

团 体 标 准

T/GAIA XXX—XXXX

固体废物 挥发性有机物的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法

Solid waste -Determination of 66 volatile organic compounds-
Purge and trap gas chromatography mass spectrometry

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

广东省分析测试协会 发 布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由广东省分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：广东省科学院测试分析研究所（中国广州分析测试中心）、广东中健检测技术有限公司、广州禹航环境科技有限公司、广东南粤检测有限公司、广东粤丘检测科技有限公司、中环联（广州）环境保护有限公司。

本文件主要起草人：本文件主要起草人：马名扬、黄宏、范文华、黄侦玉、白子杰、吴金凤、李全祥、李富明、李海平、刘文广、黄志刚、詹学清、华国东、陈丽丽、丘永清、张京涛、齐彩亚，路诗玥、李争辉、张美灵、黄韶媛。

固体废物 挥发性有机物的测定吹扫捕集/气相色谱-质谱法

1 范围

本文件规定了测定固体废物中挥发性有机物的顶空/气相色谱-质谱法。

本文件适用于固体废物和固体废物浸出液中66种挥发性有机物的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

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 原理

样品中的挥发性有机物用氦气吹扫出来，吸附于捕集管中，将捕集管加热并用氦气反吹，捕集管中的挥发性有机物被热脱附出来，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 试剂与材料

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（CH₃OH）：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℃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、氯苯-d₅ 和 1,4-二氯苯-d₄ 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： $\rho=2000\text{ mg/L}$ 。

选用二溴氟甲烷、甲苯-d8 和 4-溴氟苯作为替代物。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 仪器与设备

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 μm ，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 μL 、25 μL 、100 μL 、250 μL 、500 μL 和 1000 μL 。

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 ± 0.05 。

5.12 便携式冷藏箱：容积 20 L，温度 4 $^{\circ}\text{C}$ 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 样品准备

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有机物测定的便携式 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有机物含量测定结果大于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 样品的采集

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 ℃保存，保存期为14d。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 ℃保存，保存期为14d。

在分析前将提取液恢复至室温后，向样品瓶（5.3）中加入5g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 空白样品

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。

6.4.3 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: 30 ℃吹扫时间: 15 min; 干吹时间: 2 min; 脱附温度: 230 ℃
脱附时间: 3 min; 烘烤温度: 280 ℃烘烤时间: 2 min; 传输线温度: 140 ℃

7.1.2 气相色谱仪参考条件

程序升温: 50 $^{\circ}\text{C}$ (2) $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 200 $^{\circ}\text{C}$ (2)

进样口温度: 200 °C 进样方式: 分流进样(10:1); 载气: 氦气; 接口温度: 230 °C 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 °C 传输线温度: 230 °C 电子加速电压: 70 eV; 检测方式: 选择全扫描 (Scan) 和选择离子扫描 (SIM) 模式; 质量范围: 35~300 amu。

7.2 校准

7.2.1 质谱性能检查

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

序号	质量	相对强度	序号	质量	相对强度
1	50	质量 95 的 8%~40%	6	174	大于质量 95 的 50%
2	75	质量 95 的 30%~80%	7	175	质量 174 的 5%~9%
3	95	基峰, 100%相对丰度	8	176	质量 174 的 93%~101%
4	96	质量 95 的 5%~9%	9	177	质量 176 的 5%~9%
5	173	小于质量 174 的 2%	-	-	-

7.2.2 校准曲线的绘制

7.2.2.1 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。

7.2.2.2 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5.0mL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 $\mu\text{g/L}$ 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（ $\mu\text{g/L}$ ）与内标物浓度的比值为横坐标，绘制校准曲线。目标化合物的总离子流色谱图见附录D。

7.2.2.3 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 ≥ 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 样品检测

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 ± 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

$$RRT = \frac{RT_x}{RT_{IS}} \dots\dots\dots (1)$$

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（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）

$$Q = \frac{A_q}{A_t} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A_t ——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。

目标物(或替代物)质量 m_i 的计算

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。
低含量样品中挥发性有机物的含量,按照公式(8)进行计算。

$$\omega = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ω ——样品中目标物的含量, $\mu\text{g/kg}$;

m_1 ——样品中目标物(或替代物)的量, ng ;

m ——采样量, g ;

高含量样品中挥发性有机物的含量,按照公式(9)进行计算。

$$\omega = \frac{m_1 \times V_c \times f}{V_s \times m} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ω ——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, ng ;

V_c ——提取液体积, mL ;

m ——采样量, g ;

V_s ——用于吹扫的提取液体积, mL ;

f ——提取液的稀释倍数。

固体废物浸出液的结果计算

测定固体废物浸出液时,挥发性有机物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

6个实验室分别对66种挥发性有机物加标浓度为20 µg/L、100 µg/L、150 µg/L的固废浸出液加标样品重复测定6次：实验室内相对标准偏差分别为0.40 %~24 %、0.80 %~16 %、0.40 %~18 %；实验室间相对标准偏差分别为2.9 %~18 %、3.5 %~14 %、2.1 %~14 %；重复性限分别为2.8 µg/L~8.7 µg/L、13 µg/L~30 µg/L、16 µg/L~46 µg/L；再现性限分别为4.5 µg/L~11 µg/L、17 µg/L~48 µg/L、20 µg/L~54 µg/L，详见附录C.1。

6个实验室分别对66种挥发性有机物加标浓度为20 µg/kg、100 µg/kg、150 µg/kg的固体废物加标样品重复测定6次：实验室内相对标准偏差分别为1.2 %~25 %、0.90 %~36 %、0.60 %~17 %；实验室间相对标准偏差分别为6.9 %~28 %、4.8 %~27 %、4.2 %~29 %；重复性限分别为2.8 µg/kg~13 µg/kg、14 µg/kg~43 µg/kg、20 µg/kg~56 µg/kg；再现性限分别为5.0 µg/kg~22 µg/kg、19 µg/kg~66 µg/kg、29 µg/kg~93 µg/kg，详见附录C.2。

9.2 正确度

6个实验室对66种挥发性有机物加标浓度为20 µg/L、100 µg/L、150 µg/L的固废浸出液加标样品重复测定6次：加标回收率范围分别为85.8 %~116 %、92.3 %~113 %、84.8 %~108 %，详见附录C.1。

6个实验室对66种挥发性有机物加标浓度为20 µg/kg、100 µg/kg、150 µg/kg的固体废物样品加标重复测定6次：加标回收率范围分别为87.3 %~108 %、86.8 %~117 %、77.0 %~110 %，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 $\leq 40\%$ 。

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)

