5.2	0.6	0.6		
	9.9	1.7~11	2.7	1.6	1.7		
氯仿	0.5	8.2~15	13	0.2	0.3	84.3 $\pm$ 10.3	83.5 $\pm$ 10.2
	2.0	4.8~12	4.2	0.6	0.6		
	10.1	1.6~11	3.7	1.9	2.1		
1,1,1-三氯乙烷	0.4	5.7~14	4.6	0.1	0.2	93.7 $\pm$ 14.6	93.7 $\pm$ 15.1
	1.9	1.1~12	4.2	0.5	0.5		
	9.4	1.8~9.4	3.8	1.7	1.8		
四氯化碳	0.5	7.7~14	8.0	0.2	0.2	91.2 $\pm$ 14.2	90.5 $\pm$ 14.1
	2.0	4.0~15	9.8	0.6	0.8		
	9.8	0.9~9.2	7.1	1.3	2.3		
1,1-二氯丙烯	0.4	7.4~14	5.3	0.2	0.2	95.2 $\pm$ 16.3	95.2 $\pm$ 15.8
	2.0	4.1~11	3.6	0.5	0.4		
	9.9	0.8~14	5.9	2.0	2.4		
1,2-二氯乙烷	0.4	7.2~12	6.9	0.1	0.2	90.8 $\pm$ 15.9	90.7 $\pm$ 15.8
	1.9	3.9~12	4.9	0.5	0.5		
	9.5	0.8~12	5.4	1.9	2.3		
三氯乙烯	0.4	7.3~13	4.6	0.2	0.2	90.5 $\pm$ 11.4	90.0 $\pm$ 14.5
	2.0	4.2~14	5.6	0.5	0.6		
	10.0	1.7~14	4.9	2.2	2.4		
1,2-二氯丙烷	0.5	7.4~14	7.8	0.2	0.2	94.5 $\pm$ 9.5	94.3 $\pm$ 9.2
	2.1	3.2~17	6.3	0.7	0.7		
	10.2	1.7~9.4	3.4	1.8	1.9		
二溴甲烷	0.4	5.9~11	4.2	0.1	0.1	101 $\pm$ 24.1	100 $\pm$ 24.7
	2.0	2.4~13	5.4	0.5	0.6		
	9.6	1.8~13	5.1	1.9	2.2		

附表 C.1 固体废物方法的精密度和准确度（续表 2）

名称	总平均值 ( $\mu\text{g/kg}$ )	实验室内相 对标准偏差 (%)	实验室间 相对标准 偏差 (%)	重复性 限 $r(\mu\text{g/kg})$	再现性限 $R(\mu\text{g/kg})$	固体废物1 加标回收率 $\overline{p}\% \pm 2S_p^-$ (%)	固体废物2 加标回收率 $\overline{p}\% \pm 2S_p^-$ (%)
一溴二氯甲烷	0.4	7.5~12	5.3	0.2	0.2	96.8 $\pm$ 10.5	97.2 $\pm$ 13.8
	2.0	4.2~11	6.5	0.5	0.6		
	9.9	1.5~13	3.5	2.0	2.1		
顺-1,3-二氯丙烯	0.4	7.9~11	4.6	0.1	0.2	95.2 $\pm$ 19.0	94.8 $\pm$ 19.6
	2.0	2.4~17	4.2	0.6	0.6		
	9.5	1.6~13	5.3	2.1	2.4		
反-1,3-二氯丙烯	0.4	9.8~13	12	0.2	0.2	98.7 $\pm$ 19.7	99.3 $\pm$ 16.6
	2.1	3.2~13	4.7	0.6	0.6		
	10.1	1.5~9.1	4.0	1.6	1.9		
1,1,2-三氯乙烷	0.4	7.7~13	7.3	0.2	0.2	97.5 $\pm$ 22.8	97.7 $\pm$ 26.7
	2.0	4.6~16	7.3	0.7	0.7		
	9.9	1.2~15	4.8	2.3	2.5		
四氯乙烯	0.5	8.7~13	14	0.2	0.3	85.7 $\pm$ 5.3	86.0 $\pm$ 7.4
	2.1	2.1~13	12	0.6	0.9		
	10.1	1.2~14	8.8	2.4	3.4		
1,3-二氯丙烷	0.4	8.0~16	9.6	0.2	0.2	101 $\pm$ 13.3	101 $\pm$ 15.1
	1.9	2.8~14	7.5	0.6	0.7		
	9.4	1.3~11	4.0	1.6	1.8		
二溴一氯甲烷	0.4	8.3~13	6.5	0.2	0.2	97.7 $\pm$ 21.0	97.0 $\pm$ 21.4
	2.0	6.5~15	6.7	0.7	0.7		
	9.8	1.5~12	5.0	1.8	2.2		
1,2-二溴乙烷	0.4	6.0~15	9.9	0.2	0.2	95.7 $\pm$ 7.3	96.2 $\pm$ 10.3
	2.1	2.9~16	4.8	0.6	0.6		
	10.1	1.5~12	6.5	2.2	2.7		
1,1,1,2-四氯乙烷	0.4	7.7~14	6.5	0.2	0.2	105 $\pm$ 15.6	104 $\pm$ 15.6
	2.0	4.1~15	5.8	0.7	0.7		
	9.4	1.7~9.1	4.3	1.6	1.8		
溴仿	0.4	5.7~11	6.7	0.2	0.2	103 $\pm$ 16.3	103 $\pm$ 16.5
	2.0	7.0~12	5.5	0.6	0.6		
	9.8	1.7~11	4.2	1.9	2.1		
1,1,2,2-四氯乙烷	0.4	8.5~16	11	0.2	0.2	96.8 $\pm$ 13.0	98.0 $\pm$ 13.6
	2.1	6.1~13	4.1	0.6	0.6		
	10.0	1.6~11	4.7	1.6	2.0		
1,2,3-三氯丙烷	0.4	7.8~18	6.1	0.2	0.2	99.8 $\pm$ 13.4	99.8 $\pm$ 14.3
	1.9	3.6~17	6.4	0.6	0.7		
	9.4	1.8~9.7	3.5	1.5	1.6		

