

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 951-2018

固体废物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法

Solid waste— Determination of semivolatile organic compounds

— Gas chromatography mass spectrometry

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版社出版的正式标准文本为准。

2018-07-29 发布

2018-12-01 实施

生态环境部 发布

目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	3
6 样品.....	3
7 分析步骤.....	6
8 结果计算与表示.....	10
9 精密度和准确度.....	12
10 质量保证和质量控制.....	12
11 注意事项.....	13
12 废物处理.....	14
附录 A （规范性附录） 方法检出限和测定下限.....	15
附录 B （资料性附录） 目标化合物的测定参考参数.....	18
附录 C （资料性附录） 方法的精密度和准确度.....	21

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，规范固体废物及其浸出液中半挥发性有机物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固体废物及其浸出液中半挥发性有机物的气相色谱-质谱法。

本标准的附录A为规范性附录，附录B~附录C为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由环境监测司、科技标准司组织制订。

本标准起草单位：河南省环境监测中心。

本标准验证单位：新乡市环境保护监测站、河南省环境科学研究院、河南出入境检验检疫局技术中心、开封市环境监测站、中国地质科学院水文地质环境地质研究所和河南省环境监测中心。

本标准生态环境部2018年7月29日批准。

本标准自2018年12月1日起实施。

本标准由生态环境部解释。

固体废物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法

警告：实验中所用的有机溶剂和标准物质为有毒有害物质，标准溶液配制及样品前处理过程应在通风橱中进行；操作时应按要求佩戴防护器具，避免直接接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定固体废物及其浸出液中半挥发性有机物的气相色谱-质谱法。

本标准适用于固体废物及其浸出液中氯代烃类、邻苯二甲酸酯类、亚硝胺类、醚类、卤醚类、酮类、苯胺类、吡啶类、喹啉类、硝基芳香烃类、酚类包括硝基酚类、有机氯农药类、多环芳烃类等 64 种半挥发性有机物的筛查和定量分析。

当固体废物（灰渣）取样量为 10 g，定容体积为 1.0 ml 时，64 种半挥发性有机物的方法检出限为 0.04~0.4 mg/kg，测定下限为 0.16~1.6 mg/kg。当固体废物（生化污泥）取样量为 2 g，定容体积为 1.0 ml 时，64 种半挥发性有机物的方法检出限为 0.3~1 mg/kg，测定下限为 1.2~4 mg/kg。

当固体废物浸出液取样体积为 100 ml，定容体积为 10.0 ml 时，64 种半挥发性有机物的方法检出限为 0.1~0.8 mg/L，测定下限为 0.4~3.2 mg/L。

固体废物及其浸出液的方法检出限和测定下限详见附录 A。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

- HJ 765 固体废物 有机物的提取 微波萃取法
- HJ 782 固体废物 有机物的提取 加压流体萃取法
- HJ 834 土壤和沉积物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法
- HJ/T 20 工业固体废物采样制样技术规范
- HJ/T 298 危险废物鉴别技术规范
- 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

固体废物和浸出液中的半挥发性有机物经提取、净化、浓缩、定容后，用气相色谱分离、质谱检测。根据质谱图、保留时间、碎片离子质荷比及其丰度定性，内标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂。实验用水为新制备的纯水或

蒸馏水。

- 4.1 丙酮 (C₃H₆O): 农残级。
- 4.2 二氯甲烷 (CH₂Cl₂): 农残级。
- 4.3 乙酸乙酯 (C₄H₈O₂): 农残级。
- 4.4 环己烷 (C₆H₁₂): 农残级。
- 4.5 二氯甲烷-丙酮混合溶剂: 1+1。

用二氯甲烷(4.2)和丙酮(4.1)按 1:1 体积比混合。

- 4.6 凝胶渗透色谱流动相。

用乙酸乙酯(4.3)和环己烷(4.4)按 1:1 体积比混合, 或按仪器说明书配制其他溶剂体系。

- 4.7 硝酸: ρ (HNO₃) = 1.42 g/ml, 优级纯。

- 4.8 硝酸溶液: 1+1。

用硝酸(4.7)和水按 1:1 体积比混合配制。

- 4.9 氯化钠 (NaCl): 优级纯。

置于马弗炉中 400℃烘烤 4 h, 冷却后装入具塞磨口玻璃瓶中密封, 置于干燥器中保存。

- 4.10 半挥发性有机物标准贮备液: ρ = 1000~5000 mg/L。可直接购买市售有证标准溶液。

- 4.11 半挥发性有机物标准使用液: ρ = 200~500 mg/L。

用二氯甲烷-丙酮混合溶剂(4.5)对半挥发性有机物标准贮备液(4.10)稀释配制, 并混匀。

- 4.12 内标贮备液: ρ = 5000 mg/L。

选用 1,4-二氯苯-d₄、萘-d₈、蒽-d₁₀、菲-d₁₀、蒾-d₁₂ 和芘-d₁₂ 作为内标。可直接购买市售有证标准溶液。亦可选用其他性质相近的半挥发性有机物作内标。

- 4.13 内标使用液: ρ = 200~500 mg/L。

用二氯甲烷-丙酮混合溶剂(4.5)稀释内标贮备液(4.12), 并混匀。

- 4.14 替代物标准贮备液: ρ = 1000~5000 mg/L。

选用苯酚-d₆、2-氟苯酚、2,4,6-三溴苯酚、硝基苯-d₅、2-氟联苯、4,4'-三联苯-d₁₄ 作为替代物。可直接购买市售有证标准溶液。

- 4.15 替代物标准使用液: ρ = 200~500 mg/L。

用二氯甲烷-丙酮混合溶剂(4.5)稀释替代物标准贮备液(4.14), 并混匀。

- 4.16 十氟三苯基膦 (DFTPP) 标准溶液: ρ = 50 mg/L。

可直接购买市售有证标准溶液。其他浓度用二氯甲烷(4.2)稀释成 50 mg/L 浓度。

- 4.17 凝胶渗透色谱校准标准溶液。

含玉米油(25 mg/ml)、邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(1 mg/ml)、甲氧滴滴涕(200 mg/L)、芘(20 mg/L)和硫(80 mg/L)的混合溶液。可直接购买市售有证标准溶液。

- 4.18 干燥剂: 优级纯无水硫酸钠 (Na₂SO₄) 或粒状硅藻土 150~250 μ m (100~60 目)。

在马弗炉中 400℃烘烤 4 h, 冷却后装入具塞磨口玻璃瓶中密封, 于干燥器中保存。

- 4.19 层析柱: 内径 20 mm, 长 10~20 cm, 具聚四氟乙烯活塞, 材质为玻璃或其他同等性能材料。

4.20 石英砂：150~830 μm（100~20 目）。

置于马弗炉中 400℃烘烤 4 h，冷却后装入具塞磨口玻璃瓶中密封保存。

4.21 玻璃棉或玻璃纤维滤膜。

使用前用二氯甲烷（4.2）浸洗，待二氯甲烷挥发后，贮于具塞磨口玻璃瓶中密封保存。

4.22 玻璃纤维或天然纤维材质套筒。

使用前将玻璃纤维套筒置于马弗炉中 400℃烘烤 4 h，天然纤维套筒用与样品提取相同的溶剂经超声或索氏提取处理。

4.23 高纯氮气：纯度≥99.999%。

4.24 高纯氦气：纯度≥99.999%。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱仪：具有电子轰击源（EI 源）。

5.2 色谱柱：石英毛细管柱，30 m×0.25 mm×0.25 μm，固定相为 5%苯基-95%甲基聚硅氧烷，或其他等效的毛细管色谱柱。

5.3 提取装置：索氏提取器或加压流体萃取仪等性能相当的设备。

5.4 凝胶渗透色谱仪：具 254 nm 固定波长紫外检测器，填充凝胶填料的净化柱。

5.5 浓缩装置：氮吹浓缩仪、旋转蒸发仪或其他浓缩装置。

5.6 真空冷冻干燥仪：空载真空度达 13 Pa 以下。

5.7 固相萃取装置。

5.8 翻转式振荡仪。

5.9 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品采集和保存

按照 HJ/T 20 和 HJ/T 298 的相关规定进行固体废物样品的采集和保存。样品应于洁净的具塞磨口棕色玻璃瓶中保存。运输过程中应密封、避光、4℃以下冷藏。运至实验室后，若不能及时分析，应于 4℃以下冷藏、避光、密封保存，保存时间不超过 10 d。

6.2 样品的制备

6.2.1 固体废物浸出液的制备

固体废物浸出液的制备按照 HJ/T 299 或 HJ/T 300 的相关规定执行。

6.2.2 固体废物样品的制备

固体废物样品的制备按照 HJ 782 或 HJ 765 的相关规定执行。

6.3 试样的制备

6.3.1 固体废物浸出液试样的制备

6.3.1.1 萃取

取 100 ml 固体废物浸出液（6.2.1）转入合适体积的分液漏斗中，加入 8~20 μl 的替代物标准使用液（4.15）和适量氯化钠（4.9），再加入 20 ml 二氯甲烷（4.2），充分振荡、静置分层后，有机相经装有适量无水硫酸钠（4.18）的漏斗进行脱水，收集有机相于浓缩瓶中，再重复萃取一次，合并有机相，用少量二氯甲烷（4.2）反复洗涤漏斗和硫酸钠层 2~3 次，合并有机相，待浓缩。

注 1：如果浸出液浓度较高可适当减少取样量。

注 2：萃取过程如出现乳化现象，可通过冷冻和搅拌等方法破乳。

6.3.1.2 浓缩

使用氮吹浓缩仪时应在室温条件下，开启氮气至溶剂表面有气流波动（避免形成气涡），用二氯甲烷（4.2）多次洗涤氮吹过程中已露出的浓缩器壁，将萃取液浓缩到 5 ml 左右，无需净化时，全部转移，加入适量内标使用液（4.13）（加入量应使定容后内标浓度和校准曲线中内标浓度一致），定容于 10.0 ml，混匀，待测。如需净化，继续浓缩至 1 ml，待净化。

亦可使用其他同等效果的浓缩方法。

注：当选用凝胶渗透色谱法净化时，浓缩至约 1ml 时，需加入约 5 ml 凝胶渗透色谱流动相（4.6）进行溶剂转换，再浓缩至约 1 ml，待净化。

6.3.1.3 净化

萃取液颜色较深，需要净化。

当分析的目的是筛查全部半挥发性有机物时，应选用凝胶渗透色谱净化方法或其他等效净化方法。凝胶渗透色谱净化方法操作步骤按照 6.3.2.3.3 中 a) 凝胶渗透色谱净化进行。

当分析多环芳烃、有机氯农药等特定半挥发性有机物时，可采用含有不同吸附剂的层析柱（4.19）进行净化。详细操作步骤按照 6.3.2.3.3 中 b) 层析柱净化进行。

6.3.2 固体废物试样的制备

6.3.2.1 水性液态固体废物

称取 10.0 g（精确到 0.01 g）样品，加入 90 ml 水，混匀后全部转入分液漏斗中，其余步骤按照 6.3.1.1 至 6.3.1.3 步骤进行。

6.3.2.2 油状液态固体废物

称取适量或 10.0 g（精确到 0.01 g）样品，加入适量二氯甲烷（4.2）至样品完全溶解，混匀后全部转入分液漏斗中，加 100 ml 水，其余步骤按照 6.3.1.1 至 6.3.1.3 步骤进行。

6.3.2.3 固态和半固态固体废物

6.3.2.3.1 提取

提取方法可选择索氏提取、加压流体萃取、微波萃取或其他等效萃取方法。萃取溶剂为二氯甲烷-丙酮混合溶剂（4.5）。

a) 索氏提取：将脱水后的固体废物样品（6.2.2）全部转入玻璃纤维或天然纤维材质套筒（4.22）中，加入曲线中间点附近浓度的替代物标准使用液（4.15），将套筒小心置于索氏提取器回流管中，在圆底溶剂瓶中加入 100 ml 二氯甲烷-丙酮混合溶剂（4.5），提取 16~18 h，回流速度控制在 4~6 次/h。提取完毕，取出圆底溶剂瓶，待浓缩。

b) 加压流体萃取：按照 HJ 782 步骤进行提取。

c) 微波萃取：按照 HJ 765 步骤进行提取。

注 1：有机物含量较高的固体废物样品可适当减少取样量。

注 2：如果提取液存在明显水分，需要进一步过滤和脱水。在玻璃漏斗上垫一层玻璃棉或玻璃纤维滤膜（4.21），加入约 5 g 无水硫酸钠（4.18），将提取液过滤至浓缩器皿中。再用少量二氯甲烷-丙酮混合溶剂（4.5）洗涤提取容器 3 次，洗涤液并入漏斗中过滤，最后再用少量二氯甲烷-丙酮混合溶剂（4.5）冲洗漏斗，全部收集至浓缩器皿中，待浓缩。