方法检出限和测定下限

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 方法的检出限和测定下限

序号	化合物	英文名称	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	2.8	11.2	1.5	6.0
2	氯甲烷	chloromethane	2.0	8.0	2.6	10.4
3	氯乙烯	Chloroethene	2.2	8.8	1.5	6.0
4	溴甲烷	bromomethane	3.8	15.2	1.6	6.4
5	氯乙烷	chloroethane	2.7	10.8	2.4	9.6
6	三氯氟甲烷	trichlorofluoromethane	2.2	8.8	2.1	8.4
7	1,1-二氯乙烯	1,1-dichloroethene	2.0	8.0	1.7	6.8
8	丙酮	acetone	4.1	16.4	2.5	10.0
9	碘甲烷	iodo-methane	2.8	11.2	2.5	10.0
10	二硫化碳	carbon disulfide	1.8	7.2	1.4	5.6
11	二氯甲烷	methylene chloride	3.1	12.4	2.0	8.0
12	丙烯腈	Acrylonitrile	2.9	11.6	2.5	10.0
13	反式-1,2-二氯乙烯	Trans-1,2-dichloroethene	2.3	9.2	1.5	6.0
14	1,1-二氯乙烷	1,1-dichloroethane	2.9	11.6	1.4	5.6
15	2,2-二氯丙烷	2,2-dichloropropane	1.5	6.0	1.6	6.4
16	顺式-1,2-二氯乙烯	cis-1,2-dichloroethene	1.6	6.4	1.5	6.0
17	2-丁酮	2-butanone	2.5	10.0	2.3	9.2
18	溴氯甲烷	bromochloromethane	1.7	6.8	1.6	6.4
19	氯仿	chloroform	3.0	12.0	1.4	5.6
20	1,1,1-三氯乙烷	1,1,1-trichloroethane	2.2	8.8	1.7	6.8
21	四氯化碳	carbon tetrachloride	1.3	5.2	2.0	8.0
22	1,1-二氯丙烯	1,1-dichloropropene	3.7	14.8	2.5	10.0
23	苯	benzene	2.0	8.0	1.8	7.2
24	1,2-二氯乙烷	1,2-dichloroethane	2.0	8.0	1.8	7.2
25	三氯乙烯	trichloroethylene	2.7	10.8	1.5	6.0
26	1,2-二氯丙烷	1,2-dichloropropane	2.0	8.0	1.8	7.2
27	二溴甲烷	dibromomethane	1.9	7.6	1.9	7.6
28	一溴二氯甲烷	bromodichloromethane	1.9	7.6	2.1	8.4
29	4-甲基-2-戊酮	4-methyl-2-pentanone	3.2	12.8	1.7	6.8
30	甲苯	toluene	2.5	10.0	1.1	4.4
31	1,1,2-三氯乙烷	1,1,2-trichloroethane	3.1	12.4	1.7	6.8
32	四氯乙烯	tetrachloroethylene	2.3	9.2	1.2	4.8
33	1,3-二氯丙烷	1,3-dichloropropane	2.5	10.0	1.6	6.4
34	2-己酮	2-hexanone	2.0	8.0	1.3	5.2
35	二溴氯甲烷	dibromochloromethane	1.8	7.2	1.4	5.6
36	1,2-二溴乙烷	1,2-dibromoethane	2.5	10.0	1.2	4.8
37	氯苯	Chlorobenzene	2.3	9.2	1.1	4.4
38	1,1,1,2-四氯乙烷	1,1,1,2-tetrachloroethane	1.9	7.6	2.0	8.0
39	乙苯	ethylbenzene	1.8	7.2	0.9	3.6
40	1,1,2-三氯丙烷	1,1,2-trichloropropane	2.1	8.4	1.2	4.8
41/42	间,对-二甲苯	m,p-xylene	4.0	16.0	2.9	11.6

序号	化合物	英文名称	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 ($\mu\text{g/L}$)
43	邻-二甲苯	o-xylene	1.8	7.2	1.4	5.6
44	苯乙烯	styrene	1.9	7.6	1.7	6.8
45	溴仿	bromoform	1.6	6.4	1.9	7.6
46	异丙苯	isopropylbenzene	1.8	7.2	1.4	5.6
47	溴苯	bromobenzene	2.0	8.0	1.9	7.6
48	1,1,2,2-四氯乙烷	1,1,2,2-tetrachloroethane	2.1	8.4	2.0	8.0
49	1,2,3-三氯丙烷	1,2,3-trichloropropane	1.5	6.0	2.0	8.0
50	正丙苯	n-propylbenzene	1.9	7.6	2.2	8.8
51	2-氯甲苯	2-chlorotoluene	2.1	8.4	2.2	8.8
52	1,3,5-三甲基苯	1,3,5-trimethylbenzene	1.8	7.2	1.5	6.0
53	4-氯甲苯	4-chlorotoluene	1.5	6.0	1.8	7.2
54	叔丁基苯	Tert-butylbenzene	1.2	4.8	2.0	8.0
55	1,2,4-三甲基苯	1,2,4-trimethylbenzene	1.5	6.0	1.6	6.4
56	仲丁基苯	Sec-butylbenzene	1.5	6.0	2.1	8.4
57	1,3-二氯苯	1,3-dichlorobenzene	1.4	5.6	1.7	6.8
58	4-异丙基甲苯	p-isopropyltoluene	1.8	7.2	2.1	8.4
59	1,4-二氯苯	1,4-dichlorobenzene	2.4	9.6	1.8	7.2
60	正丁基苯	n-butylbenzene	1.7	6.8	1.6	6.4
61	1,2-二氯苯	1,2-dichlorobenzene	1.7	6.8	2.0	8.0
62	1,2-二溴-3-氯丙烷	1,2-dibromo-3-chloropropane	1.3	5.2	1.9	7.6
63	1,2,4-三氯苯	1,2,4-trichlorobenzene	1.5	6.0	2.1	8.4
64	六氯丁二烯	hexachlorobutadiene	1.7	6.8	2.3	9.2
65	萘	naphthalene	2.4	9.6	2.2	8.8
66	1,2,3-三氯苯	1,2,3-trichlorobenzene	1.9	7.6	1.9	7.6

附录 B

(规范性)