附表 C.1 固体废物方法的精密度和准确度（续表 3）

名称	总平均值 ( $\mu\text{g/kg}$ )	实验室内 相对标准 偏差 (%)	实验室间 相对标准 偏差 (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g/kg}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g/kg}$ )	固体废物1 加标回收率 $\overline{p}\% \pm 2S_p^-$ (%)	固体废物2 加标回收率 $\overline{p}\% \pm 2S_p^-$ (%)
1,2-二氯苯- $d_4$	0.4	6.5~15	9.6	0.2	0.2	96.2 $\pm$ 15.6	95.8 $\pm$ 17.0
	2.0	3.4~11	5.7	0.6	0.7		
	9.7	1.1~16	5.5	2.1	2.5		
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.4	7.9~12	6.2	0.2	0.2	103 $\pm$ 24.6	103 $\pm$ 24.6
	2.0	4.3~12	5.9	0.5	0.6		
	9.9	1.4~11	2.3	1.6	1.6		
六氯丁二烯	0.4	8.6~14	8.5	0.2	0.2	93.0 $\pm$ 15.1	92.8 $\pm$ 14.9
	2.0	6.1~13	6.7	0.6	0.6		
	10.0	1.4~8.8	7.0	1.7	2.5		

附表 C.2 固体废物浸出液方法的精密度和准确度

名称	总平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	固体废物1 加标回收率 $\overline{p}\% \pm 2S_p^-$ (%)	固体废物2 加标回收率 $\overline{p}\% \pm 2S_p^-$ (%)
二氯二氟甲烷	0.4	9.0~19	11	0.2	0.2	95.3±14.5	96.0±15.7
	2.0	1.8~18	9.9	0.7	0.9		
	10.0	1.6~16	8.6	2.5	3.3		
氯甲烷	0.4	8.6~19	6.3	0.1	0.2	95.5±10.0	95.5±13.0
	2.0	5.6~21	8.7	0.7	0.8		
	10.1	2.0~19	5.6	2.8	3.0		
氯乙烯	0.4	8.3~16	7.5	0.2	0.2	92.5±11.4	93.3±13.0
	1.9	1.3~18	8.5	0.7	0.8		
	9.5	1.7~10	5.2	1.6	2.1		
溴甲烷	0.4	8.1~15	15	0.2	0.3	96.8±17.0	97.5±15.3
	2.0	4.5~15	7.3	0.6	0.7		
	10.2	1.6~17	6.1	2.5	2.9		
氯乙烷	0.4	10.0~18	6.7	0.2	0.2	98.8±15.5	99.2±19.8
	2.0	3.9~15	5.6	0.7	0.7		
	10.0	1.9~12	3.1	1.8	1.9		
三氯氟甲烷	0.4	8.4~19	8.5	0.1	0.2	94.2±11.6	94.8±12.5
	1.9	4.1~16	7.2	0.6	0.7		
	9.5	1.5~13	5.2	2.0	2.3		
1,1-二氯乙烯	0.4	7.3~17	11	0.2	0.2	93.7±9.4	94.3±11.8
	2.0	4.1~18	9.9	0.7	0.9		
	10.2	1.2~14	8.3	2.4	3.2		
二氯甲烷-d <sub>2</sub>	0.4	8.1~15	9.1	0.2	0.2	100±21.8	100±28.9
	2.0	2.3~19	5.6	0.7	0.7		
	9.9	1.3~18	6.8	2.5	3.0		
二氯甲烷	0.4	8.8~19	8.8	0.2	0.2	87.5±13.3	87.8±12.9
	2.0	3.3~21	9.6	0.8	0.9		
	10.3	1.5~16	7.6	2.7	3.3		
反-1,2-二氯乙烯	0.4	8.0~19	11	0.2	0.2	95.7±11.3	96.5±13.8
	1.9	2.5~20	11	0.7	0.9		
	9.8	1.1~18	7.5	2.5	3.1		
1,1-二氯乙烷	0.4	7.3~18	20	0.2	0.3	92.5±8.6	92.5±13.1
	2.1	4.1~19	14	0.6	1.0		
	10.2	1.4~15	9.3	2.6	3.6		
2,2-二氯丙烷	0.4	9.1~21	8.8	0.2	0.2	94.8±8.2	95.8±9.9
	2.0	3.1~20	9.5	0.7	0.8		
	10.0	1.1~18	6.4	2.9	3.2		