6.3.2.3.2 浓缩

需要浓缩时，推荐使用以下两种浓缩方法。其他方法经验证满足要求也可使用。

a) 氮吹

按照 6.3.1.2 中氮吹浓缩的操作步骤执行。

b) 旋转蒸发

加热温度根据溶剂沸点设置在 30~60°C，将提取液（6.3.2.3.1）浓缩至 10 ml，停止浓缩。用一次性滴管将浓缩液转移至具刻度浓缩器皿中，并用少量二氯甲烷-丙酮混合溶剂（4.5）将旋转蒸发瓶底部冲洗 2 次，合并全部的浓缩液，再用氮吹浓缩（6.3.1.2）后，加入适量内标使用液（4.13）（加入量应使定容后内标浓度和校准曲线中内标浓度保持一致）混匀，定容至 1.0 ml（亦可定容至 10.0 ml），待测。如需净化，继续浓缩至 1~2 ml，待净化。

注：当后续净化步骤选用凝胶渗透色谱法时，用氮吹将提取液浓缩至 5 ml 以下，加入约 10 ml 凝胶渗透色谱流动相（4.6），浓缩至 1~2 ml，待净化。

6.3.2.3.3 净化

需要净化时，当分析的目的是筛查全部半挥发性有机物时，应选用凝胶渗透色谱净化方法或其他等效净化方法。

a) 凝胶渗透色谱净化

1) 凝胶渗透色谱柱的校准

按照仪器说明书对凝胶渗透色谱柱进行校准，得到的色谱峰应满足以下条件：所有峰形均匀对称；玉米油和邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯的色谱峰之间分辨率大于 85%；邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯和甲氧滴滴涕的色谱峰之间分辨率大于 85%；甲氧滴滴涕和萘的色谱峰之间分辨率大于 85%；萘和硫的色谱峰不能重叠，基线分离大于 90%。

2) 确定收集时间

半挥发性有机物的初步收集时间限定在玉米油出峰后至硫出峰前，茛洗脱出以后，立即停止收集。然后用半挥发性有机物标准使用液（4.11）直接进样获得标准谱图，根据标准谱图确定起始和停止收集时间，测定其回收率。确定的收集时间应保证目标物回收率 $\geq 90\%$ 。

3) 上机净化

按照确定后的收集时间将浓缩后提取液依次放置好，编程后开启仪器自动净化、收集流出液，再次浓缩（6.3.2.3.2）后，加入适量内标使用液（4.13）（加入量应使定容后内标浓度和校准曲线中内标浓度保持一致），定容至 1.0 ml（亦可定容至 10.0 ml），混匀，待测。

b) 层析柱净化

当分析特定半挥发性有机物时，如多环芳烃、有机氯农药等，可采用含有不同吸附剂的层析柱（4.19）进行净化，具体操作步骤按照 HJ 834 中附录 B 执行。收集淋洗液，待再次浓缩（6.3.2.3.2）后，加入适量内标使用液（4.13）（加入量应使定容后内标浓度和校准曲线中内标浓度保持一致），定容至 1.0 ml（亦可定容至 10.0 ml），混匀，待测。

6.4 空白试样的制备

6.4.1 固体废物浸出液空白试样

用石英砂（4.20）代替实际样品，按照与固体废物浸出液样品制备（6.2.1）和固体废物浸出液试样制备（6.3.1）的相同步骤制备空白试样。

6.4.2 固体废物空白试样

用石英砂（4.20）代替实际样品，按照与固体废物试样制备（6.3.2）的相同步骤制备空白试样。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 气相色谱参考条件

进样口：温度 280℃，不分流。

进样量：1.0 μl 。

柱流量：1.0 ml/min（恒流）。

柱温：35℃开始保持 2 min；以 15℃/min 升温至 150℃，保持 5 min；以 3℃/min 升温至 290℃，保持 2 min。

7.1.2 质谱参考条件

电子轰击源：EI；

离子源温度：230℃；

离子化能量：70 eV；

接口温度：280℃；

四级杆温度：150℃

质量扫描范围：35~450 amu；

溶剂延迟时间：5 min。

数据采集方式：全扫描模式（SCAN）或选择离子扫描模式（SIM）。

7.2 校准

7.2.1 质谱性能检查

每次分析前，应进行质谱自动调谐，再将气相色谱和质谱仪设定至分析方法要求的仪器条件，并处于待机状态，通过气相色谱进样口直接注入 1.0 μl 十氟三苯基膦（DFTPP）标准溶液（4.16），得到十氟三苯基膦质谱图，其质量碎片的离子丰度应全部符合表 1 中的要求，否则需清洗质谱仪离子源。

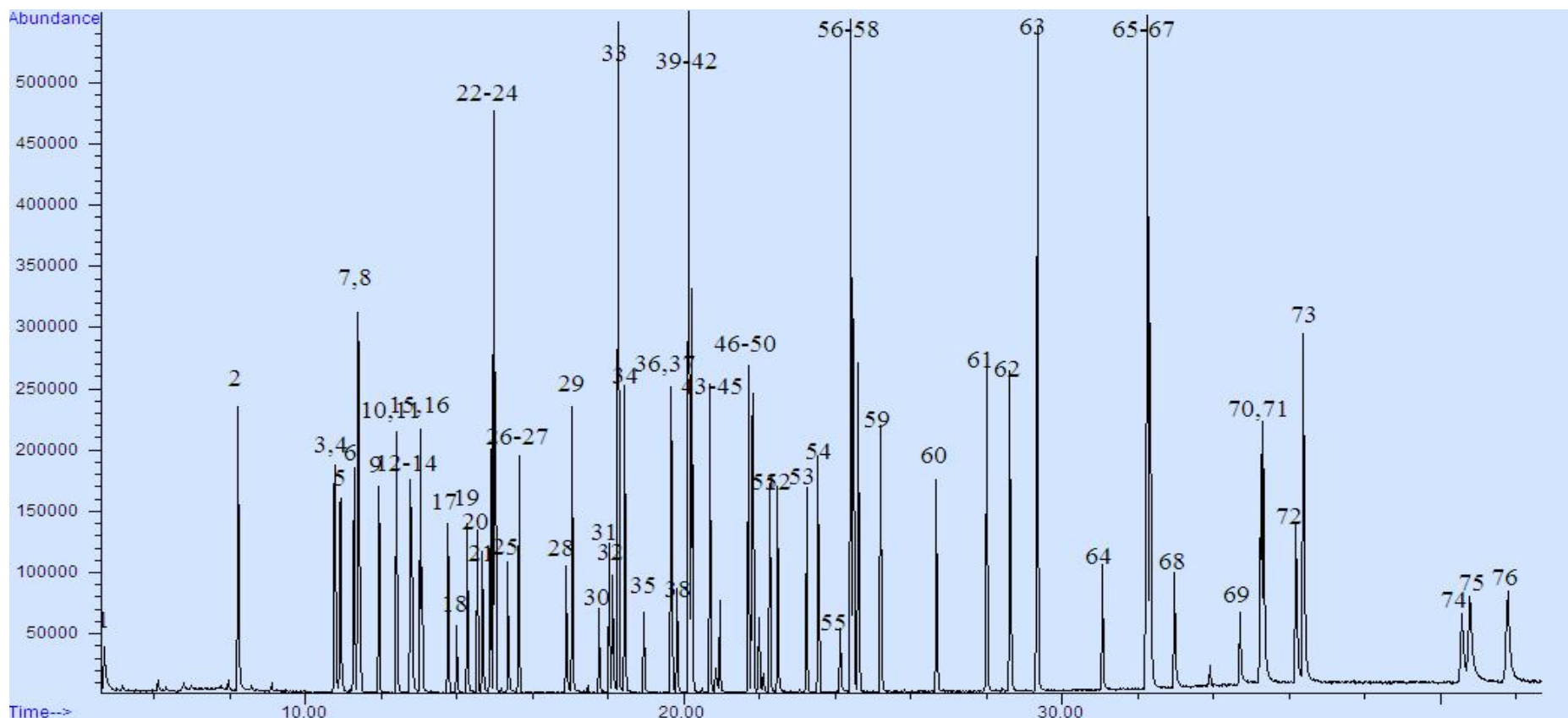
表 1 十氟三苯基膦（DFTPP）关键离子及离子丰度评价

质荷比 (m/z)	相对丰度规范	质荷比 (m/z)	相对丰度规范
51	198 峰（基峰）的 30%-60%	199	198 峰的 5%-9%
68	小于 69 峰的 2%	275	基峰的 10%-30%
70	小于 69 峰的 2%	365	大于基峰的 1%
127	基峰的 40%-60%	441	存在且小于 443 峰
197	小于 198 峰的 1%	442	基峰或大于 198 峰的 40%
198	基峰，丰度 100%	443	442 峰的 17%-23%

7.2.2 校准曲线的建立

取 5 个 5 ml 容量瓶，预先加入 2 ml 二氯甲烷（4.2），分别量取适量的半挥发性有机物标准使用液（4.11）、替代物标准使用液（4.15）和内标使用液（4.13），用二氯甲烷（4.2）定容后混匀，配制成 5 个质量浓度点的标准系列，目标物及替代物的质量浓度依次为 5.0 $\mu\text{g/ml}$ 、10.0 $\mu\text{g/ml}$ 、20.0 $\mu\text{g/ml}$ 、40.0 $\mu\text{g/ml}$ 、50.0 $\mu\text{g/ml}$ ，内标质量浓度均为 40.0 $\mu\text{g/ml}$ 。按照仪器参考条件（7.1），从低浓度到高浓度依次进样分析。以目标化合物质量浓度为横坐标；以目标化合物与内标化合物定量离子响应值的比值和内标化合物质量浓度的乘积为纵坐标，建立校准曲线。

在本标准推荐的仪器参考条件下，目标物的总离子流色谱图见图 1。



1. N-亚硝基二甲胺 ; 2. 2-氟苯酚(替代物); 3. 苯酚-d₆(替代物); 4. 苯酚; 5. 二(2-氯乙基)醚; 6. 2-氯苯酚; 7. 1,3-二氯苯; 8. 1,4-二氯苯-d₄(内标 1); 9. 1,4-二氯苯; 10. 1,2-二氯苯; 11. 2-甲基苯酚; 12. 二(2-氯异丙基)醚; 13. 六氯乙烷; 14. N-亚硝基二正丙胺; 15. 4-甲基苯酚; 16. 硝基苯-d₅(替代物); 17. 硝基苯; 18. 异佛尔酮; 19. 2-硝基苯酚; 20. 2,4-二甲苯酚; 21. 二(2-氯乙氧基) 甲烷; 22. 2,4-二氯苯酚; 23. 1,2,4-三氯苯; 24. 萘-d₈(内标 2); 25. 萘; 26. 4-氯苯胺; 27. 六氯-1,3-丁二烯; 28. 4-氯-3-甲基苯酚; 29. 2-甲基萘; 30. 六氯环戊二烯; 31. 2,4,6-三氯苯酚; 32. 2,4,5-三氯苯酚; 33. 2-氟联苯(替代物); 34. 2-氯萘; 35. 2-硝基苯胺; 36. 萘烯; 37. 邻苯二甲酸二甲酯; 38. 2,6-二硝基甲苯; 39. 萘-d₁₀(内标 3); 40. 3-硝基苯胺; 41. 2,4-二硝基苯酚; 42. 萘; 43. 二苯并呋喃; 44. 4-硝基苯酚; 45. 2,4-二硝基甲苯; 46. 苄; 47. 邻苯二甲酸二乙酯; 48. 4-氯苯基-苯基醚; 49. 4-