目标物的质谱参考信息

目标物的保留时间、定量离子和辅助离子信息，见附表 B.1。

附表 B.1 目标物的质谱参考信息

序号	中文名称	英文名称	CAS号	类型	保留时间/min	定量离子	定性离子
1	二氯二氟甲烷	dichlorodifluoromethane	75-71-8	目标物	4.115	85	87
2	氯甲烷	chloromethane	74-87-3	目标物	4.542	50	52
3	氯乙烯	Chloroethene	75-01-4	目标物	4.792	62	64
4	溴甲烷	bromomethane	74-83-9	目标物	5.468	94	96
5	氯乙烷	chloroethane	75-00-3	目标物	5.693	64	66
6	三氯氟甲烷	trichlorofluoromethane	75-69-4	目标物	6.216	101	103
7	1,1-二氯乙烯	1,1-dichloroethene	75-35-4	目标物	7.241	96	61,63
8	丙酮	acetone	67-64-1	目标物	7.333	58	43
9	碘甲烷	iodo-methane	74-88-4	目标物	7.550	142	127,141
10	二硫化碳	carbon disulfide	75-15-0	目标物	7.705	76	78
11	二氯甲烷	methylene chloride	75-09-2	目标物	8.154	84	86,49
12	丙烯腈	Acrylonitrile	107-13-1	目标物	8.618	53	52,51
13	反式-1,2-二氯乙烯	Trans-1,2-dichloroethene	156-60-5	目标物	8.680	96	61,98
14	1,1-二氯乙烷	1,1-dichloroethane	75-34-3	目标物	9.485	63	65,83
15	2,2-二氯丙烷	2,2-dichloropropane	594-20-7	目标物	10.614	77	97
16	顺式-1,2-二氯乙烯	cis-1,2-dichloroethene	156-59-2	目标物	10.599	96	61,98
17	2-丁酮	2-butanone	78-93-3	目标物	10.676	72	43
18	溴氯甲烷	bromochloromethane	74-97-5	目标物	11.538	128	49,130
19	氯仿	chloroform	67-66-3	目标物	11.094	83	85
20	二溴氟甲烷	dibromofluoromethane	1868-537	替代物1	11.203	113	—
21	1,1,1-三氯乙烷	1,1,1-trichloroethane	71-55-6	目标物	11.630	97	99,61
22	四氯化碳	carbon tetrachloride	56-23-5	目标物	11.983	117	119
23	1,1-二氯丙烯	1,1-dichloropropene	563-58-6	目标物	11.957	75	110,77
24	苯	benzene	71-43-2	目标物	12.401	78	—
25	1,2-二氯乙烷	1,2-dichloroethane	107-06-2	目标物	12.415	62	98
26	氟苯	fluorobenzene	462-06-6	内标1	12.951	96	—
27	三氯乙烯	trichloroethylene	79-01-6	目标物	13.736	95	97, 130
28	1,2-二氯丙烷	1,2-dichloropropane	78-87-5	目标物	14.246	63	112
29	二溴甲烷	dibromomethane	74-95-3	目标物	14.507	93	95,174
30	一溴二氯甲烷	bromodichloromethane	75-27-4	目标物	14.821	83	85,127
31	4-甲基-2-戊酮	4-methyl-2-pentanone	108-10-1	目标物	16.508	100	43
32	甲苯-D8	toluene-d8	2037-265	替代物2	16.181	98	—
33	甲苯	toluene	108-88-3	目标物	16.665	92	91
34	1,1,2-三氯乙烷	1,1,2-trichloroethane	79-00-5	目标物	17.616	83	97,85
35	四氯乙烯	tetrachloroethylene	127-18-4	目标物	18.016	164	129,131
36	1,3-二氯丙烷	1,3-dichloropropane	142-28-9	目标物	18.046	76	78
37	2-己酮	2-hexanone	591-78-6	目标物	18.206	43	58,57
38	二溴氯甲烷	dibromochloromethane	124-48-1	目标物	18.626	129	127
39	1,2-二溴乙烷	1,2-dibromoethane	106-93-4	目标物	18.956	107	109,188
40	氯苯-D5	Chlorobenzene-d5	3114-554	内标2	20.136	117	—
41	氯苯	Chlorobenzene	108-90-7	目标物	20.216	112	77,114
42	1,1,1,2-四氯乙烷	1,1,1,2-tetrachloroethane	630-20-6	目标物	20.406	131	133,119
43	乙苯	ethylbenzene	100-41-4	目标物	20.476	106	91
44	1,1,2-三氯丙烷	1,1,2-trichloropropane	598-77-6	目标物	20.516	63	—

序号	中文名称	英文名称	CAS号	类型	保留时间 /min	定量 离子	定性离子
45/46	间,对-二甲苯	m,p-xylene	108-38-3 106-42-3	目标物	20.787	106	91
47	邻-二甲苯	o-xylene	95-47-6	目标物	21.870	106	91
48	苯乙烯	styrene	100-42-5	目标物	21.897	104	78
49	溴仿	bromoform	75-25-2	目标物	22.420	173	175,254
50	异丙苯	isopropylbenzene	98-82-8	目标物	22.865	105	120
51	4-溴氟苯	4-bromofluorobenzene	460-00-4	替代物3	23.742	95	174,176
52	溴苯	bromobenzene	108-86-1	目标物	23.310	156	77,158
53	1,1,2,2-四氯乙烷	1,1,2,2-tetrachloroethane	79-34-5	目标物	23.677	83	131,85
54	1,2,3-三氯丙烷	1,2,3-trichloropropane	96-18-4	目标物	23.821	75	77
55	正丙苯	n-propylbenzene	103-65-1	目标物	24.017	91	120
56	2-氯甲苯	2-chlorotoluene	95-49-8	目标物	24.279	91	126
57	1,3,5-三甲基苯	1,3,5-trimethylbenzene	108-67-8	目标物	24.514	105	120
58	4-氯甲苯	4-chlorotoluene	106-43-4	目标物	24.580	91	126
59	叔丁基苯	Tert-butylbenzene	98-06-6	目标物	25.443	119	91,134
60	1,2,4-三甲基苯	1,2,4-trimethylbenzene	95-63-6	目标物	25.587	105	120
61	仲丁基苯	Sec-butylbenzene	135-98-8	目标物	26.085	105	134
62	1,3-二氯苯	1,3-dichlorobenzene	541-73-1	目标物	26.412	146	111,148
63	4-异丙基甲苯	p-isopropyltoluene	99-87-6	目标物	26.490	119	134,91
64	1,4-二氯苯-D4	1,4-dichlorobenzene-d4	3855-82-1	内标3	26.595	152	115,150
65	1,4-二氯苯	1,4-dichlorobenzene	106-46-7	目标物	26.661	146	111,148
66	正丁基苯	n-butylbenzene	104-51-8	目标物	27.681	91	92,134
67	1,2-二氯苯	1,2-dichlorobenzene	95-50-1	目标物	27.747	146	111,148
68	1,2-二溴-3-氯丙烷	1,2-dibromo-3-chloropropane	96-12-8	目标物	30.011	75	155,157
69	1,2,4-三氯苯	1,2,4-trichlorobenzene	120-82-1	目标物	32.470	180	182,145
70	六氯丁二烯	hexachlorobutadiene	87-68-3	目标物	32.971	225	223,227
71	萘	naphthalene	91-20-3	目标物	33.199	128	—
72	1,2,3-三氯苯	1,2,3-trichlorobenzene	87-61-6	目标物	33.910	180	182,145

附录 C
(资料性)
方法精密度和正确度

本方法的精密度和正确度见表 C.1 和表 C.2。

表 C.1 固体废物浸出液方法的精密度和正确度

序号	化合物	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 $R/(\mu\text{g/L})$	固体废物加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}} / \%$
1	二氯二氟甲烷	18.2	3.5~8.6	11	3.1	6.2	85.8±37.8
		98.4	2~9.6	10	17	32	104.8±28.6
		140	2.7~6.3	6.4	17	29	87.8±17.9
2	氯甲烷	19.0	3.4~12.5	15	4.2	9.0	97.3±37
		105	3.9~8.4	11	19	36	105±27.2
		147	1~17.2	5.5	35	39	95.7±21.6
3	氯乙烯	19.1	4.5~10.5	12	4.5	7.6	106.3±21.2
		105	1~8.1	6.3	18	25	105±25.6
		148	1.4~10.8	6.6	23	35	89.3±17.7
4	溴甲烷	20.1	5.6~8.2	10	3.9	6.7	96.7±32.8
		97.9	4.2~14.8	9.8	25	35	92.3±28
		144	1.5~18	7.2	34	43	96.5±24.7
5	氯乙烷	19.7	1.5~15.5	18	4.5	11	95.2±32
		105	2.2~15	5.0	28	29	109.5±26.9
		146	1.6~7.3	10	20	46	84.8±35.7
6	三氯氟甲烷	20.1	2.4~12.7	13	3.6	8.1	104.3±27.4
		108	1~14.2	8.1	24	33	108±24.1
		146	1.8~12.1	5.8	27	34	87.3±15.4
7	1, 1-二氯乙烯	19.1	4.8~13	11	5.6	7.8	95.5±29.7
		105	1.8~12.3	5.5	21	25	101.2±13.5
		148	2~14.7	8.6	27	43	85.5±13.8