附表 C.2 固体废物浸出液方法的精密度和准确度（续表 1）

名称	总平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	固体废物1 加标回收率 $\overline{p\%} \pm 2S_p^-$ (%)	固体废物2 加标回收率 $\overline{p\%} \pm 2S_p^-$ (%)
顺-1,2-二氯乙烯	0.4	8.2~20	8.5	0.2	0.2	94.7 $\pm$ 11.8	95.5 $\pm$ 13.6
	1.9	2.4~21	8.5	0.7	0.8		
	9.6	1.5~17	6.8	2.5	3.0		
溴氯甲烷	0.4	10.6~17	16	0.2	0.3	92.8 $\pm$ 8.6	92.8 $\pm$ 14.1
	2.0	4.5~17	7.3	0.6	0.7		
	9.9	1.5~9.5	5.6	1.6	2.2		
氯仿	0.4	9.5~16	8.8	0.2	0.2	93.2 $\pm$ 10.4	93.8 $\pm$ 14.8
	2.0	1.9~16	4.8	0.6	0.6		
	9.9	1.7~9.6	4.7	1.8	2.1		
1,1,1-三氯乙烷	0.4	8.7~15	9.2	0.2	0.2	92.5 $\pm$ 9.2	92.7 $\pm$ 11.6
	1.9	2.8~18	7.9	0.7	0.8		
	9.5	2.1~11	3.3	1.6	1.7		
四氯化碳	0.4	7.5~19	15	0.2	0.3	92.5 $\pm$ 12.2	92.5 $\pm$ 15.2
	2.0	6.6~18	10	0.7	0.9		
	10.1	1.7~15	5.7	2.3	2.6		
1,1-二氯丙烯	0.4	10.2~15	8.5	0.2	0.2	94.0 $\pm$ 10.0	94.0 $\pm$ 14.9
	2.0	2.8~19	6.8	0.7	0.8		
	10.3	1.9~20	9.2	3.0	3.9		
1,2-二氯乙烷	0.4	5.2~15	4.9	0.1	0.2	94.2 $\pm$ 10.1	94.2 $\pm$ 13.2
	1.9	4.2~19	7.0	0.7	0.7		
	9.6	1.3~12	4.9	1.8	2.2		
三氯乙烯	0.4	7.6~17	16	0.2	0.3	91.5 $\pm$ 8.6	91.7 $\pm$ 13.1
	2.0	3.4~15	6.6	0.6	0.6		
	10.2	1.2~12	5.5	2.0	2.4		
1,2-二氯丙烷	0.4	7.2~18	7.6	0.2	0.2	94.2 $\pm$ 6.9	94.2 $\pm$ 10.5
	2.0	4.5~19	8.0	0.6	0.8		
	10.2	1.2~19	8.0	2.8	3.4		
二溴甲烷	0.4	7.5~16	5.2	0.2	0.2	92.8 $\pm$ 9.8	92.8 $\pm$ 14.2
	1.9	3.7~15	5.6	0.6	0.6		
	9.7	1.7~21	9.5	3.1	3.8		
一溴二氯甲烷	0.4	7.8~16	15	0.2	0.3	90.3 $\pm$ 6.7	90.3 $\pm$ 11.6
	2.0	6.0~14	7.2	0.6	0.7		
	10.3	1.4~20	9.8	3.2	4.1		
顺-1,3-二氯丙烯	0.4	7.9~17	9.0	0.2	0.2	93.2 $\pm$ 12.1	93.2 $\pm$ 14.6
	2.0	6.2~17	5.4	0.7	0.7		
	10.2	1.3~17	8.6	2.6	3.5		