硝基苯胺；50. 4,6-二硝基-2-甲基苯酚；51. 偶氮苯；52. 2,4,6-三溴苯酚(替代物)；53. 4-溴苯基-苯基醚；54. 六氯苯；55. 五氯苯酚；56. 菲-d₁₀ (内标 4)；57. 菲；58. 蒽；59. 咪唑；60. 邻苯二甲酸二正丁酯；61. 荧蒽；62. 芘；63. 4,4'-三联苯-d₁₄(替代物)；64. 邻苯二甲酸丁基苄基酯；65. 苯并 [a] 蒽；66. 蒎-d₁₂ (内标 5)；67. 蒎；68. 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯；69. 邻苯二甲酸二正辛酯；70. 苯并 [b] 荧蒽；71. 苯并 [k] 荧蒽；72. 苯并 [a] 芘；73. 芘-d₁₂ (内标 6)；74. 茚并 [1,2,3,-cd] 芘；75. 二苯并 [a,h] 蒽；76. 苯并 [g,h,i] 芘。

图 1 半挥发性有机物标准样品的总离子流色谱图

7.3 试样测定

按照与校准曲线的建立（7.2.2）相同的仪器分析条件进行试样（6.3）的测定。

7.4 空白试验

按照与试样测定（7.3）相同的仪器分析条件进行空白试样（6.4）的测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

通过样品中目标物与标准系列中目标物的保留时间、质谱图、碎片离子质荷比及其丰度等信息比较，对目标物进行定性。应多次分析标准溶液得到目标物的保留时间均值，以平均保留时间±3倍的标准偏差为保留时间窗口，样品中目标物的保留时间应在其范围内。

目标物标准质谱图中相对丰度高于30%的所有离子应在样品质谱图中存在，样品质谱图和标准质谱图中上述特征离子的相对丰度偏差应在±30%之内。分子离子峰，即使其相对丰度低于30%，也应该作为判别化合物的依据。

对没有标准物质或纯品的半挥发性有机物，可通过全扫描质谱图与NIST标准谱库谱图检索进行定性分析，需满足以下三个条件：（1）分子离子峰应出现在样品质谱图中；（2）标准质谱图中相对丰度高于30%的特征离子应在样品质谱图中存在；（3）谱库检索可信度至少大于70%。定性结果仅适用于污染初步定性，并在报告中给出结果的可信度。如果实际样品存在明显的背景干扰，应扣除背景影响。

8.2 定量分析

在对目标物定性判断的基础上，根据定量离子的峰面积或峰高，采用内标法进行定量。当样品中目标化合物的定量离子有干扰时，可使用辅助离子定量。定量离子、辅助离子参见附录B。

8.3 结果计算

8.3.1 平均相对响应因子（ \overline{RRF} ）的计算

校准系列第*i*点中目标化合物的相对响应因子（ RRF_i ），按照式（1）计算。

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

式中： RRF_i ——校准曲线系列中第*i*点目标化合物的相对响应因子；

A_i ——校准曲线系列中第*i*点目标化合物定量离子的响应值；

A_{ISi} ——校准曲线系列中第*i*点与目标化合物相对应内标定量离子的响应值；

ρ_{ISi} ——校准曲线系列中内标物的质量浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；

ρ_i ——校准曲线系列中第*i*点目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/ml}$ 。

校准系列中目标化合物的平均相对响应因子 \overline{RRF} ，按照式（2）计算。

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

式中： \overline{RRF} ——校准曲线系列中目标化合物的平均相对响应因子；
 RRF_i ——校准曲线系列中第*i*点目标化合物的相对响应因子；
n——校准曲线系列点数。

8.3.2 固体废物浸出液结果计算

固体废物浸出液中的目标化合物质量浓度 ρ （ $\mu\text{g/L}$ ），按照式（3）进行计算。

$$\rho = \frac{A_x \times \rho_{Is} \times V_i}{A_{Is} \times \overline{RRF} \times V_x} \quad (3)$$

式中： ρ ——固体废物浸出液中目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
 A_x ——试样中目标化合物定量离子的峰面积；
 A_{Is} ——试样中内标化合物定量离子的峰面积；
 ρ_{Is} ——试样中内标的质量浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；
 \overline{RRF} ——校准曲线中目标化合物的平均相对响应因子；
 V_i ——试样定容体积， ml ；
 V_x ——浸出液取样体积， L 。

8.3.3 固体废物结果计算

固体废物中的目标化合物含量 w （ mg/kg ），按照式（4）进行计算。

$$w = \frac{A_x \times \rho_{Is} \times V_x}{A_{Is} \times \overline{RRF} \times m} \quad (4)$$

式中： w ——固体废物中的目标化合物含量， mg/kg ；
 A_x ——试样中目标化合物定量离子的峰面积；
 A_{Is} ——试样中内标化合物定量离子的峰面积；
 ρ_{Is} ——试样中内标的质量浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；
 \overline{RRF} ——校准曲线系列中目标化合物的平均相对响应因子；
 V_x ——试样定容体积， ml ；
 m ——样品的称取量（湿重）， g 。

8.4 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致，最多保留三位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

6家实验室分别对10g灰渣添加液态标准物质制成浓度含量为0.50 mg/kg、1.0 mg/kg和2.0 mg/kg的固体废物样品进行了6次重复测定，实验室内相对标准偏差范围分别为4.0%~28%，3.0%~27%和2.0%~30%；实验室间相对标准偏差分别为8.0%~30%，5.0%~23%和8.0%~24%；重复性限范围分别为0.09~0.2 mg/kg，0.1~0.3 mg/kg，0.2~0.6 mg/kg；再现性限范围分别为0.1~0.4 mg/kg，0.2~0.6 mg/kg，0.4~0.87 mg/kg。

6家实验室分别对2g生化污泥添加液态标准物质制成浓度含量为2.5 mg/kg、5.0 mg/kg和10.0 mg/kg的固体废物样品进行了6次重复测定，实验室内相对标准偏差分别为3.8%~27%，3.8%~26%和2.3%~27%；实验室间相对标准偏差分别为10%~25%、9.0%~29%和7.0%~19%；重复性限范围分别为0.4~0.8 mg/kg、0.8~1.7 mg/kg和1.2~3.4 mg/kg，再现性限范围分别为0.6~1.4 mg/kg，1.0~2.8 mg/kg，2~5.2 mg/kg。

1家实验室对100 ml生化污泥浸出液添加液态标准物质制成浓度含量为2.0 mg/L的样品进行6次重复测定，实验室内相对标准偏差范围分别为1.5%~26%。

9.2 准确度

6家实验室对10g灰渣添加液态标准物质制成浓度含量为1.0 mg/kg的样品进行了6次重复测定，加标回收率范围为36.0%~124%，加标回收率的最终值为56.0%±12%~97.0%±18%。

6家实验室对2g生化污泥添加液态标准物质制成浓度含量为5.0 mg/kg的样品进行了6次重复测定，加标回收率范围为48.0%~143%，加标回收率的最终值为64.0%±18%~97.0%±18%。

1家实验室对100 ml生化污泥浸出液添加液态标准物质制成浓度含量为2.0 mg/L的样品进行6次重复测定，加标回收率范围为44.4%~104%。

精密度和准确度数据参见附录C。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）须做一个空白试验，测定结果中目标物浓度不应超过方法检出限。

10.2 校准

分析之前应进行系统性能检查，保证校准曲线达到最小的平均响应因子。半挥发性化合物，用一些较为活跃的化合物来检查，如N-亚硝基二正丙胺、六氯环戊二烯、2,4-二硝基苯酚及4-硝基酚。上述化合物最小的可接受平均响应因子为0.05。计算每种目标化合物的平均相对响应因子，校准曲线中目标化合物相对响应因子的相对标准偏差应≤20%，否则应

进行必要的维护。

连续分析时，每 24 h 分析一次校准曲线中间浓度点，其测定结果与理论浓度值相对误差应在±20%内。否则，须重新绘制校准曲线。

10.3 平行样

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应分析一个平行样，平行样测定结果相对偏差应小于 30%。

10.4 基体加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应分析一个基体加标样品。固体废物加标样品回收率控制范围为 35%~150%。浸出液加标样品回收率控制范围为 40%~110%。

10.5 替代物的回收率

实验室应建立替代物加标回收控制图，按同一批样品（20 至 30 个样品）进行统计，剔除离群值，计算替代物的平均回收率 \bar{p} 及相对标准偏差 s ，应控制在 $\bar{p} \pm 3s$ 内。

10.6 仪器性能检查

10.6.1 用 2 ml 试剂瓶装入未经浓缩的二氯甲烷（4.2），按照样品分析的仪器条件做一个空白，TIC 谱图中应没有干扰物。干扰较多或浓度较高的样品分析后也应做一个这样的空白检查，如果出现较多的干扰峰或高温区出现干扰峰或流失过多，应检查污染来源，必要时采取更换衬管、清洗离子源或保养、更换色谱柱等措施。

10.6.2 进样口惰性检查：滴滴涕（DDT）到滴滴伊（DDE）和滴滴滴（DDD）的降解率或异狄氏剂的降解率应不超过 15%。如果 DDT 衰减过多或出现较差的色谱峰，则需要清洗或更换进样口，同时还要截取毛细管前端的 5 cm，重新校准。

DDT 和异狄氏剂的降解率，按式（5）、式（6）进行计算：

$$\text{滴滴涕的降解率 \%} = \frac{(\text{DDE} + \text{DDD}) \text{ 的检出量 (ng)}}{(\text{DDT} + \text{DDE} + \text{DDD}) \text{ 的检出量 (ng)}} \times 100\% \quad (5)$$

$$\text{异狄氏剂的降解率 \%} = \frac{(\text{异狄氏剂醛} + \text{异狄氏剂酮}) \text{ 的检出量 (ng)}}{(\text{异狄氏剂} + \text{异狄氏剂醛} + \text{异狄氏剂酮}) \text{ 的检出量 (ng)}} \times 100\% \quad (6)$$

11 注意事项

11.1 半挥发性有机物中属于较易挥发的那部分化合物（如苯酚、萘、硝基苯）在浓缩时会有损失。采用氮吹浓缩时应注意控制氮气流速，不要有明显涡流；采用其它浓缩方式时，应控制好加热的温度或真空度。

11.2 本方法的操作步骤更加适合全面筛查半挥发性有机物，当分析目的为某一类特定半挥发性有机物时，应优先使用已经颁布的特定半挥发性有机物的标准方法进行更有针对性分析。亦可在本方法的定性筛查基础上，选择灵敏度更高的检测器进行定量分析。

12 废物处理

实验中产生的废物应分类收集，并送具有资质的单位集中处理。

附录 A
(规范性附录)
方法检出限和测定下限

表 A.1 和表 A.2 给出了目标化合物的方法检出限和测定下限。

表 A.1 典型固体废物的方法检出限和测定下限

序号	名称	灰渣 (10 g)		生化污泥 (2 g)	
		检出限/ (mg/kg)	测定下限/ (mg/kg)	检出限/ (mg/kg)	测定下限/ (mg/kg)
1	N-亚硝基二甲胺	0.06	0.24	1	4
2	2-氟苯酚 (替代物)	0.09	0.36	0.3	1.2
3	苯酚-d ₆ (替代物)	0.09	0.36	0.4	1.6
4	苯酚	0.1	0.4	0.5	2.0
5	二 (2-氯乙基) 醚	0.06	0.24	0.4	1.6
6	2-氯苯酚	0.09	0.36	0.4	1.6
7	1,3-二氯苯	0.04	0.16	0.4	1.6
8	1,4-二氯苯	0.05	0.20	0.4	1.6
9	1,2-二氯苯	0.05	0.20	0.3	1.2
10	2-甲基苯酚	0.08	0.32	0.7	2.8
11	二 (2-氯异丙基) 醚	0.04	0.16	0.4	1.6
12	六氯乙烷	0.05	0.20	0.4	1.6
13	N-亚硝基二正丙胺	0.08	0.32	0.4	1.6
14	4-甲基苯酚	0.06	0.24	0.8	3.2
15	硝基苯-d ₅ (替代物)	0.05	0.20	0.4	1.6
16	硝基苯	0.05	0.20	0.3	1.2
17	异佛尔酮	0.06	0.24	0.4	1.6
18	2-硝基苯酚	0.08	0.32	0.6	2.4
19	2,4-二甲基苯酚	0.2	0.8	0.7	2.8
20	二 (2-氯乙氧基) 甲烷	0.05	0.20	0.3	1.2
21	2,4-二氯苯酚	0.07	0.28	0.5	2.0
22	1,2,4-三氯苯	0.05	0.20	0.3	1.2
23	萘	0.05	0.20	0.4	1.6
24	4-氯苯胺	0.06	0.24	0.3	1.2
25	六氯-1,3-丁二烯	0.05	0.20	0.3	1.2
26	4-氯-3-甲基苯酚	0.05	0.20	0.6	2.4
27	2-甲基萘	0.06	0.24	0.4	1.6
28	六氯环戊二烯	0.08	0.32	0.5	2
29	2,4,6-三氯苯酚	0.2	0.8	0.6	2.4
30	2,4,5-三氯苯酚	0.2	0.8	0.7	2.8
31	2-氟联苯 (替代物)	0.03	0.12	0.4	1.6
32	2-氯萘	0.04	0.16	0.3	1.2