序号	化合物	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 $R/(\mu\text{g/L})$	固体废物加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
8	丙酮	18.3	5.6~11.4	9.0	4.8	6.4	97±33.3
		103	2.4~11.4	5.6	26	29	101.8±20.3
		146	3.2~16.2	6.0	40	44	91.8±16.9
9	碘甲烷	19.1	2.6~11.2	12	4.5	7.3	96.2±35.3
		108	2.3~12.5	7.1	22	29	106.8±22.2
		151	0.9~16.9	4.7	37	39	91.3±25.8
10	二硫化碳	19.5	5~10	11	4.2	7.0	106.7±18.5
		105	2.7~16.2	9.6	22	35	104.2±31.4
		155	3.2~8.6	6.3	24	35	104.2±17.9
11	二氯甲烷	20.4	3.5~9.8	8.8	4.2	6.4	103±26.6
		105	1.9~13.3	6.2	24	29	109.8±18.7
		152	1.4~17.5	6.2	34	41	107.7±14.7
12	丙烯腈	18.0	3.8~12.4	10	4.2	6.4	97±28.2
		106	2.2~14.9	8.3	23	33	112.3±19.2
		153	1.1~10	7.4	23	38	100.8±30.5
13	反式-1,2-二氯乙烯	20.2	2.7~10.4	9.3	3.9	6.4	106.7±30.8
		106	2~9.4	6.0	17	24	108±21
		152	2~12.2	6.9	33	42	96.5±15.9
14	1,1-二氯乙烷	17.8	4.1~19.5	14	4.8	8.1	92±23.1
		105	1.3~8.9	7.8	13	26	107.7±27.2
		152	3.3~10.7	7.7	25	40	94.8±37.1
15	2,2-二氯丙烷	18.4	4.8~8.2	17	3.4	9.0	100.7±33.6
		103	1.6~9	7.6	20	29	107±24.1
		146	2.6~13.5	3.7	29	30	98.7±16.4
16	顺式-1,2-二氯乙烯	16.9	2.3~17.8	18	6.2	10	88±26.1
		105	1.9~11.4	14	22	45	108.8±26.2
		146	2.5~12.4	8.0	30	43	92.5±23.2
17	2-丁酮	19.9	1.8~10.7	9.4	3.6	6.2	107.7±20.9
		106	1.4~6.8	8.7	14	29	107.5±25.4
		148	3~15.1	7.1	34	43	91.8±23.1

序号	化合物	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 $R/(\mu\text{g/L})$	固体废物加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
18	溴氯甲烷	20.7	1.1~14	11	3.9	7.6	109±24.6
		106	1.8~9.4	5.4	19	23	108.3±18.2
		151	3~18.1	3.4	37	37	99.3±26.9
19	氯仿	19.4	1.5~7.7	7.4	2.8	4.8	105.5±20.6
		103	1.6~9.8	6.2	16	23	105.5±22
		152	3~12.6	6.2	31	39	98.7±26.3
20	1,1,1-三氯乙烷	18.4	2.2~15.3	9.1	4.8	6.4	100.5±17
		104	1.9~9.5	8.9	16	29	104.3±22.4
		156	3.2~9.4	14	24	39	93.2±32
21	四氯化碳	19.0	4.5~23.5	15	5.6	9.5	94.3±26.3
		104	1.6~9.8	6.8	17	25	106.2±23.1
		152	1.8~15.9	6.3	32	40	96.5±16.2
22	1,1-二氯乙烯	19.0	0.8~10.5	10	3.6	6.4	97.8±19.2
		107	1.5~6.7	7.9	15	28	112.5±21.3
		154	3.3~8.9	3.7	25	28	103.2±13.4
23	苯	20.2	0.8~10.1	13	3.4	8.1	108.8±19.3
		107	1.8~8.8	5.7	19	25	112.5±24.9
		152	3.7~17.9	5.1	41	43	98.5±25
24	1,2-二氯乙烷	19.1	1.2~9.6	17	3.6	9.8	94±19.1
		103	1.4~9	9.2	19	31	107.7±26.4
		149	1.9~11.9	3.6	28	30	98±25
25	三氯乙烯	18.9	1.6~8.7	17	3.4	9.8	101.8±23.7
		106	1.1~9.3	8.5	21	31	111.3±19.4
		153	2.7~7.9	2.6	23	24	103.8±20
26	1,2-二氯丙烷	19.9	2.4~7.2	14	3.1	8.1	105.3±9.5
		103	1.6~9.7	5.7	20	24	103.5±16.7
		149	1.7~9.4	6.9	30	40	91.8±26.5
27	二溴甲烷	19.4	1.2~19.7	18	4.8	11	102.7±33.5
		102	1.3~9.8	3.5	15	17	102.5±12

序号	化合物	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 $R/(\mu\text{g/L})$	固体废物加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
		150	3~10.8	5.2	29	34	98.7±32.1
28	一溴二氯甲烷	18.9	4.6~11.2	14	4.5	8.4	99±29.2
		102	1~11.7	7.3	22	29	105.3±19.6
		155	0.7~16.2	6.5	35	43	98.8±21.1
		19.7	0.4~13.1	6.0	5.0	5.6	105.8±18.5
29	4-甲基-2-戊酮	104	2.3~13.4	6.5	24	29	103±28.6
		153	2.8~8.9	4.6	23	28	101.7±34.9
		19.8	2.1~13.1	3.4	5.0	5.0	104.8±22.4
30	甲苯	99.2	2.1~14.3	8.0	26	32	96.8±31
		148	0.8~10.7	8.5	29	44	98±24.7
		18.5	1.2~12.5	9.0	4.8	6.4	102.7±25.7
31	1, 1, 2-三氯乙烷	103	2.2~14.2	7.8	23	31	106.2±29.5
		149	3.1~7.9	2.1	20	20	87.3±23.5
		19.7	2.4~19.4	5.0	5.9	6.2	107.2±16.1
32	四氯乙烯	101	2.4~14.8	5.5	24	27	101.5±17.8
		149	1.4~9.7	6.9	23	36	97.7±13.6
		17.9	4~15.5	12	5.0	7.8	98.5±20
33	1, 3-二氯丙烷	101	0.9~13.8	9.8	27	37	98.7±23
		153	0.9~6.4	6.7	16	32	100±22.9
		18.9	2.3~18.1	11	5.6	7.8	104.2±26
34	2-己酮	98.0	2.2~13.9	8.1	22	30	98.3±26.8
		144	1~8.6	8.7	21	40	95.7±22.5
		19.1	2.4~10.6	8.6	3.6	5.9	103.7±20.5
35	二溴氯甲烷	104	2.3~11.7	6.5	22	27	100.3±22.8
		154	1.4~9.5	6.7	28	39	101.7±27.2
		20.1	0.8~12	3.2	4.5	4.5	103.5±15.8
36	1, 2-二溴乙烷	105	2.5~9.2	5.2	20	24	103.7±29
		153	2.6~9.6	3.2	23	25	96.2±22
		19.3	0.9~11.3	6.8	3.6	5.0	107.3±21.3
37	氯苯						

