

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-201□

固体废物 酚类化合物的测定

气相色谱法

Solid Waste—Determination of phenolic compounds

—Gas Chromatography Method

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

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.....	2
5 仪器和设备.....	3
6 样品.....	3
7 分析步骤.....	5
8 结果计算及表示.....	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
附录 A（资料性附录）可用本标准测定的酚类化合物参考名单	10
附录 B（资料性附录）方法的检出限和测定下限	11
附录 C（资料性附录）方法的精密度和准确度	12

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，规范固体废物中酚类化合物的监测方法，制定本标准。

本标准规定了固体废物中酚类化合物气相色谱测定法。

本标准为首次发布。

本标准附录 A~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：南京市环境监测中心站。

本标准验证单位：江苏省环境监测中心、常州市环境监测中心站、泰州市环境监测中心站、镇江市环境监测中心站、宁波市环境监测中心站、江苏省理化分析测试中心。

本标准环境保护部 20□□年□□月□□日批准。

本标准自 20□□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

固体废物 酚类化合物的测定 气相色谱法

警告：试验中使用的试剂和标准溶液对健康有毒害作用，操作过程应在通风柜中进行，按规定佩戴防护器具，避免接触皮肤。

1 适用范围

本标准规定了固废和固废浸出液中酚类化合物测定的气相色谱法。

本标准适用于固体废物和固废浸出液中 21 种酚类化合物的测定，其他酚类如果通过验证也可适用于本标准。

当固体废物的样品量为 10.0 g 时，21 种酚类化合物的方法检出限为 0.02~0.33 mg/kg，测定下限为 0.07~1.34 mg/kg，详见附录 B。

当固废浸出液样品量为 100 mL 时，21 种酚类化合物的方法检出限为 0.002~0.006 mg/L，测定下限为 0.008~0.024 mg/L，详见附录 B。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注明日期的引用文件，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 613	土壤 干物质和水分的测定 重量法
HJXXX	土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法
HJXXX	土壤和沉积物 有机物的提取 超声波提取法

3 方法原理

固废浸出液调至碱性后，酚类化合物在碱性水溶液中转变成水溶性酚盐，加入合适的有机溶剂萃取，弃去含杂质有机相部分，保留水相部分，随后调节成酸性用有机溶剂萃取水中酚类化合物，浓缩后经毛细管柱分离，用气相色谱-氢火焰检测器法测定，保留时间定性，外标法定量。

固体废物固态部分中的酚类化合物被有机溶剂提取。酚类化合物在碱性水溶液中转变成水溶性酚盐，用碱性水溶液净化弃去含杂质有机相部分，保留水相部分，随后调节成酸性用有机溶剂萃取水中酚类化合物，浓缩后经毛细管柱分离，用气相色谱-氢火焰检测器法测定，

保留时间定性，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯化学试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

4.1 纯水

二次蒸馏水、市售矿泉水或通过纯水设备制备的无有机物水。使用前必须经过空白试验检验，确认在目标化合物的保留时间区间内没有干扰色谱峰出现或其中的目标化合物低于检出限。

4.2 氢氧化钠 (NaOH) 固体；

4.3 浓盐酸 (HCl): $\omega=36\%\sim 38\%$ ；

4.4 无水 Na_2SO_4 : 分析纯，400℃烘烤 4h；

4.5 NaOH 水溶液: $c(\text{NaOH})=5\text{mol/L}$ ；

称取 20g NaOH 固体 (4.2)，用纯水溶解冷却后定容至 100mL。

4.6 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=3\text{mol/L}$ ；

取 125mL 浓盐酸 (4.3)，用纯水稀释至 500mL。

4.7 二氯甲烷 (CH_2Cl_2): 色谱纯；

4.8 乙酸乙酯 ($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$): 色谱纯；

4.9 甲醇 (CH_3OH): 色谱纯；

4.10 正己烷 (C_6H_{12}): 色谱纯；

4.11 二氯甲烷与乙酸乙酯混和溶剂: 4: 1；

用 4.7 与 4.8 按 4: 1 的体积比混和。

4.12 二氯甲烷与正己烷混和溶剂: 2: 1；

用 4.8 与 4.10 按 2: 1 的体积比混和。

4.13 标准贮备液 ($\rho=1000\text{ mg/L}$)

可直接购买包括所有相关分析组分的有证标准溶液，也可用纯标准物质制备。包括苯酚，邻-甲酚，对-甲酚，间-甲酚，2,4-二甲酚，2-氯酚，2,4-二氯酚，2,6-二氯酚，4-氯-3-甲酚，2,4,6-三氯酚，2,4,5-三氯酚，2,3,4,6-四氯酚，2,3,4,5-四氯酚，2,3,5,6-四氯酚，五氯酚，2-硝基酚，4-硝基酚，2,4-二硝基酚，2-甲基-4,6-二硝基酚，地乐酚，2-环己基-4,6-二硝基酚。

4.14 标准中间液 ($\rho=100\text{ mg/L}$)

用甲醇 (4.10) 稀释标准贮备液 (4.13)，配制成浓度为 100 mg/L 的标准中间液，或按照制造商的说明配制，4℃避光保存。标准中间液目标化合物的测定值与其浓度值偏差大于

20%时，需立即更换标准中间液。

4.15 石英砂：20~50 目；

4.16 硅藻土：400℃烘烤 4h。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪：具毛细管柱分流/不分流进样口，可程序升温，带氢火焰检测器（FID）。