序号	名称	灰渣 (10 g)		生化污泥 (2 g)	
		检出限/ (mg/kg)	测定下限/ (mg/kg)	检出限/ (mg/kg)	测定下限/ (mg/kg)
33	2-硝基苯胺	0.2	0.8	0.9	3.6
34	茚烯	0.05	0.20	0.5	2.0
35	邻苯二甲酸二甲酯	0.08	0.32	0.6	2.4
36	2,6-二硝基甲苯	0.07	0.28	0.9	3.6
37	3-硝基苯胺	0.2	0.8	0.8	3.2
38	2,4-二硝基苯酚	0.3	1.2	1	4
39	茈	0.08	0.32	0.3	1.2
40	二苯并呋喃	0.06	0.24	0.4	1.6
41	4-硝基苯酚	0.3	1.2	0.8	3.2
42	2,4-二硝基甲苯	0.1	0.4	0.7	2.8
43	芴	0.06	0.24	0.5	2.0
44	邻苯二甲酸二乙酯	0.08	0.32	0.8	3.2
45	4-氯苯基-苯基醚	0.05	0.20	1	4
46	4-硝基苯胺	0.08	0.32	0.5	2.0
47	4,6-二硝基-2-甲基苯酚	0.4	1.6	1	4
48	偶氮苯	0.1	0.4	0.5	2.0
49	2,4,6-三溴苯酚 (替代物)	0.1	0.4	0.7	2.8
50	4-溴苯基-苯基醚	0.06	0.24	0.6	2.4
51	六氯苯	0.05	0.20	0.4	1.6
52	五氯苯酚	0.3	1.2	0.8	3.2
53	菲	0.06	0.24	0.6	2.4
54	蒽	0.06	0.24	0.5	2.0
55	喹唑	0.09	0.36	0.8	3.2
56	邻苯二甲酸二正丁酯	0.1	0.4	0.8	3.2
57	荧蒽	0.08	0.32	0.7	2.8
58	芘	0.06	0.24	0.7	2.8
59	4,4'-三联苯-d ₁₄ (替代物)	0.09	0.36	0.6	2.4
60	邻苯二甲酸丁基苯基酯	0.1	0.4	0.7	2.8
61	苯并[a]蒽	0.2	0.8	0.9	3.6
62	蒎	0.1	0.4	0.8	3.2
63	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	0.2	0.8	1	4
64	邻苯二甲酸二正辛酯	0.1	0.4	1	4
65	苯并[b]荧蒽	0.2	0.8	0.9	3.6
66	苯并[k]荧蒽	0.3	1.2	0.8	3.2
67	苯并[a]芘	0.2	0.8	1	4
68	茚并[1,2,3-cd]芘	0.3	1.2	1	4
69	二苯并[a,h]蒽	0.2	0.8	1	4
70	苯并[g,h,i]芘	0.2	0.8	0.9	3.6

注：上述数据为灰渣和生化污泥样品加标，经加压流体萃取、旋转蒸发和氮吹浓缩、凝胶渗透色谱净化、定容至 1.0 ml，全扫描检测方式分析获得。

表 A.2 典型固体废物浸出液的方法检出限和测定下限

出峰 顺序	名称	检出限/ (mg/L)	测定下限/ (mg/L)	出峰 顺序	名称	检出限/ (mg/L)	测定下限/ (mg/L)
1	N-亚硝基二甲胺	0.1	0.4	36	2,6-二硝基甲苯	0.2	0.8
2	2-氟苯酚(替代物)	0.2	0.8	37	3-硝基苯胺	0.2	0.8
3	苯酚-d ₆ (替代物)	0.2	0.8	38	2,4-二硝基苯酚	0.2	0.8
4	苯酚	0.2	0.8	39	茚	0.2	0.8
5	二(2-氯乙基)醚	0.2	0.8	40	二苯并呋喃	0.1	0.4
6	2-氯苯酚	0.8	3.2	41	4-硝基苯酚	0.1	0.4
7	1,3-二氯苯	0.2	0.8	42	2,4-二硝基甲苯	0.1	0.4
8	1,4-二氯苯	0.4	1.6	43	芴	0.1	0.4
9	1,2-二氯苯	0.2	0.8	44	邻苯二甲酸二乙酯	0.2	0.8
10	2-甲基苯酚	0.2	0.8	45	4-氯苯基-苯基醚	0.5	2.0
11	二(2-氯异丙基)醚	0.2	0.8	46	4-硝基苯胺	0.2	0.8
12	六氯乙烷	0.2	0.8	47	4,6-二硝基-2-甲酚	0.1	0.4
13	N-亚硝基二正丙胺	0.3	1.2	48	偶氮苯	0.1	0.4
14	4-甲基苯酚	0.2	0.8	49	2,4,6-三溴苯酚 (替代物)	0.2	0.8
15	硝基苯-d ₅ (替代物)	0.2	0.8	50	4-溴苯基-苯基醚	0.1	0.4
16	硝基苯	0.3	1.2	51	六氯苯	0.2	0.8
17	异佛尔酮	0.2	0.8	52	五氯苯酚	0.1	0.4
18	2-硝基苯酚	0.4	1.6	53	菲	0.2	0.8
19	2,4-二甲基苯酚	0.2	0.8	54	蒽	0.1	0.4
20	二(2-氯乙氧基)甲烷	0.2	0.8	55	咔唑	0.1	0.4
21	2,4-二氯苯酚	0.2	0.8	56	邻苯二甲酸二正丁酯	0.1	0.4
22	1,2,4-三氯苯	0.2	0.8	57	荧蒽	0.3	1.2
23	萘	0.2	0.8	58	芘	0.1	0.4
24	4-氯苯胺	0.2	0.8	59	4,4'-三联苯-d ₁₄ (替代物)	0.4	1.6
25	六氯-1,3-丁二烯	0.2	0.8	60	邻苯二甲酸丁基苯基 酯	0.3	1.2
26	4-氯-3-甲基酚	0.2	0.8	61	苯并[a]蒽	0.3	1.2
27	2-甲基萘	0.4	1.6	62	蒎	0.1	0.4
28	六氯环戊二烯	0.4	1.6	63	邻苯二甲酸二(2-乙 基己基)酯	0.2	0.8
29	2,4,6-三氯苯酚	0.2	0.8	64	邻苯二甲酸二正辛酯	0.2	0.8
30	2,4,5-三氯苯酚	0.2	0.8	65	苯并[b]荧蒽	0.2	0.8
31	2-氟联苯(替代物)	0.2	0.8	66	苯并[k]荧蒽	0.2	0.8
32	2-氯萘	0.2	0.8	67	苯并[a]芘	0.3	1.2
33	2-硝基苯胺	0.2	0.8	68	茚并[1,2,3-cd]芘	0.2	0.8
34	茚烯	0.1	0.4	69	二苯并[a,h]蒽	0.2	0.8
35	邻苯二甲酸二甲酯	0.2	0.8	70	苯并[g,h,i]苝	0.2	0.8

注：上述数据为生化污泥浸出液 100 ml，经液液萃取，浓缩、定容至 10.0 ml，全扫描检测方式分析获得。

附录 B

(资料性附录)

目标化合物的测定参考参数

表 B.1 按出峰顺序给出了目标化合物、内标、替代物的 CAS 号、出峰顺序、定量离子和辅助离子等测定参考参数。

表 B.1 目标化合物的出峰顺序和测定参数

序号	名称	CAS号	出峰顺序	定量内标	定量离子 (m/z)	辅助离子 (m/z)
1	N-亚硝基二甲胺	62-75-9	1	1	42	74、43
2	2-氟苯酚 (替代物)	367-12-4	2	1	112	64、92
3	苯酚-d ₆ (替代物)	13127-88-3	3	1	99	71
4	苯酚	108-95-2	4	1	94	66、40
5	二(2-氯乙基)醚	111-44-4	5	1	93	63、95
6	2-氯苯酚	95-57-8	6	1	128	93、63
7	1,3-二氯苯	541-73-1	7	1	146	111、75
8	1,4-二氯苯-d ₄ (内标1)	3855-82-1	8		150	115
9	1,4-二氯苯	106-46-7	9	1	146	148、111
10	1,2-二氯苯	95-50-1	10	1	146	148、111
11	2-甲基苯酚	95-48-7	11	1	108	107、77
12	二(2-氯异丙基)醚	108-60-1	12	1	121	123、77、79
13	六氯乙烷	67-72-1	13	1	117	109、201
14	N-亚硝基二正丙胺	621-64-7	14	1	43	70、130
15	4-甲基苯酚	106-44-5	15	1	107	108、77
16	硝基苯-d ₅ (替代物)	4165-60-0	16	1	82	128、54
17	硝基苯	98-95-3	17	1	77	123、51
18	异佛尔酮	78-59-1	18	1	82	138、54
19	2-硝基苯酚	88-75-5	19	2	139	65、81
20	2,4-二甲苯酚	105-67-9	20	2	107	122、77
21	二(2-氯乙氧基)甲烷	111-91-1	21	2	93	63、123
22	2,4-二氯苯酚	120-83-2	22	2	162	164、63
23	1,2,4-三氯苯	120-82-1	23	2	147	74、109
24	萘-d ₈ (内标2)	1146-65-2	24		136	108
25	萘	91-20-3	25	2	128	129
26	4-氯苯胺	106-47-8	26	2	127	129、65
27	六氯-1,3-丁二烯	87-68-3	27	2	118	260、223

序号	名称	CAS号	出峰顺序	定量内标	定量离子 (m/z)	辅助离子 (m/z)
28	4-氯-3-甲基苯酚	59-50-7	28	2	107	142、144、77
29	2-甲基萘	91-57-6	29	2	142	141、115
30	六氯环戊二烯	77-47-4	30	3	130	239、235
31	2,4,6-三氯苯酚	88-06-2	31	3	196	198、200
32	2,4,5-三氯苯酚	95-95-4	32	3	196	198、200
33	2-氟联苯 (替代物)	321-60-8	33	3	172	171、170
34	2-氯萘	91-58-7	34	3	162	127
35	2-硝基苯胺	88-74-4	35	3	138	65、92
36	茚烯	208-96-8	36	3	152	76
37	邻苯二甲酸二甲酯	131-11-3	37	3	163	77
38	2,6-二硝基甲苯	606-20-2	38	3	165	63、89
39	茚-d ₁₀ (内标3)	15067-26-2	39		164	162、160
40	3-硝基苯胺	99-09-2	40	3	65	92、138
41	2,4-二硝基苯酚	51-28-5	41	3	184	63、154
42	茚	83-32-9	42	3	153	76
43	二苯并呋喃	132-64-9	43	3	168	139
44	4-硝基苯酚	100-02-7	44	3	139	65、109
45	2,4-二硝基甲苯	121-14-2	45	3	165	89、63
46	芴	86-73-7	46	3	166	163、82
47	邻苯二甲酸二乙酯	84-66-2	47	3	149	177
48	4-氯苯基-苯基醚	7005-72-3	48	3	204	141、77
49	4-硝基苯胺	100-01-6	49	3	65	138、108
50	4,6-二硝基-2-甲基苯酚	534-52-1	50	3	198	51、105
51	偶氮苯	103-33-3	51	3	77	182、51
52	2,4,6-三溴苯酚 (替代物)	118-79-6	52	3	332	62、143
53	4-溴苯基-苯基醚	101-55-3	53	4	250	141、77
54	六氯苯	118-74-1	54	4	284	286、282
55	五氯苯酚	87-86-5	55	4	266	184
56	菲-d ₁₀ (内标4)	1517-22-2	56		188	80
57	菲	85-01-8	57	4	178	176、179
58	蒽	120-12-7	58	4	178	176、179
59	咔唑	86-74-8	59	4	167	166、139
60	邻苯二甲酸二正丁酯	84-74-2	60	4	149	150、76
61	荧蒽	206-44-0	61	4	202	200、203
62	芘	129-00-0	62	5	202	200、201