序号	化合物	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 $R/(\mu\text{g/L})$	固体废物加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
		103	2.3~15.8	9.2	27	36	103.3±29
		145	1.5~7.4	7.6	17	34	95.8±12.2
38	1, 1, 1, 2-四氯乙烷	18.8	0.7~11.1	4.7	4.2	4.5	101.2±25.1
		104	2.2~14.1	5.8	22	26	99.5±22.9
		153	3~10.9	5.5	24	33	95.8±19.6
39	乙苯	20.1	0.9~11.2	7.7	3.9	5.6	109.5±23.5
		104	2.3~12.3	5.6	20	25	104.5±19.2
		150	0.9~8.8	5.2	23	30	98.8±29.3
40	1, 1, 2-三氯丙烷	38.5	3.3~11.6	5.2	8.7	9.8	102±27.2
		206	2.5~8.1	6.8	30	48	103.5±21
		301	2.6~8.2	7.4	46	30	96.8±26.1
41/42	间, 对-二甲苯	18.3	0.7~11.1	6.8	3.9	5.0	99.8±24.3
		105	2.2~9.1	4.7	18	21	101.7±24.3
		155	1.9~10.8	3.4	24	27	101±20.7
43	邻-二甲苯	18.7	0.6~11.5	4.4	4.5	4.8	103.2±23.5
		106	2.6~8.7	6.9	20	27	107±25.4
		154	1.7~8.7	6.8	25	37	107.3±22.5
44	苯乙烯	20.2	2~10.6	17	3.6	10	109.5±33
		97.1	2.7~13.6	8.7	27	34	97.2±32
		152	1.9~12.2	7.4	28	40	101.8±33.7
45	溴仿	18.5	1.4~10.5	8.5	3.4	5.3	103.5±8.1
		104	1.8~15.6	5.9	24	28	101.8±14.9
		155	2.1~8.8	5.0	23	30	98.5±16.8
46	异丙苯	19.9	2.4~14.1	5.1	4.2	4.8	109.2±15.9
		103	1.4~10.3	6.5	19	26	97.7±14.9
		155	0.9~8.5	4.3	19	26	97.8±16.7
47	溴苯	21.0	2.8~11.9	7.7	4.2	5.9	110.3±16.5
		107	1.9~10.8	5.9	23	27	106.3±19.2
		158	1.3~7.2	5.9	25	34	102.5±18.5

序号	化合物	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 $R/(\mu\text{g/L})$	固体废物加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}} / \%$
48	1, 1, 2, 2-四氯乙烷	21.5	2.7~9.4	10	3.9	7.3	109.5±10.3
		106	1.7~9.1	6.5	19	26	106±16.5
		157	1.2~13.3	2.7	33	33	100±22.1
49	1, 2, 3-三氯丙烷	19.9	0.8~10.2	10	3.6	6.4	111±14
		104	2.1~10.8	8.5	20	31	101.5±23.4
		152	1.9~7.4	3.6	20	24	91.5±13.2
50	正丙苯	20.3	1.4~13.7	7.2	4.8	5.9	111.8±11
		103	1.9~9.4	6.8	18	26	102.5±22.3
		152	2~8.2	3.2	20	23	90.7±11.8
51	2-氯甲苯	18.9	2.7~11.2	5.5	3.6	4.5	106.8±13.6
		103	2~8.8	7.1	18	26	105±18.8
		152	1.7~7.9	2.3	20	21	95.5±19.3
52	1, 3, 5-三甲基苯	20.2	2.5~14.2	7.2	4.2	5.6	107.3±17.6
		104	0.8~13.4	8.5	22	32	105.5±20.1
		148	0.4~8.5	4.7	18	26	89.5±11.5
53	4-氯甲苯	19.2	5.9~10.8	12	4.5	7.6	109.3±18.9
		105	1.7~11.2	7.2	22	29	106.2±19.5
		157	1.7~9.8	4.3	24	29	101.2±26.9
54	叔丁基苯	19.1	1.7~15.4	7.8	4.2	5.9	107.2±11.3
		102	2~8.6	4.3	17	20	103.3±22.9
		150	1.7~8.4	4.9	19	27	95±24.5
55	1, 2, 4-三甲基苯	19.5	1.8~12.9	10	4.2	6.7	108±24.9
		104	2~10.7	8.5	21	31	103.8±22.4
		153	1.8~7.2	3.6	17	22	94±31.3
56	仲丁基苯	19.9	2.7~13.6	7.9	4.2	5.9	109±11.5
		103	1.8~7.9	6.8	15	24	102.5±21.2
		148	0.8~8.2	8.0	20	38	97.2±21.6
57	1, 3-二氯苯	19.1	3.7~12.8	11	3.9	6.7	107.8±17
		104	1.1~9.4	8.4	18	29	104±24.2

序号	化合物	总平均值 (μ 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/(μ g/L)	再现性限 R/(μ g/L)	固体废物加标回收率 $\overline{P} \pm 2S_{\overline{P}} / \%$
		151	1~8.3	6.6	21	34	97.7±15.9
58	4-异丙基甲苯	20.2	1.6~12.9	8.0	3.9	5.9	108±6.7
		104	1.8~11.1	5.6	19	24	104.8±14.1
		152	0.6~8.4	5.0	20	28	96.7±18.2
		19.1	4~21.3	4.9	6.7	6.7	105±15.9
59	1,4-二氯苯	102	2.5~11.7	4.7	20	22	101.7±26.4
		151	2~9.2	4.8	24	30	95±19.5
		20.4	3.3~14.2	8.8	5.0	6.7	109±30.4
60	正丁基苯	103	1.8~12.6	8.7	23	33	102±29.1
		148	2~11.2	11	31	54	94.5±36.8
		20.4	3.4~13.2	2.9	4.8	4.8	112.7±9.2
61	1,2-二氯苯	104	2.8~8.3	6.2	17	24	103±22.5
		154	1~9.1	5.5	21	30	99.5±21.9
		19.3	5.8~10.4	6.9	4.2	5.3	108.5±15.1
62	1,2-二溴-3-氯丙烷	103	0.8~8.7	9.7	17	32	103±30.8
		159	1.3~11.2	5.9	31	39	101.2±23.2
		18.0	2.3~13.1	6.2	4.5	5.0	92.8±16.9
63	1,2,4-三氯苯	101	1.5~11	7.5	19	27	108±32.3
		156	0.6~15.3	7.8	31	44	101.2±32.4
		19.6	4.1~9.7	14	3.6	8.4	102.3±26.2
64	六氯丁二烯	102	2.6~8.4	11	19	35	100.5±19.7
		156	2.8~12.6	3.9	30	33	100.5±9.3
		19.5	3.7~11.4	10	5.0	7.0	116.2±24.3
65	萘	107	1.2~10.5	6.7	22	29	110±23.8
		157	0.5~9.4	5.0	27	33	99.3±35.6
		19.5	2.8~14.3	9.7	5.0	7.0	112±13.7
66	1,2,3-三氯苯	102	3.1~11.2	5.1	21	24	105.7±19.8
		152	1.7~14.5	8.9	30	47	99.3±26.3
		$\overline{P}$ 一个验证实验室加标回收率的均值； $S_{\overline{P}}$ 一个验证实验室加标回收率的标准偏差。					