附表 C.2 固体废物浸出液方法的精密度和准确度（续表 2）

名称	总平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	固体废物1 加标回收率 $\overline{p}\% \pm 2S_p^-$ (%)	固体废物2 加标回收率 $\overline{p}\% \pm 2S_p^-$ (%)
反-1,3-二氯丙烯	0.4	8.5~14	4.5	0.1	0.2	91.7 $\pm$ 9.2	92.2 $\pm$ 11.8
	1.9	7.9~18	7.9	0.7	0.8		
	9.8	1.7~16	4.4	2.2	2.3		
1,1,2-三氯乙烷	0.5	8.0~18	7.0	0.2	0.2	92.0 $\pm$ 7.5	92.7 $\pm$ 11.0
	2.0	7.3~14	5.5	0.6	0.6		
	10.0	1.2~14	7.0	2.2	2.8		
四氯乙烯	0.4	9.6~16	12	0.2	0.2	92.7 $\pm$ 8.5	93.5 $\pm$ 11.2
	2.0	6.0~21	11	0.7	0.9		
	9.7	1.5~19	11	2.7	3.7		
1,3-二氯丙烷	0.4	8.1~15	15	0.2	0.3	92.7 $\pm$ 8.8	93.8 $\pm$ 12.7
	2.0	3.8~16	11	0.7	0.9		
	10.1	1.2~19	16	3.2	5.3		
二溴一氯甲烷	0.4	8.3~19	6.7	0.2	0.2	93.5 $\pm$ 12.0	94.0 $\pm$ 14.3
	2.0	2.1~21	6.9	0.8	0.8		
	10.2	1.7~15	7.3	2.4	3.1		
1,2-二溴乙烷	0.4	8.2~20	13	0.2	0.2	93.3 $\pm$ 11.8	94.3 $\pm$ 13.8
	2.0	2.2~19	8.3	0.7	0.8		
	9.9	1.3~15	9.1	2.2	3.2		
1,1,1,2-四氯乙烷	0.4	9.0~21	6.0	0.2	0.2	93.5 $\pm$ 11.6	94.0 $\pm$ 13.8
	1.9	4.1~20	5.6	0.7	0.9		
	9.8	1.8~18	7.3	2.6	3.1		
溴仿	0.4	8.8~18	7.5	0.2	0.2	101 $\pm$ 8.5	102 $\pm$ 9.2
	2.0	3.1~19	5.8	0.7	0.8		
	10.0	1.4~15	5.2	2.3	2.6		
1,1,2,2-四氯乙烷	0.4	8.5~19	16	0.2	0.3	95.5 $\pm$ 9.0	96.3 $\pm$ 9.8
	2.0	2.4~21	8.3	0.7	0.8		
	9.9	1.5~16	9.1	2.4	3.3		
1,2,3-三氯丙烷	0.4	8.5~18	5.9	0.2	0.2	95.0 $\pm$ 11.0	95.5 $\pm$ 14.2
	2.0	6.1~18	4.9	0.7	0.7		
	9.9	2.0~17	5.3	2.5	2.7		
1,2-二氯苯- $d_4$	0.4	8.7~19	8.0	0.2	0.2	99.3 $\pm$ 16.1	99.7 $\pm$ 20.5
	2.0	4.6~17	16	0.6	1.0		
	9.9	1.7~15	8.3	2.1	3.0		
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.4	9.5~19	9.9	0.2	0.2	95.0 $\pm$ 12.8	95.3 $\pm$ 14.2
	2.1	2.6~20	5.4	0.7	0.7		
	10.1	1.8~16	7.1	2.6	3.1		



附表 C. 2 固体废物浸出液方法的精密度和准确度（续表 3）

名称	总平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相 对标准偏差 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性 限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	固体废物1 加标回收率 $\overline{\overline{p}}\% \pm 2S_p^-$ (%)	固体废物2 加标回收率 $\overline{\overline{p}}\% \pm 2S_p^-$ (%)
六氯丁二烯	0.4	8.2~13	12	0.1	0.2	92.5±11.8	92.8±13.5
	2.0	4.3~21	12	0.8	1.0		
	9.8	1.9~18	8.5	2.9	3.5		