序号	名称	CAS号	出峰顺序	定量内标	定量离子 (m/z)	辅助离子 (m/z)
63	4,4'-三联苯-d ₁₄ (替代物)	1718-51-0	63	5	244	245、243
64	邻苯二甲酸丁基苄基酯	85-68-7	64	5	149	91、206
65	苯并[a]蒽	56-55-3	65	5	228	226、229
66	蒽-d ₁₂ (内标5)	1719-03-5	66		240	236、241
67	蒽	218-01-9	67	5	228	226、229
68	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	117-81-7	68	5	149	167、57
69	邻苯二甲酸二正辛酯	117-84-0	69	6	149	279
70	苯并[b]荧蒽	205-99-2	70	6	252	126、250
71	苯并[k]荧蒽	207-08-9	71	6	252	126、250
72	苯并[a]芘	50-32-8	73	6	252	250、253
73	芘-d ₁₂ (内标6)	1520-96-3	72		264	260、263
74	茚并[1,2,3-cd]芘	193-39-5	74	6	276	138、274
75	二苯并[a,h]蒽	53-70-3	75	6	278	139、276
76	苯并[g,h,i]芘	191-24-2	76	6	276	138、274

附录 C
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

表 C.1~表 C.5 给出了方法的精密度和准确度汇总数据。

表 C.1 固体废物方法精密度 (灰渣)

序号	组分名称	加标后浓度 (mg/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/ (mg/kg)	再现性限/ (mg/kg)
1	N-亚硝基二甲胺	0.50	8.0~23	25	0.15	0.31
		1.0	5.0~16	15	0.17	0.32
		2.0	7.0~12	12	0.41	0.58
2	2-氟苯酚 (替代物)	0.50	9.0~20	21	0.16	0.26
		1.0	8.0~17	12	0.25	0.32
		2.0	5.0~11	12	0.31	0.52
3	苯酚-d ₆ (替代物)	0.50	9.0~16	19	0.12	0.24
		1.0	7.0~13	10	0.19	0.27
		2.0	4.0~9.0	12	0.30	0.56
4	苯酚	0.50	11~17	25	0.16	0.31
		1.0	7.0~13	13	0.20	0.31
		2.0	4.0~10	15	0.31	0.64
5	二(2-氯乙基)醚	0.50	9.0~18	24	0.12	0.25
		1.0	6.0~14	12	0.18	0.26
		2.0	4.0~9.0	11	0.24	0.45
6	2-氯苯酚	0.50	12~19	22	0.17	0.27
		1.0	7.0~13	11	0.20	0.27
		2.0	4.0~12	10	0.30	0.45
7	1,3-二氯苯	0.50	5.0~20	19	0.12	0.19
		1.0	5.0~12	15	0.16	0.30
		2.0	5.0~9.0	10	0.26	0.44
8	1,4-二氯苯	0.50	6.0~18	22	0.10	0.21
		1.0	5.0~12	12	0.16	0.24
		2.0	5.0~14	10	0.31	0.45
9	1,2-二氯苯	0.50	8.0~16	22	0.11	0.22
		1.0	7.0~13	12	0.18	0.26
		2.0	5.0~13	10	0.30	0.44
10	2-甲基苯酚	0.50	13~20	20	0.16	0.24
		1.0	6.0~15	10	0.18	0.24
		2.0	4.0~11	11	0.32	0.52
11	二(2-氯异丙基)醚	0.50	9.0~20	23	0.13	0.25
		1.0	5.0~13	12	0.17	0.26
		2.0	4.0~12	10	0.29	0.45
12	六氯乙烷	0.50	4.0~19	22	0.12	0.23
		1.0	5.0~16	12	0.19	0.27
		2.0	5.0~13	11	0.29	0.47
13	N-亚硝基二正丙胺	0.50	5.6~23	20	0.10	0.22
		1.0	9.0~14	13	0.22	0.29
		2.0	5.0~17	11	0.42	0.55
14	4-甲基苯酚	0.50	13~23	20	0.19	0.27
		1.0	8.0~15	13	0.23	0.33

序号	组分名称	加标后浓度 (mg/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/ (mg/kg)	再现性限/ (mg/kg)
		2.0	5.0~11	13	0.30	0.55
15	硝基苯-d ₅ (替代物)	0.50	11~28	26	0.15	0.29
		1.0	8.0~13	11	0.20	0.26
		2.0	4.0~15	14	0.42	0.67
		0.50	6.0~18	16	0.12	0.20
16	硝基苯	1.0	6.0~14	8.0	0.16	0.20
		2.0	3.0~14	11	0.31	0.48
		0.50	5.0~15	19	0.10	0.22
17	异佛尔酮	1.0	6.0~11	11	0.17	0.25
		2.0	5.0~12	11	0.32	0.49
		0.50	7.0~18	21	0.11	0.22
18	2-硝基苯酚	1.0	11~19	13	0.27	0.33
		2.0	5.0~13	9.0	0.31	0.45
		0.50	14~18	15	0.12	0.17
19	2,4-二甲基苯酚	1.0	13~23	22	0.26	0.39
		2.0	7.0~30	23	0.53	0.87
		0.50	7.0~17	22	0.10	0.24
20	二(2-氯乙氧基)甲烷	1.0	6.0~12	11	0.17	0.25
		2.0	4.0~7.0	10	0.26	0.43
		0.50	8.0~19	20	0.13	0.23
21	2,4-二氯苯酚	1.0	8.0~17	11	0.24	0.29
		2.0	3.0~10	11	0.25	0.49
		0.50	7.2~13	18	0.09	0.18
22	1,2,4-三氯苯	1.0	4.0~13	11	0.15	0.23
		2.0	5.3~10	8.0	0.27	0.38
		0.50	4.1~18	21	0.11	0.25
23	萘	1.0	5.0~12	10	0.14	0.22
		2.0	5.0~11	8.0	0.26	0.37
		0.50	9.0~23	30	0.11	0.27
24	4-氯苯胺	1.0	10~27	15	0.20	0.49
		2.0	7.0~20	20	0.37	1.12
		0.50	7.1~18	16	0.12	0.18
25	六氯-1,3-丁二烯	1.0	5.0~12	11	0.14	0.21
		2.0	7.5~13	11	0.36	0.52
		0.50	13~22	25	0.20	0.36
26	4-氯-3-甲基苯酚	1.0	6.2~18	15	0.29	0.40
		2.0	4.0~8.0	12	0.26	0.57
		0.50	11~21	20	0.14	0.27
27	2-甲基萘	1.0	6.0~10	11	0.15	0.25
		2.0	4.0~10	10	0.25	0.49
		0.50	10~21	23	0.12	0.21
28	六氯环戊二烯	1.0	10~12	10	0.19	0.25
		2.0	4.0~14	15	0.35	0.65
		0.50	11~17	29	0.16	0.36
29	2,4,6-三氯苯酚	1.0	4.0~15	12	0.18	0.31
		2.0	4.0~17	15	0.45	0.75
		0.50	8.0~19	18	0.14	0.24
30	2,4,5-三氯苯酚	1.0	6.0~17	14	0.21	0.34
		2.0	5.0~10	16	0.30	0.73
		0.50	8.0~22	20	0.12	0.22
31	2-氟联苯 (替代物)	1.0	5.0~11	9.0	0.16	0.23
		2.0	4.2~10	10	0.31	0.48
		0.50	9.2~17	19	0.12	0.23
32	2-氯萘	0.50	9.2~17	19	0.12	0.23

序号	组分名称	加标后浓度 (mg/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/ (mg/kg)	再现性限/ (mg/kg)
		1.0	7.0~10	9.0	0.18	0.24
		2.0	4.0~7.0	11	0.26	0.51
33	2-硝基苯胺	0.50	8.0~24	24	0.14	0.29
		1.0	8.0~12	9.0	0.20	0.25
		2.0	5.0~11	10	0.37	0.55
34	萘烯	0.50	7.0~23	17	0.11	0.19
		1.0	4.0~10	7.0	0.13	0.18
		2.0	4.0~9.0	10	0.28	0.50
35	邻苯二甲酸二甲酯	0.50	7.0~19	20	0.13	0.26
		1.0	5.0~14	8.0	0.20	0.25
		2.0	4.4~8.9	9.0	0.29	0.48
36	2,6-二硝基甲苯	0.50	5.2~10	8.0	0.09	0.13
		1.0	5.0~11	6.0	0.15	0.18
		2.0	3.4~15	10	0.35	0.52
37	3-硝基苯胺	0.50	6.0~25	23	0.12	0.23
		1.0	8.0~15	21	0.19	0.36
		2.0	7.0~18	12	0.38	0.49
38	2,4-二硝基苯酚	0.50	18~23	21	0.22	0.30
		1.0	10~21	13	0.23	0.28
		2.0	14~21	15	0.55	0.67
39	萘	0.50	8.0~19	19	0.12	0.23
		1.0	5.0~12	9.0	0.17	0.22
		2.0	4.0~12	9.0	0.35	0.50
40	二苯并呋喃	0.50	6.0~21	15	0.11	0.21
		1.0	3.0~13	6.0	0.15	0.17
		2.0	3.0~11	10	0.29	0.48
41	4-硝基苯酚	0.50	7.0~16	23	0.15	0.35
		1.0	8.0~14	5.0	0.27	0.28
		2.0	4.0~11	11	0.32	0.54
42	2,4-二硝基甲苯	0.50	7.0~20	15	0.19	0.21
		1.0	4.0~14	5.0	0.19	0.20
		2.0	3.0~10	9.0	0.31	0.48
43	芴	0.50	7.0~21	18	0.12	0.22
		1.0	4.0~13	7.0	0.17	0.20
		2.0	3.0~13	9.0	0.32	0.47
44	邻苯二甲酸二乙酯	0.50	5.0~14	16	0.10	0.22
		1.0	6.0~14	7.0	0.21	0.25
		2.0	3.0~8.0	11	0.29	0.53
45	4-氯苯基-苯基醚	0.50	7.0~20	16	0.10	0.20
		1.0	3.0~16	7.0	0.20	0.23
		2.0	4.0~13	8.0	0.40	0.52
46	4-硝基苯胺	0.50	8.0~25	16	0.14	0.17
		1.0	8.0~17	22	0.19	0.38
		2.0	5.0~13	11	0.32	0.46
47	4,6-二硝基-2-甲基苯酚	0.50	9.0~21	25	0.17	0.37
		1.0	6.0~19	7.0	0.25	0.26
		2.0	3.0~9.0	9.0	0.26	0.41
48	偶氮苯	0.50	6.0~16	18	0.12	0.23
		1.0	4.0~15	7.0	0.21	0.25
		2.0	4.0~12	9.0	0.31	0.47
49	2,4,6-三溴苯酚(替代物)	0.50	12~19	14	0.14	0.19
		1.0	6.2~15	9.0	0.22	0.26
		2.0	5.0~9.0	9.0	0.26	0.42

序号	组分名称	加标后浓度 (mg/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/ (mg/kg)	再现性限/ (mg/kg)
50	4-溴苯基-苯基醚	0.50	6.0~19	18	0.12	0.23
		1.0	3.0~13	7.0	0.16	0.20
		2.0	2.0~9.0	8.0	0.25	0.43
51	六氯苯	0.50	5.0~15	20	0.12	0.24
		1.0	4.0~14	7.0	0.17	0.21
		2.0	2.0~9.0	8.0	0.23	0.42
52	五氯苯酚	0.50	9.0~20	20	0.19	0.31
		1.0	7.0~13	10	0.21	0.28
		2.0	6.0~12	10	0.33	0.48
53	菲	0.50	5.9~21	17	0.14	0.23
		1.0	5.0~15	7.0	0.21	0.24
		2.0	3.0~9.0	9.0	0.20	0.43
54	蒽	0.50	7.0~23	16	0.13	0.22
		1.0	4.0~9.0	6.0	0.13	0.16
		2.0	4.0~9.0	9.0	0.22	0.44
55	咔唑	0.50	5.0~18	19	0.10	0.23
		1.0	5.0~16	5.0	0.19	0.22
		2.0	2.0~8.0	9.0	0.19	0.46
56	邻苯二甲酸二正丁酯	0.50	10~19	22	0.20	0.35
		1.0	7.0~17	11	0.30	0.37
		2.0	3.0~8.0	16	0.24	0.73
57	荧蒽	0.50	4.0~14	19	0.11	0.25
		1.0	5.0~17	7.0	0.23	0.24
		2.0	3.0~8.0	8.0	0.22	0.44
58	芘	0.50	6.0~16	19	0.12	0.25
		1.0	5.2~16	5.0	0.23	0.24
		2.0	2.0~7.0	9.0	0.21	0.45
59	4,4'-三联苯-d ₁₄ (替代物)	0.50	5.0~16	18	0.13	0.26
		1.0	6.0~13	5.0	0.21	0.23
		2.0	2.0~8.0	9.0	0.23	0.47
60	邻苯二甲酸丁基苄基酯	0.50	8.0~20	18	0.15	0.23
		1.0	5.0~14	10	0.24	0.32
		2.0	3.0~9.0	10	0.24	0.50
61	苯并[a]蒽	0.50	10~23	18	0.14	0.21
		1.0	5.0~14	7.0	0.20	0.23
		2.0	2.0~9.0	8.0	0.27	0.46
62	蒾	0.50	12~19	14	0.16	0.20
		1.0	5.0~17	6.0	0.22	0.23
		2.0	2.0~11	9.0	0.27	0.48
63	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	0.50	8.0~23	15	0.19	0.26
		1.0	7.0~13	11	0.23	0.32
		2.0	3.0~6.0	11	0.26	0.59
64	邻苯二甲酸二正辛酯	0.50	4.0~19	19	0.12	0.24
		1.0	6.2~16	9.0	0.24	0.29
		2.0	3.0~9.0	10	0.24	0.52
65	苯并[b]荧蒽	0.50	6.0~18	20	0.16	0.28
		1.0	6.0~15	10	0.23	0.29
		2.0	4.0~10	10	0.39	0.59
66	苯并[k]荧蒽	0.50	6.0~16	21	0.17	0.31
		1.0	5.0~18	9.0	0.22	0.26
		2.0	4.0~10	11	0.33	0.61
67	苯并[a]芘	0.50	7.0~22	16	0.14	0.22
		1.0	8.0~16	9.0	0.22	0.26