表 C.2 固体废物方法的精密度和正确度

序号	化合物	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 $R/(\mu\text{g/kg})$	固体废物加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}} / \%$
1	二氯二氟甲烷	17.9	3.9~11.9	16	3.9	8.7	93.8±34.5
		99.2	2.6~13.8	15	21	47	93.8±24.6
		135	2.4~11.6	15	29	61	77±23.4
2	氯甲烷	18.7	3~18.8	19	5.6	11	92.3±40.2
		98.6	2.9~13	18	21	54	93.7±43
		143	3.8~10	9.0	31	46	88.2±14.7
3	氯乙烯	18.6	3~19.4	17	4.5	9.8	90.8±41.9
		103	1.8~16.1	16	22	50	98.3±36.1
		144	1.9~8.7	12	25	54	86.5±14.4
4	溴甲烷	18.7	3.2~21	13	6.7	9.2	93.2±25.3
		98.0	5~19.8	18	34	58	96.2±30.3
		146	2.1~11.2	15	29	66	102.7±26.6
5	氯乙烷	17.6	3.1~19.4	9.2	5.0	6.4	90±20.8
		105	6~11	20	26	63	99.8±49.6
		152	3.4~8.2	13	26	60	96.7±24.4
6	三氯氟甲烷	19.5	3.7~25.3	15	5.6	9.8	99±28.8
		111	2~9.6	18	20	58	100.8±37.8
		151	2.8~12.2	9.0	33	48	94.5±29.2
7	1, 1-二氯乙烯	20.1	4.2~20.5	16	7.3	11	102.2±33.3
		105	3.4~14.7	15	27	51	103.7±31.7
		144	1.8~15.3	9.9	41	55	85.2±27.1
8	丙酮	19.1	4.5~14.3	13	4.8	8.1	93.5±28.7
		104	1.6~19.5	15	26	51	108.7±27.5
		162	2.9~16	9.9	38	57	99±24.8
9	碘甲烷	19.4	5.4~14.9	20	5.6	12	96.3±34.3
		95.8	4.7~9.6	16	19	46	101±28.2
		131	2.7~8.7	23	23	57	87±41.7
10	二硫化碳	19.8	3.6~16.9	13	5.0	8.7	100.7±33.2
		106	3.9~15.2	13	26	45	103.5±29.3

序号	化合物	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 $R/\mu\text{g/kg}$	固体废物加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
		154	1.9~8.6	16	24	72	95.8±36.9
11	二氯甲烷	20.5	1.2~13.3	23	4.8	14	106.8±31.6
		104	3.4~17.1	18	22	56	116.7±22.4
		154	0.9~7.5	11	20	50	91.2±29
12	丙烯腈	18.8	1.9~17.7	21	5.0	12	105.5±35.4
		104	3.5~13.6	9.6	26	36	108±27.6
		148	1.3~10.6	7.9	26	40	91.5±30.1
13	反式-1,2-二氯乙烯	18.8	2.1~7.1	12	2.8	7.0	93.3±36.2
		108	4.4~8.3	11	19	37	100.2±32.8
		157	3.5~13.7	10	35	55	103±24.7
14	1,1-二氯乙烷	18.1	2.2~9.2	14	3.9	8.1	91±13.6
		97.0	2.8~14.4	16	24	48	99.7±41.9
		143	3~11.4	19	23	55	92.2±30.1
15	2,2-二氯丙烷	17.6	6.1~19	13	5.0	7.8	93±21.2
		102	2.4~9.5	6.0	18	24	108.2±32
		149	3.4~8.3	6.7	26	36	101.3±36.5
16	顺式-1,2-二氯乙烯	22.4	3~15.9	12	6.2	9.5	101.7±31.7
		113	1.8~9.8	9.2	22	35	114.5±30
		158	3.3~10.5	8.9	40	53	107.3±29.3
17	2-丁酮	18.5	3.9~11.9	14	3.9	8.4	95.7±36.5
		102	3.5~11.7	16	22	50	105.7±34.7
		145	2.5~14.8	11	34	54	97.5±29.1
18	溴氯甲烷	19.3	3~11.9	6.9	3.9	5.0	98.8±28.3
		104	2.2~10.7	9.4	21	34	97.3±21.6
		152	4~12.6	13	37	62	88.7±29.9
19	氯仿	18.7	3.4~14.4	11	4.2	7.0	100±18.9
		100	2.5~12.8	13	22	42	96.7±29.4
		145	1.9~7.2	15	24	63	85±15.8
20	1,1,1-三氯乙烷	18.2	2.2~16.2	12	4.2	7.3	101.2±31.2

序号	化合物	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 $R/\mu\text{g/kg}$	固体废物加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
		95.2	0.9~13.9	12	22	39	93.7±25.3
		137	0.6~8.9	12	29	52	84.8±13.6
21	四氯化碳	19.6	3.3~19.8	11	5.6	7.8	102.5±37.1
		96.2	1.2~12.2	14	21	43	99.2±14.3
		161	2.6~9.9	30	28	52	98.5±22.5
22	1, 1-二氯丙烯	18.7	3.6~10.9	11	3.9	6.7	96.8±36.1
		103	2.3~13.5	6.3	22	27	101.2±19.1
		149	2.5~12.9	7.1	30	40	92±20.6
23	苯	18.5	3.6~14.3	15	3.6	8.7	90.3±40.9
		105	3.5~11.7	9.1	25	35	105.7±19.7
		155	3.2~7.3	12	24	55	106.8±27.8
24	1, 2-二氯乙烷	19.2	6.1~12.8	17	4.5	9.8	96.2±21.8
		107	2~12.1	21	19	66	100±28.8
		164	1.9~8.6	31	25	55	92.5±27
25	三氯乙烯	17.8	3.6~13.6	7.9	3.9	5.3	89.2±19
		104	2.9~12.5	5.8	20	25	103.8±15.4
		155	3.8~9.2	9.3	28	49	102.5±20.5
26	1, 2-二氯丙烷	18.3	3.1~14.2	15	3.9	8.7	89±39
		96.4	3.9~21.1	15	33	50	100.8±28
		148	2.7~7.9	16	27	71	92.8±24.8
27	二溴甲烷	17.6	2.7~11	20	3.6	10	96±36.7
		91.0	3.7~16.5	19	26	53	94±32
		145	1.3~8	9.3	27	45	100.5±17.7
28	一溴二氯甲烷	18.2	2.3~13.9	16	4.5	9.2	89.2±42.4
		103	2.5~15.5	14	30	48	105.5±29.4
		165	3.3~9.9	11	33	58	109.7±35.3
29	4-甲基-2-戊酮	19.1	3.4~12.3	14	3.1	7.6	98.8±33.2
		108	3.8~14.7	11	23	40	100.3±19.6
		158	2.3~12	8.6	33	48	101.2±22.2