序号	组分名称	加标后浓度 (mg/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/ (mg/kg)	再现性限/ (mg/kg)
		2.0	4.0~11	11	0.28	0.53
68	茚并 [1,2,3,-cd] 芘	0.50	13~20	15	0.16	0.20
		1.0	4.0~13	12	0.12	0.22
		2.0	7.0~13	10	0.41	0.53
		0.50	8.0~18	15	0.15	0.20
69	二苯并 [a,h] 蒽	1.0	6.0~14	19	0.18	0.37
		2.0	4.0~16	11	0.38	0.53
		0.50	12~23	15	0.17	0.20
70	苯并 [g,h,i] 芘	1.0	6.0~18	21	0.32	0.59
		2.0	5.0~14	11	0.32	0.50
		0.50	12~23	15	0.17	0.20

注：上述数据为 10 g 灰渣空白样品加液态标准物质，经加压流体萃取，氮吹浓缩前处理步骤后，气相色谱-质谱全扫描检测方式分析获得。

表 C.2 固体废物方法精密度（生化污泥）

序号	组分名称	加标后浓度 (mg/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/ (mg/kg)	再现性限/ (mg/kg)
1	N-亚硝基二甲胺	2.5	4.2~13	12	0.4	0.6
		5.0	4.0~18	22	0.9	2.1
		10.0	2.3~15	13	1.5	2.5
2	2-氟苯酚（替代物）	2.5	5.5~21	9.0	0.6	0.7
		5.0	3.6~16	9.0	1.0	1.3
		10.0	5.2~19	13	1.9	2.7
3	苯酚-d ₆ （替代物）	2.5	7.0~22	12	0.6	0.8
		5.0	9.0~17	16	1.3	1.9
		10.0	5.7~23	9.0	2.7	3.0
4	苯酚	2.5	7.0~25	24	0.7	1.3
		5.0	10~17	19	1.2	2.1
		10.0	4.9~22	16	2.2	3.3
5	二（2-氯乙基）醚	2.5	14~20	10	0.6	0.7
		5.0	5.3~15	9.0	0.9	1.1
		10.0	5.0~16	9.0	1.7	2.0
6	2-氯苯酚	2.5	8.0~19	13	0.6	0.8
		5.0	13~18	13	1.3	1.5
		10.0	10~24	12	2.3	2.8
7	1,3-二氯苯	2.5	12~20	12	0.6	0.7
		5.0	7.0~16	11	0.9	1.2
		10.0	12~17	12	1.9	2.3
8	1,4-二氯苯	2.5	12~22	14	0.6	0.8
		5.0	10~16	21	0.9	1.7
		10.0	7.0~17	10	1.8	2.7
9	1,2-二氯苯	2.5	12~18	14	0.6	0.8
		5.0	6.0~16	9.0	0.8	1.0
		10.0	7.3~21	12	1.9	2.4
10	2-甲基苯酚	2.5	7.0~20	11	0.7	0.8
		5.0	7.0~16	22	1.1	2.1
		10.0	7.0~22	17	2.4	3.5
11	二（2-氯异丙基）醚	2.5	11~17	15	0.6	0.8
		5.0	7.0~13	16	1.0	1.6
		10.0	9.0~27	15	2.2	2.9
12	六氯乙烷	2.5	5.0~23	16	0.7	0.9

序号	组分名称	加标后浓度 (mg/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/ (mg/kg)	再现性限/ (mg/kg)
		5.0	9.0~17	16	1.0	1.5
		10.0	5.0~16	14	1.6	2.4
		2.5	7.0~17	11	0.5	0.7
13	N-亚硝基二正丙胺	5.0	6.0~18	16	1.1	1.7
		10.0	6.0~25	14	2.7	3.2
		2.5	9.0~18	18	0.6	1.0
14	4-甲基苯酚	5.0	8.0~15	25	1.2	2.4
		10.0	11~21	13	2.8	3.4
		2.5	10~18	16	0.6	0.9
15	硝基苯-d ₅ (替代物)	5.0	1.8~14	16	0.8	1.5
		10.0	10~22	12	2.3	2.7
		2.5	7.0~20	18	0.5	0.8
16	硝基苯	5.0	8.0~14	16	1.0	1.6
		10.0	10~16	11	1.9	2.3
		2.5	7.0~16	13	0.6	0.8
17	异佛尔酮	5.0	10~19	16	1.3	1.9
		10.0	9.0~24	13	2.5	3.1
		2.5	6.0~12	19	0.4	0.9
18	2-硝基苯酚	5.0	6.0~16	21	1.0	2.1
		10.0	4.0~24	11	2.3	2.7
		2.5	9.0~15	12	0.5	0.6
19	2,4-二甲基苯酚	5.0	10~16	21	0.9	1.8
		10.0	10~20	15	2.1	3.0
		2.5	5.0~20	16	0.5	0.9
20	二(2-氯乙氧基)甲烷	5.0	8.0~22	16	1.1	1.6
		10.0	9.0~23	12	2.4	3.0
		2.5	7.0~15	11	0.5	0.7
21	2,4-二氯苯酚	5.0	7.1~19	18	1.1	1.9
		10.0	7.0~19	13	2.4	3.2
		2.5	8.0~14	13	0.5	0.7
22	1,2,4-三氯苯	5.0	8.0~20	17	1.0	1.6
		10.0	6.7~20	16	1.9	3.0
		2.5	6.0~15	19	0.5	1.0
23	萘	5.0	7.0~16	24	1.0	2.2
		10.0	8.0~21	14	2.3	2.9
		2.5	9.0~18	15	0.5	0.8
24	4-氯苯胺	5.0	9.3~24	18	1.1	1.6
		10.0	12~19	13	2.3	2.8
		2.5	10~16	15	0.5	0.7
25	六氯-1,3-丁二烯	5.0	7.0~15	16	0.8	1.4
		10.0	11~16	13	1.8	2.4
		2.5	7.0~21	16	0.6	0.8
26	4-氯-3-甲基苯酚	5.0	7.0~21	20	1.0	1.8
		10.0	10~16	12	2.1	2.7
		2.5	10~17	21	0.6	1.1
27	2-甲基萘	5.0	9.0~26	16	1.3	1.8
		10.0	7.0~20	13	2.0	2.7
		2.5	7.2~24	21	0.5	0.9
28	六氯环戊二烯	5.0	9.0~24	14	1.0	1.4
		10.0	10~22	13	2.0	3.0
		2.5	9.0~19	19	0.6	1.0
29	2,4,6-三氯苯酚	5.0	7.0~16	29	1.0	2.6
		10.0	6.0~15	14	2.1	3.3

序号	组分名称	加标后浓度 (mg/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/ (mg/kg)	再现性限/ (mg/kg)
30	2,4,5-三氯苯酚	2.5	8.0~16	17	0.5	0.8
		5.0	7.0~20	23	1.2	2.2
		10.0	3.4~18	7.0	2.0	2.3
31	2-氟联苯(替代物)	2.5	7.0~17	15	0.6	0.9
		5.0	6.0~23	20	1.2	2.0
		10.0	7.0~21	12	2.2	2.9
32	2-氯萘	2.5	4.5~18	13	0.5	0.8
		5.0	7.0~22	17	1.2	1.9
		10.0	7.0~20	16	2.0	3.4
33	2-硝基苯胺	2.5	9.0~16	17	0.6	0.9
		5.0	8.0~19	25	1.0	2.3
		10.0	4.4~15	17	1.7	3.8
34	萘烯	2.5	5.0~15	15	0.5	0.8
		5.0	5.0~21	17	1.1	1.9
		10.0	5.0~20	10	2.1	2.6
35	邻苯二甲酸二甲酯	2.5	7.4~15	21	0.6	1.2
		5.0	5.8~22	14	1.3	1.9
		10.0	2.9~18	12	2.1	3.2
36	2,6-二硝基甲苯	2.5	10~15	25	0.6	1.2
		5.0	4.7~17	21	1.1	2.2
		10.0	3.2~18	14	1.9	3.3
37	3-硝基苯胺	2.5	7.9~23	15	0.5	0.8
		5.0	10~17	17	1.0	1.5
		10.0	4.2~21	14	2.2	2.6
38	2,4-二硝基苯酚	2.5	10~22	13	0.6	0.7
		5.0	8.0~15	22	1.0	2.1
		10.0	4.9~13	14	1.8	3.4
39	萘	2.5	5.7~21	16	0.6	1.0
		5.0	5.5~15	13	1.0	1.5
		10.0	4.7~11	12	1.5	2.6
40	二苯并呋喃	2.5	6.5~18	18	0.6	1.1
		5.0	5.4~14	14	1.0	1.7
		10.0	4.5~19	8.0	1.9	2.4
41	4-硝基苯酚	2.5	11~20	18	0.8	1.1
		5.0	13~21	15	1.4	1.8
		10.0	3.6~19	16	2.6	4.1
42	2,4-二硝基甲苯	2.5	9.0~20	15	0.6	0.8
		5.0	5.4~20	17	1.0	1.7
		10.0	2.8~17	11	1.8	2.8
43	芴	2.5	4.7~17	12	0.5	0.8
		5.0	3.8~14	16	1.0	1.9
		10.0	3.3~15	10	1.8	2.7
44	邻苯二甲酸二乙酯	2.5	7.2~17	23	0.6	1.3
		5.0	7.7~18	25	1.3	2.8
		10.0	5.4~14	11	2.0	2.9
45	4-氯苯基-苯基醚	2.5	5.9~24	12	0.8	1.0
		5.0	5.0~16	15	1.0	1.8
		10.0	5.4~18	10	2.1	2.7
46	4-硝基苯胺	2.5	6.9~16	16	0.5	0.8
		5.0	9.0~19	16	1.0	1.4
		10.0	5.1~18	13	1.9	2.6
47	4,6-二硝基-2-甲基 苯酚	2.5	9.2~19	17	0.6	0.8
		5.0	4.3~14	19	0.9	1.7