序号	化合物	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 $R/\mu\text{g/kg}$	固体废物加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
30	甲苯	17.4	4.1~9.4	11	2.8	5.9	89.2±22.2
		92.5	2.9~8.8	16	15	44	95.8±17.6
		140	1.4~12.8	4.2	26	29	91.7±8.4
31	1, 1, 2-三氯乙烷	18.7	3.2~17.1	8.1	4.5	5.9	94.5±29.6
		105	3.8~7.8	14	18	44	97.8±32.6
		156	4.4~10.9	14	37	69	104±32.5
32	四氯乙烯	18.9	4.2~14.3	15	3.6	8.7	98.2±40.8
		102	2.4~10.1	8.3	16	27	102.3±28.9
		147	4.2~11.2	8.6	32	46	97.3±26.5
33	1, 3-二氯丙烷	19.7	6~11.9	14	4.8	8.7	101.5±36.1
		107	2.2~13	8.0	20	30	109.2±15.3
		155	0.9~11.6	4.3	29	33	94.5±21.5
34	2-己酮	17.4	4.9~14.3	14	4.2	7.8	89.3±41.7
		86.9	4~8	16	14	42	92.7±32.7
		132	1.9~12.9	17	32	68	94.7±22.9
35	二溴氯甲烷	16.6	5.2~11.6	9.6	3.9	5.9	87.3±34.4
		95.1	2.6~15	8.5	22	30	99.2±14.8
		143	3.2~13.7	9.9	36	52	92.2±12.4
36	1, 2-二溴乙烷	17.4	3.7~13.5	16	4.2	8.7	95.8±33.8
		95.6	2.6~31.8	14	30	46	92±8.7
		138	2.7~6.6	11	23	47	95.7±22.6
37	氯苯	18.5	3~10.5	14	2.8	7.8	91.2±34.6
		93.1	2.8~16.3	7.9	26	32	91±20.7
		137	2.6~12.8	11	24	47	88±28.9
38	1, 1, 1, 2-四氯乙烷	17.1	3.2~15.8	10	4.2	6.4	91.8±46.6
		102	3.9~19.6	11	28	40	98.8±31.4
		152	3.2~10.5	11	31	55	104±32.4
39	乙苯	18.0	2.7~12.2	12	3.9	7.0	96.7±40.4
		102	3.2~13.4	16	21	49	98.3±19.7

序号	化合物	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 $R/\mu\text{g/kg}$	固体废物加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
		145	3.2~9.3	7.9	28	41	100±22.9
40	1, 1, 2-三氯丙烷	34.8	3~23.7	19	13	22	94.5±30.6
		200	2.4~8.1	12	26	49	95.3±16.3
		301	2.7~13	4.4	56	63	100.3±29.2
41/42	间, 对-二甲苯	17.4	4.4~12.1	12	4.2	7.0	91.5±44
		104	3.6~8.7	7.6	18	27	105.5±28.8
		153	3.4~10.4	8.9	27	45	96.2±33.1
43	邻-二甲苯	16.3	4.1~13.5	19	3.4	9.0	93.2±35.6
		93.4	1.7~19.4	19	25	55	94.5±19.3
		137	1.3~9.6	16	20	62	93.5±28.1
44	苯乙烯	17.6	3.5~16.3	16	4.8	9.2	94.2±49.5
		88.6	3.8~20	9.6	23	32	87.5±8.5
		133	2.2~10.9	24	27	93	98.8±37.3
45	溴仿	19.5	2.9~7.8	32	2.8	18	90.7±28.7
		105	3.9~28.6	7.4	43	45	104.2±21.8
		156	3.4~8.7	5.4	29	35	97.5±23.9
46	异丙苯	18.0	3.9~15.1	13	4.2	7.6	97.8±29.5
		83.2	2~35.9	22	22	60	88.3±29.1
		125	1.9~10.9	20	23	71	96±24.3
47	溴苯	18.4	5.8~16.3	9.4	4.5	6.4	99±22.2
		92.2	3.8~9.9	8.0	17	26	88.5±19.7
		141	3.9~12.2	9.7	29	47	99.2±31.2
48	1, 1, 2, 2-四氯乙烷	21.1	3.1~17.4	16	6.2	11	108.3±22.1
		99.1	3.8~8.9	7.7	19	27	95.2±33.3
		136	4.2~10.1	13	30	58	88.7±30.7
49	1, 2, 3-三氯丙烷	20.9	3.4~15.5	23	3.6	14	99±43.5
		107	1.8~11.4	20	18	61	97±38.1
		147	3.7~17.3	9.9	38	53	101.7±34.2
50	正丙苯	20.7	1.6~17.5	20	4.2	12	103.3±38.4

序号	化合物	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 $R/\mu\text{g/kg}$	固体废物加标回收率 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}/\%$
		106	2.3~15.4	14	25	47	97.8±27.6
		144	3.5~8.8	7.7	24	38	98±28.7
51	2-氯甲苯	19.8	1.7~13.5	18	3.4	10	103.8±43.4
		100	2.8~11.9	14	21	43	98.2±40.9
		141	2.6~16.3	14	33	62	95.7±22.2
52	1, 3, 5-三甲基苯	21.1	4~10.9	16	4.2	10	105.8±39.1
		103	2.1~12.8	19	21	57	92±21.7
		140	3.8~8.6	11	25	50	94.7±25.9
53	4-氯甲苯	20.9	4.4~13.1	24	3.6	15	95±34.5
		108	2.1~12	26	20	57	105.2±36.2
		149	2.4~12.4	17	31	77	102.2±37.3
54	叔丁基苯	20.4	1.4~8.9	22	3.1	13	104±40.1
		102	2.2~17	18	24	56	95±25.7
		141	3~13.6	9.3	30	46	95.5±33.8
55	1, 2, 4-三甲基苯	20.2	3.1~12.9	28	3.6	16	100±40.5
		107	2~16.9	25	24	56	96±32.7
		146	3.1~11.9	11	33	56	102±13.7
56	仲丁基苯	18.0	5.1~17	12	4.8	7.3	94.5±43.8
		91.6	3.1~10.3	4.8	15	19	94.5±24.7
		129	2.2~7.7	14	23	55	94±28.4
57	1, 3-二氯苯	21.0	3.3~15.2	17	4.5	11	108.2±26.5
		104	3.7~13.3	21	22	63	92.2±26
		140	3.1~6.9	11	20	47	89.2±27.1
58	4-异丙基甲苯	17.9	4.5~15.7	15	4.5	8.7	94.8±37.7
		90.0	4~10.6	8.2	19	27	91.5±12.9
		131	3.4~8.1	18	26	72	98±24.9
59	1, 4-二氯苯	19.8	2.6~10.1	16	3.6	9.5	101.8±40.9
		98.7	2.8~12.7	15	20	45	98.5±41.7
		137	4.1~12	15	30	64	92±24.4