序号	组分名称	加标后浓度 (mg/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/ (mg/kg)	再现性限/ (mg/kg)
		10.0	4.9~20	15	2.4	3.6
48	偶氮苯	2.5	6.5~26	13	0.8	1.0
		5.0	4.3~19	10	1.2	1.5
		10.0	3.8~17	8.0	2.1	2.6
49	2,4,6-三溴苯酚(替 代物)	2.5	13~27	14	0.8	1.0
		5.0	8.5~17	20	1.1	2.1
		10.0	4.4~12	11	1.8	2.8
50	4-溴苯基-苯基醚	2.5	6.2~17	15	0.7	1.0
		5.0	4.5~15	18	1.2	2.0
		10.0	3.7~13	11	1.8	2.9
51	六氯苯	2.5	6.5~18	16	0.6	1.0
		5.0	5.9~15	15	1.1	1.8
		10.0	3.3~16	10	1.7	2.7
52	五氯苯酚	2.5	8.0~20	18	0.8	1.2
		5.0	9.1~20	17	1.2	1.9
		10.0	4.6~17	17	2.0	3.7
53	菲	2.5	7.0~15	16	0.7	1.0
		5.0	6.2~15	13	1.1	1.8
		10.0	3.3~14	13	1.6	3.2
54	蒽	2.5	7.8~19	13	0.7	1.0
		5.0	5.0~15	12	1.2	1.7
		10.0	3.9~8.2	11	1.2	2.6
55	咔唑	2.5	11~21	17	0.8	1.2
		5.0	5.3~16	12	1.1	1.7
		10.0	3.9~17	8.0	2.0	2.6
56	邻苯二甲酸二正丁 酯	2.5	7.0~24	14	0.8	1.1
		5.0	6.8~21	16	1.7	2.5
		10.0	8.0~17	11	3.4	4.0
57	荧蒽	2.5	9.0~18	13	0.8	1.0
		5.0	5.5~16	12	1.2	1.7
		10.0	4.9~10	15	1.7	3.7
58	芘	2.5	3.8~17	16	0.6	1.0
		5.0	4.5~13	13	0.9	1.6
		10.0	4.9~15	11	2.6	3.4
59	4,4'-三联苯-d ₁₄ (替 代物)	2.5	9.0~24	15	0.8	1.1
		5.0	5.2~16	11	1.2	1.6
		10.0	5.1~15	10	2.3	3.1
60	邻苯二甲酸丁基苄 基酯	2.5	9.0~14	17	0.6	1.1
		5.0	7.8~18	13	1.3	1.9
		10.0	5.0~16	19	2.5	5.2
61	苯并[a]蒽	2.5	9.0~17	22	0.8	1.4
		5.0	5.9~15	18	1.2	2.2
		10.0	5.3~11	11	1.8	3.0
62	蒎	2.5	8.0~14	14	0.6	0.8
		5.0	7.0~12	16	1.0	1.9
		10.0	4.6~12	11	1.7	2.9
63	邻苯二甲酸二(2- 乙基己基)酯	2.5	8.0~18	18	0.8	1.2
		5.0	5.0~13	13	1.1	1.9
		10.0	6.1~15	15	2.5	4.4
64	邻苯二甲酸二正辛 酯	2.5	4.9~14	14	0.6	1.0
		5.0	4.1~13	16	1.2	2.2
		10.0	6.0~14	10	2.8	3.6
65	苯并[b]荧蒽	2.5	10~15	16	0.6	0.9

序号	组分名称	加标后浓度 (mg/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/ (mg/kg)	再现性限/ (mg/kg)
		5.0	5.8~15	13	1.0	1.6
		10.0	6.2~12	12	1.9	3.2
		2.5	7.0~17	13	0.6	0.8
66	苯并 [k] 荧蒽	5.0	4.9~18	12	1.0	1.5
		10.0	3.9~12	13	1.6	3.1
67	苯并 [a] 芘	2.5	11~17	16	0.6	0.9
		5.0	3.7~15	14	1.0	1.6
		10.0	3.9~12	18	1.6	3.9
68	茚并 [1,2,3,-cd] 芘	2.5	7.0~18	16	0.5	0.8
		5.0	7.5~17	14	1.1	1.7
		10.0	7.7~14	13	2.1	3.4
69	二苯并 [a,h] 蒽	2.5	10~16	19	0.6	1.0
		5.0	6.0~17	12	1.2	1.5
		10.0	6.7~17	11	2.2	3.0
70	苯并 [g,h,i] 芘	2.5	5.0~16	15	0.5	0.8
		5.0	7.2~14	14	1.0	1.6
		10.0	5.4~11	12	1.9	3.1

注：上述数据为 2 g 生化污泥空白样品加液态标准物质，经加压流体萃取，氮吹浓缩，凝胶渗透色谱净化，旋转蒸发和氮吹浓缩前处理步骤后，气相色谱-质谱全扫描检测方式分析获得。

表 C.3 固体废物方法准确度（灰渣）

序号	组分名称	加标浓度/ (mg/kg)	回收率平均 值范围/%	回收率均 值/%	S_p /%	$\bar{p} \pm 2S_p$ /%
1	N-亚硝基二甲胺	1.0	60.0~75.0	66.6	6	66.6±12
2	2-氟苯酚（替代物）	1.0	56.0~90.0	75.8	12	75.8±24
3	苯酚-d ₆ （替代物）	1.0	56.0~88.0	77.4	11	77.4±22
4	苯酚	1.0	55.0~89.0	76.2	12	76.2±24
5	二（2-氯乙基）醚	1.0	71.0~83.0	76.8	4	76.8±8
6	2-氯苯酚	1.0	74.0~84.0	78.7	3	78.7±6
7	1,3-二氯苯	1.0	59.0~77.0	66.4	6	66.4±12
8	1,4-二氯苯	1.0	59.0~75.0	66.2	6	66.2±12
9	1,2-二氯苯	1.0	59.0~79.0	66.8	8	66.8±16
10	2-甲基苯酚	1.0	50.0~77.0	69.7	10	69.7±20
11	二（2-氯异丙基）醚	1.0	64.0~75.0	70.6	4	70.6±8
12	六氯乙烷	1.0	58.0~75.0	66.8	7	66.8±14
13	N-亚硝基二正丙胺	1.0	68.0~83.0	74.7	5	74.7±10
14	4-甲基苯酚	1.0	61.0~74.0	66.8	5	66.8±10
15	硝基苯-d ₅ （替代物）	1.0	63.0~74.0	69.1	4	69.1±8
16	硝基苯	1.0	67.0~72.0	70.3	2	70.3±4
17	异佛尔酮	1.0	80.0~91.0	83.9	4	83.9±8
18	2-硝基苯酚	1.0	63.0~80.0	71.8	6	71.8±12
19	2,4-二甲基苯酚	1.0	55.0~80.0	68.6	11	68.6±22
20	二（2-氯乙氧基）甲烷	1.0	69.0~79.0	72.9	4	72.9±8
21	2,4-二氯苯酚	1.0	74.0~85.0	77.1	4	77.1±8

序号	组分名称	加标浓度/ (mg/kg)	回收率平均 值范围/%	回收率均 值/%	S_p /%	$\bar{p} \pm 2S_p$ /%
22	1,2,4-三氯苯	1.0	64.0~74.0	68.7	4	68.7±8
23	萘	1.0	63.0~75.0	70.3	5	70.3±10
24	4-氯苯胺	1.0	56.0~81.0	66.6	10	66.6±20
25	六氯-1,3-丁二烯	1.0	61.0~75.0	68.9	5	68.9±10
26	4-氯-3-甲基苯酚	1.0	79.0~93.0	86.4	6	86.4±12
27	2-甲基萘	1.0	75.0~84.0	80.7	3	80.7±6
28	六氯环戊二烯	1.0	63.0~82.0	70.3	8	70.3±16
29	2,4,6-三氯苯酚	1.0	66.0~94.0	81.3	9	81.3±18
30	2,4,5-三氯苯酚	1.0	74.0~88.0	81.1	5	81.1±10
31	2-氟联苯(替代物)	1.0	74.0~80.0	77.4	2	77.4±4
32	2-氯萘	1.0	67.0~79.0	72.3	5	72.3±10
33	2-硝基苯胺	1.0	64.0~94.0	81.3	10	81.3±20
34	萘烯	1.0	65.0~91.0	82.4	9	82.4±18
35	邻苯二甲酸二甲酯	1.0	84.0~105	94.3	8	94.3±16
36	2,6-二硝基甲苯	1.0	82.0~110	88.4	11	88.4±22
37	3-硝基苯胺	1.0	36.0~79.0	60.6	15	60.6±30
38	2,4-二硝基苯酚	1.0	54.0~103	77.1	16	77.1±32
39	萘	1.0	68.0~87	74.8	6	74.8±12
40	二苯并呋喃	1.0	79.0~94.0	84.9	5	84.9±10
41	4-硝基苯酚	1.0	68.0~84.0	77.8	6	77.8±12
42	2,4-二硝基甲苯	1.0	78.0~110	87.5	12	87.5±24
43	芴	1.0	84.0~98.0	90.2	6	90.2±12
44	邻苯二甲酸二乙酯	1.0	83.0~113	92.9	11	92.9±22
45	4-氯苯基-苯基醚	1.0	74.0~95.0	82.8	7	82.8±14
46	4-硝基苯胺	1.0	54.0~86.0	67.0	13	67.0±26
47	4,6-二硝基-2-甲基苯酚	1.0	67.0~96.0	81.2	9	81.2±18
48	偶氮苯	1.0	76.0~98.0	83.4	8	83.4±16
49	2,4,6-三溴苯酚(替代物)	1.0	69.0~78.0	75.1	3	75.1±6
50	4-溴苯基-苯基醚	1.0	81.0~105	92.8	9	92.8±18
51	六氯苯	1.0	77.0~96.0	85.0	6	85.0±12
52	五氯苯酚	1.0	75.0~87.0	82.1	4	82.1±8
53	菲	1.0	81.0~100	88.6	7	88.6±14
54	蒽	1.0	79.0~104	86.5	9	86.5±18
55	喹唑	1.0	78.0~113	95.9	13	95.9±26
56	邻苯二甲酸二正丁酯	1.0	83.0~108	97.1	8	97.1±16
57	荧蒽	1.0	81.0~124	93.0	14	93.0±28
58	蒽	1.0	79.0~118	90.6	16	90.6±32
59	4,4'-三联苯-d14(替代物)	1.0	79.0~119	96.1	14	96.1±28
60	邻苯二甲酸丁基苯基酯	1.0	70.0~88	74.9	7	74.9±14
61	苯并[a]蒽	1.0	75.0~100	83.0	9	83.0±18

序号	组分名称	加标浓度/ (mg/kg)	回收率平均 值范围/%	回收率均 值/%	$S_{\bar{p}}/\%$	$(\bar{p} \pm 2S_{\bar{p}})/\%$
62	麈	1.0	75.0~96.0	82.1	7	82.1±14
63	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	1.0	73.0~99.0	80.2	10	80.2±20
64	邻苯二甲酸二正辛酯	1.0	68.0~95.0	74.8	11	74.8±22
65	苯并 [b] 荧蒽	1.0	70.0~83.0	79.1	5	79.1±10
66	苯并 [k] 荧蒽	1.0	72.0~83.0	78.9	4	78.9±8
67	苯并 [a] 芘	1.0	66.0~74.0	69.8	3	69.8±6
68	茚并 [1,2,3-cd] 芘	1.0	52.0~76.0	64.3	10	64.3±20
69	二苯并 [a,h] 蒽	1.0	54.0~76.0	64.0	8	64.0±16
70	苯并 [g,h,i] 花	1.0	52.0~74.0	62.1	9	62.1±18

注：上述数据为 10 g 灰渣实际样品加标 10.0 μg，经加压流体萃取，氮吹浓缩，前处理步骤后，气相色谱-质谱全扫描检测方式分析获得。

表 C.4 固体废物方法准确度（生化污泥）

序号	组分名称	加标浓度/ (mg/kg)	回收率平均 值范围/%	回收率均 值/%	$S_{\bar{p}}/\%$	$(\bar{p} \pm 2S_{\bar{p}})/\%$
1	N-亚硝基二甲胺	5.0	58.0~72.0	65.1	5	65.1±10
2	2-氟苯酚（替代物）	5.0	49.0~86.0	78.4	18	78.4±36
3	苯酚-d ₆ （替代物）	5.0	49.0~93.0	69.3	13	69.3±26
4	苯酚	5.0	51.0~79.0	72.8	12	72.8±24
5	二（2-氯乙基）醚	5.0	53.0~106	81.1	10	81.1±20
6	2-氯苯酚	5.0	48.0~118	71.5	6	71.5±12
7	1,3-二氯苯	5.0	52.0~121	71.1	10	71.1±20
8	1,4-二氯苯	5.0	53.0~118	71.1	10	71.1±20
9	1,2-二氯苯	5.0	63.0~114	75.5	10	75.5±20
10	2-甲基苯酚	5.0	56.0~121	74.5	14	74.5±28
11	二（2-氯异丙基）醚	5.0	72.0~134	86.1	9	86.1±18
12	六氯乙烷	5.0	68.0~143	70.2	12	70.2±24
13	N-亚硝基二正丙胺	5.0	49.0~91.0	70.8	14	70.8±28
14	4-甲基苯酚	5.0	51.0~98.0	70.0	16	70.0±32
15	硝基苯-d ₅ （替代物）	5.0	55.0~75.0	66.3	7	66.3±14
16	硝基苯	5.0	67.0~79.0	71.1	6	71.1±12
17	异佛尔酮	5.0	62.0~95.0	75.6	12	75.6±24
18	2-硝基苯酚	5.0	56.0~76.0	66.4	7	66.4±14
19	2,4-二甲苯酚	5.0	59.0~88.0	72.0	9	72.0±18
20	二（2-氯乙氧基）甲烷	5.0	53.0~78.0	70.8	9	70.8±18
21	2,4-二氯苯酚	5.0	62.0~82.0	70.9	9	70.9±18
22	1,2,4-三氯苯	5.0	65.0~81.0	74.0	7	74.0±14
23	萘	5.0	73.0~86.0	79.2	6	79.2±12