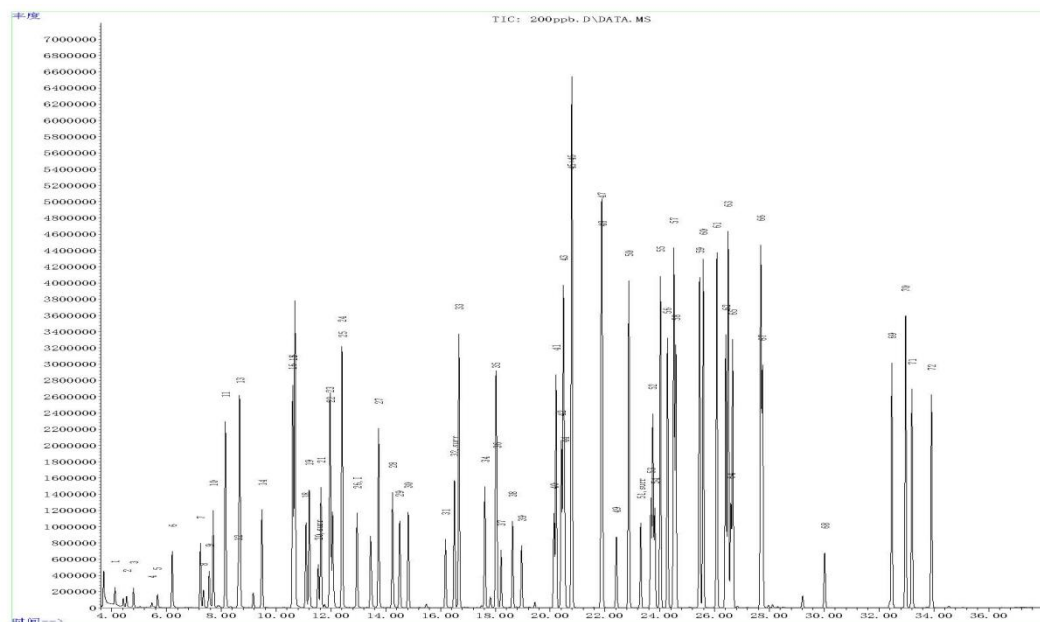
序号	化合物	总平均值 (μ g/kg)	实验室内 相对标准偏差/%	实验室间 相对标准偏差/%	重复性限 r/(μ g/kg)	再现性限 R/ μ g/kg)	固体废物加标回收率 $\overline{P} \pm 2S_{\overline{P}} / \%$
60	正丁基苯	18.2	3~14.3	10	5.3	7.0	92.2±30.4
		103	3.1~17.1	18	33	61	98.5±52.7
		140	3.3~14.9	9.2	31	45	93.5±30.3
61	1, 2-二氯苯	18.8	2.6~17.5	17	3.9	9.5	104.2±35.6
		94.4	3.6~19.6	21	22	60	86.8±23.1
		139	2.3~9.2	7.2	24	35	99.3±30.6
62	1, 2-二溴-3-氯丙烷	18.9	3.4~15.7	11	4.8	7.0	102.2±36.5
		94.1	3.2~11.4	22	21	60	101±27.8
		139	4~11.4	24	31	64	99.2±18.3
63	1, 2, 4-三氯苯	16.7	4.3~11.1	15	3.6	7.6	95.2±36.7
		82.2	4.1~19.6	15	22	41	93±24.7
		124	2.5~14.8	28	26	64	91.3±34.1
64	六氯丁二烯	19.2	3.3~12.8	20	3.9	12	102.2±42.5
		92.3	2.7~17.1	23	24	63	90.2±29.2
		136	3.5~12.6	9.7	25	44	97±20.8
65	萘	17.5	5.3~14.9	17	4.5	9.0	93.7±33.5
		91.8	4.1~12.9	27	22	63	99±41
		138	2.6~12.4	22	26	44	108±17.7
66	1, 2, 3-三氯苯	17.6	5~16.8	16	5.0	9.0	100.5±32.9
		84.8	4.5~18.5	20	23	52	92.5±35.3
		130	1.5~12	19	27	75	96.8±30.4
$\overline{P}$ 一个验证实验室加标回收率的均值； $S_{\overline{P}}$ 一个验证实验室加标回收率的标准偏差。							

附录 D

(规范性)

目标化合物的总离子流色谱图

在吹扫捕集/气相色谱-质谱参考条件 (7.1) 下, 使用 6% 氰丙基苯、94% 二甲基硅氧烷毛细管柱分离目标物的参考总离子流图, 见图 D.1。



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; 7-1,1-二氯乙烷; 8-丙酮; 9-碘甲烷; 10-二硫化碳; 11-二氯甲烷; 12-丙烯腈; 13-反式-1,2-二氯乙烯; 14-1,1-二氯乙烷; 15-2,2-二氯丙烷; 16-顺式-1,2-二氯乙烯; 17-2-丁酮; 18-溴氯甲烷; 19-氯仿; 20-二溴氟甲烷 (替代物 1); 21-1,1,1-三氯乙烷; 22-四氯化碳; 23-1,1-二氯丙烯; 24-苯; 25-1,2-二氯乙烷; 26-氟苯 (内标 1); 27-三氯乙烯; 28-1,2-二氯丙烷; 29-二溴甲烷; 30-一溴二氯甲烷; 31-4-甲基-2-戊酮; 32-甲苯-D8 (替代物 2); 33-甲苯; 34-1,1,2-三氯乙烷; 35-四氯乙烯; 36-1,3-二氯丙烷; 37-2-己酮; 38-二溴氯甲烷; 39-1,2-二溴乙烷; 40-氯苯-D5 (内标 2); 41-氯苯; 42-1,1,1,2-四氯乙烷; 43-乙苯; 44-1,1,2-三氯丙烷; 45/46-间,对-二甲苯; 47-邻-二甲苯; 48-苯乙烯; 49-溴仿; 50-异丙苯; 51-4-溴氟苯; 52-溴苯 (替代物 3); 53-1,1,2,2-四氯乙烷; 54-1,2,3-三氯丙烷; 55-正丙苯; 56-2-氯甲苯; 57-1,3,5-三甲基苯; 58-4-氯甲苯; 59-叔丁基苯; 60-1,2,4-三甲基苯; 61-仲丁基苯; 62-1,3-二氯苯; 63-4-异丙基甲苯; 64-1,4-二氯苯-D4 (内标 3); 65-1,4-二氯苯; 66-正丁基苯; 67-1,2-二氯苯; 68-1,2-二溴-3-氯丙烷; 69-1,2,4-三氯苯; 70-六氯丁二烯; 71-萘; 72-1,2,3-三氯苯。

图 D.1 目标化合物的总离子流色谱图