序号	组分名称	加标浓度/ (mg/kg)	回收率平均 值范围/%	回收率均 值/%	S_p /%	$\bar{p} \pm 2S_p$ /%
24	4-氯苯胺	5.0	63.0~106	82.0	17	82.0±34
25	六氯-1,3-丁二烯	5.0	58.0~69.0	64.1	5	64.1±10
26	4-氯-3-甲基苯酚	5.0	63.0~118	77.6	21	77.6±42
27	2-甲基萘	5.0	60.0~114	80.4	21	80.4±42
28	六氯环戊二烯	5.0	54.0~66.0	61.4	4	61.4±8
29	2,4,6-三氯苯酚	5.0	48.0~75.0	65.7	9	65.7±18
30	2,4,5-三氯苯酚	5.0	60.0~90.0	69.6	11	69.6±22
31	2-氟联苯(替代物)	5.0	67.0~113	84.9	18	84.9±36
32	2-氯萘	5.0	71.0~92.0	81.4	9	81.4±18
33	2-硝基苯胺	5.0	61.0~118	82.8	22	82.8±44
34	蒎烯	5.0	62.0~81.0	68.6	6	68.6±12
35	邻苯二甲酸二甲酯	5.0	70.0~121	97.8	20	97.8±40
36	2,6-二硝基甲苯	5.0	52.0~98.0	67.7	16	67.7±32
37	3-硝基苯胺	5.0	48.0~65.0	55.4	5	55.4±10
38	2,4-二硝基苯酚	5.0	60.0~118	87.5	21	87.5±42
39	蒎	5.0	60.0~89.0	75.5	11	75.5±22
40	二苯并呋喃	5.0	70.0~106	83.5	13	83.5±26
41	4-硝基苯酚	5.0	58.0~73.0	66.0	5	66.0±10
42	2,4-二硝基甲苯	5.0	53.0~114	73.7	21	73.7±42
43	芴	5.0	64.0~125	86.9	24	86.9±48
44	邻苯二甲酸二乙酯	5.0	72.0~109	90.9	17	90.9±34
45	4-氯苯基-苯基醚	5.0	64.0~102	81.1	13	81.1±26
46	4-硝基苯胺	5.0	63.0~93.0	73.1	14	73.1±28
47	4,6-二硝基-2-甲基苯酚	5.0	67.0~88.0	76.9	9	76.9±18
48	偶氮苯	5.0	76.0~114	90.9	14	90.9±28
49	2,4,6-三溴苯酚(替代物)	5.0	52.0~108	76.1	18	76.1±36
50	4-溴苯基-苯基醚	5.0	56.0~107	76.3	17	76.3±34
51	六氯苯	5.0	68.0~106	82.2	13	82.2±26
52	五氯苯酚	5.0	65.0~121	86.5	20	86.5±40
53	菲	5.0	73.0~90.0	81.0	7	81.0±14
54	蒽	5.0	71.0~108	86.8	13	86.8±26
55	咪唑	5.0	65.0~105	85.9	16	85.9±32
56	邻苯二甲酸二正丁酯	5.0	67.0~123	100	25	100±50
57	茚萘	5.0	72.0~92.0	83.9	8	83.9±16
58	茚	5.0	69.0~100	83.0	13	83.0±26
59	4,4'-三联苯-d14(替代物)	5.0	74.0~107	87.5	15	87.5±30
60	邻苯二甲酸丁基苯基酯	5.0	72.0~134	98.5	24	98.5±48
61	苯并[a]蒽	5.0	70.0~95.0	79.8	9	79.8±18

序号	组分名称	加标浓度/ (mg/kg)	回收率平均 值范围/%	回收率均 值/%	S_p /%	$\bar{p} \pm 2S_p$ /%
62	蒎	5.0	70.0~87.0	77.3	6	77.3±12
63	邻苯二甲酸二(2-乙 基己基)酯	5.0	76.0~143	104	28	104±56
64	邻苯二甲酸二正辛酯	5.0	74.0~119	92.3	17	92.3±34
65	苯并 [b] 荧蒽	5.0	70.0~99.0	83.6	11	83.6±22
66	苯并 [k] 荧蒽	5.0	69.0~106	84.5	14	84.5±28
67	苯并 [a] 芘	5.0	68.0~124	89.8	22	89.8±44
68	茚并 [1,2,3-cd] 芘	5.0	51.0~80.0	62.6	9	62.6±18
69	二苯并 [a,h] 蒽	5.0	52.0~63.0	60.5	4	60.5±8
70	苯并 [g,h,i] 花	5.0	48.0~64.0	58.2	6	58.2±12

注：上述数据为 2 g 生化污泥实际样品加标 10.0 μg，经加压流体萃取，氮吹浓缩，凝胶渗透色谱净化，旋转蒸发和氮吹浓缩前处理步骤后，气相色谱-质谱全扫描检测方式分析获得。

表 C.5 典型固体废物浸出液精密度和准确度测试数据

序号	化合物名称	加标量/ (mg/L)	测定结果范围/ (mg/L)	测定平均值/ (mg/L)	相对标准 偏差/%	加标回收率/ %
1	N-亚硝基二甲胺	2.0	1.0~1.1	1.1	2.8	52.8
2	2-氟苯酚(替代物)	2.0	1.5~1.7	1.6	5.1	79.8
3	苯酚-d ₆ (替代物)	2.0	1.5~1.7	1.6	3.4	79.6
4	苯酚	2.0	1.3~1.6	1.5	6.9	76.1
5	二(2-氯乙基)醚	2.0	1.4~1.6	1.5	4.0	74.7
6	2-氯苯酚	2.0	1.4~1.6	1.5	4.0	74.0
7	1,3-二氯苯	2.0	1.5~1.6	1.5	1.7	75.6
8	1,4-二氯苯	2.0	1.6~1.7	1.6	2.9	82.1
9	1,2-二氯苯	2.0	1.4~1.5	1.4	1.5	72.2
10	2-甲基苯酚	2.0	1.5~1.7	1.6	3.1	81.0
11	二(2-氯异丙基)醚	2.0	1.3~1.6	1.5	6.4	73.5
12	六氯乙烷	2.0	1.5~1.7	1.6	4.7	81.9
13	N-亚硝基二正丙胺	2.0	1.6~1.7	1.7	3.3	83.8
14	4-甲基苯酚	2.0	1.4~1.8	1.6	8.7	82.3
15	硝基苯-d ₅ (替代物)	2.0	1.4~1.6	1.4	5.9	71.5
16	硝基苯	2.0	1.0~1.3	1.1	9.8	56.9
17	异佛尔酮	2.0	1.5~1.6	1.5	2.1	76.6
18	2-硝基苯酚	2.0	1.5~1.6	1.5	2.5	75.6
19	2,4-二甲基苯酚	2.0	1.4~1.6	1.5	5.4	73.8
20	二(2-氯乙氧基)甲烷	2.0	1.5~1.6	1.5	2.3	75.3
21	2,4-二氯苯酚	2.0	1.4~1.6	1.5	3.8	76.2
22	1,2,4-三氯苯	2.0	1.3~1.5	1.4	6.2	72.5
23	萘	2.0	1.5~1.6	1.6	1.7	80.2
24	4-氯苯胺	2.0	1.5~1.6	1.5	2.6	76.1
25	六氯-1,3-丁二烯	2.0	0.9~1.3	1.1	18	54.8
26	4-氯-3-甲基苯酚	2.0	0.7~1.1	0.9	16	44.4
27	2-甲基萘	2.0	1.2~1.5	1.4	8.6	68.1
28	六氯环戊二烯	2.0	1.3~1.5	1.4	3.8	69.8
29	2,4,6-三氯苯酚	2.0	1.4~1.5	1.5	3.5	72.9

30	2,4,5-三氯苯酚	2.0	1.6~1.7	1.6	2.6	79.6
31	2-氟联苯（替代物）	2.0	1.4~1.5	1.5	2.3	73.9
32	2-氯萘	2.0	1.5~1.7	1.6	3.5	80.1
33	2-硝基苯胺	2.0	1.6~1.7	1.6	3.2	80.6
34	芴烯	2.0	1.5~1.8	1.6	8.0	80.5
35	邻苯二甲酸二甲酯	2.0	1.4~1.5	1.5	2.4	75.3
36	2,6-二硝基甲苯	2.0	1.4~1.5	1.5	2.8	74.9
37	3-硝基苯胺	2.0	1.4~1.5	1.5	1.6	75.5
38	2,4-二硝基苯酚	2.0	1.5~1.6	1.6	3.4	77.4
39	芴	2.0	1.5~1.8	1.7	5.6	82.4
40	二苯并呋喃	2.0	1.5~1.6	1.5	3.6	76.7
41	4-硝基苯酚	2.0	1.6~1.8	1.7	4.0	83.7
42	2,4-二硝基甲苯	2.0	1.3~1.6	1.4	10	71.0
43	芴	2.0	1.4~1.7	2.0	7.4	79.5
44	邻苯二甲酸二乙酯	2.0	1.5~1.6	1.6	4.1	77.7
45	4-氯苯基-苯基醚	2.0	1.6~1.8	1.7	5.1	86.6
46	4-硝基苯胺	2.0	1.6~1.7	1.6	3.9	80.8
47	4,6-二硝基-2-甲基苯酚	2.0	1.6~1.8	1.6	4.9	82.6
48	偶氮苯	2.0	1.1~1.3	1.2	7.4	59.8
49	2,4,6-三溴苯酚（替代物）	2.0	1.6~1.8	1.7	4.2	84.5
50	4-溴苯基-苯基醚	2.0	1.6~1.8	1.7	5.2	84.5
51	六氯苯	2.0	1.7~1.9	1.8	5.1	87.8
52	五氯苯酚	2.0	1.8~2.0	1.9	4.9	93.6
53	菲	2.0	1.7~1.9	1.8	3.8	89.9
54	蒽	2.0	1.8~1.9	1.9	2.8	93.6
55	咔唑	2.0	1.7~1.9	1.8	2.9	89.4
56	邻苯二甲酸二正丁酯	2.0	1.8~1.9	1.8	4.1	92.2
57	荧蒽	2.0	0.9~1.9	1.6	25	80.1
58	芘	2.0	0.9~1.9	1.6	26	78.4
59	4,4'-三联苯-d14（替代物）	2.0	1.8~2.0	1.9	4.8	95.7
60	邻苯二甲酸丁基苄基酯	2.0	2.0~2.2	2.1	5.0	104
61	苯并[a]蒽	2.0	1.8~1.9	1.9	2.2	94.1
62	蒎	2.0	1.7~1.9	1.8	3.2	89.1
63	邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯	2.0	1.7~1.9	1.8	3.2	89.1
64	邻苯二甲酸二正辛酯	2.0	1.5~1.8	1.6	6.1	80.3
65	苯并[b]荧蒽	2.0	1.6~1.9	1.8	7.0	90.8
66	苯并[k]荧蒽	2.0	1.6~2.0	1.8	7.8	91.9
67	苯并[a]芘	2.0	1.6~1.9	1.8	7.3	90.0
68	茚并[1,2,3-cd]芘	2.0	1.7~1.9	1.8	4.7	88.8
69	二苯并[a,h]蒽	2.0	1.6~1.9	1.8	8.1	89.8
70	苯并[g,h,i]芘	2.0	1.6~1.9	1.8	5.0	88.6

注：上述数据为取 100 ml 澄清的生化污泥浸出液加标后，液液萃取-氮吹浓缩定容至 10.0 ml，气相色谱-质谱全扫描检测方式分析获得。