5.2 翻转振荡固废浸提装置。

5.3 毛细管柱：30 m × 0.25 mm × 0.25 μm（固定液：100%甲基聚硅氧烷）低流失非极性毛细管柱；30 m × 0.25 mm × 0.25 μm（固定液：50%苯基、50%甲基聚硅氧烷）中等极性低流失毛细管柱，也可使用其它等效毛细管柱。

5.4 微量注射器：10 μL、25 μL、100 μL、250 μL、500 μL 和 1000 μL。

5.5 提取瓶：2 L 具旋盖和内盖的广口瓶。提取瓶应由不能浸出或吸收样品所含成分的惰性材料制成。可使用玻璃瓶或聚四氟乙烯（PTFE）瓶。

5.5 分液漏斗：250mL，带聚四氟乙烯（PTFE）塞子。

5.6 烧杯或锥形瓶：玻璃，500mL。

5.7 三角漏斗及相应规格滤纸。

5.8 天平：精度为 0.01 g 的分析天平。

5.9 探针式超声波萃取仪（功率 450W）。

5.10 索氏萃取装置。

5.11 加压流体萃取装置。

5.12 微波萃取装置。

5.13 研钵：由玻璃、玛瑙或其他无干扰物的材质制成。

6 样品

6.1 样品采集和保存

按照 HJ/T 20 相关规定采集有代表性的固体废物样品。

样品采集后，放在冷藏箱中。到达实验室后，应尽快分析。若不能及时分析，将采集的样品及现场空白样品一起低温保存（4℃ ± 2℃），样品存放区域须无有机物干扰。保存期为 14 d，样品提取液可保存 40d。

6.2 试样的制备

6.2.1 固废浸出液

称取样品 100g 按照 HJ 299 相关规定翻转振荡制备浸出液样品。

6.2.2 固态样品脱水

去除样品中的异物，称取约 10g（精确到 0.01g）样品，根据样品含水率加入适量无水硫酸钠（4.4），研磨均化成流砂状，使用加压流体萃取用硅藻土（4.16）脱水。

6.2.3 样品萃取

6.2.3.1 索氏萃取

将研磨脱水的样品全部转移至萃取纸质套筒中，加入 100mL 二氯甲烷和正己烷混合溶剂（4.12），提取 12h，冷却后收集所有萃取液备净化用。

6.2.3.2 加压流体萃取

参照 HJ xx 方法进行样品萃取，设置萃取溶剂体系为 $V_{\text{二氯甲烷}}(4.7): V_{\text{正己烷}}(4.10)=2:1$ 。

6.2.3.3 超声波提取

参照 HJ xx 方法进行样品萃取，萃取溶剂为二氯甲烷和正己烷混合溶剂（4.12），超声 2~3 次，每次 3min，控制萃取时温度不超过 40℃（可将三角瓶放在冰水浴中），合并萃取液浓缩至 50mL 左右，备净化用。

6.2.3.4 微波萃取

将研磨脱水的样品全部转移至萃取容器中，加入 50mL 二氯甲烷和正己烷混合溶剂（4.12）（整体体积应少于萃取罐总体积的 2/3，样品过多可分多份，最后合并萃取液），设置萃取温度缓慢程序升温 75℃，提取 10min，过滤萃取液，备净化用。

6.2.4 样品净化

6.2.4.1 固废浸出液

取 6.2.1 固废浸出液 100mL 于 250mL 分液漏斗（5.6）中，用 NaOH 水溶液（4.5）调节 $\text{pH}>12$ ，用 30mL 二氯甲烷：正己烷混合溶剂（4.12）萃取，振荡、静置，弃去下层有机相部分，根据浸出液情况萃取 1~2 次，保留水相部分。

6.2.4.2 固体废物萃取液

将 6.2.3 分离的有机相（浓缩至 50mL 左右）转入 250mL 分液漏斗（5.6）中，加入 2 倍于有机相体积的纯水，用 5 mol/L NaOH 溶液（4.5）调节 $\text{pH}>12$ ，充分振荡萃取后弃去下层有机相部分，根据样品情况萃取 1~2 次，保留水相部分。

6.2.5 样品提取

6.2.4 净化后水相部分用 3mol/L 盐酸溶液 (4.6) 调节 pH<2, 加入 50mL 二氯甲烷和乙酸乙酯的混和溶剂(4.11), 充分振荡萃取, 静置, 分离出有机相。有机相经无水 Na₂SO₄(4.4) 除水, 用适量二氯甲烷洗涤无水 Na₂SO₄, 合并有机相, 最终浓缩至 1mL, 备分析测定用。

7 分析步骤

7.1 气相色谱参考条件

不同型号气相色谱仪的最佳工作条件不同, 本标准给出仪器分析参考条件。

柱箱升温程序: 80 °C 保持 1.0 min, 以 10 °C/min 的升温速率升至 250 °C 并保持 4.0 min; 进样口温度: 260 °C; FID 检测器温度: 280 °C。载气: 氮气 (纯度 99.999 % 以上); 色谱柱内载气流量: 1.0 mL/min; 尾吹气: 氮气, 流量: 30 mL/min; 燃气: H₂ (纯度 99.999 % 以上), 流量 35 mL/min; 助燃气: 空气, 流量 300 mL/min; 分流进样, 分流比: 10:1; 进样体积: 1.0~2.0 μL。

7.2 校准

7.2.1 初始校准

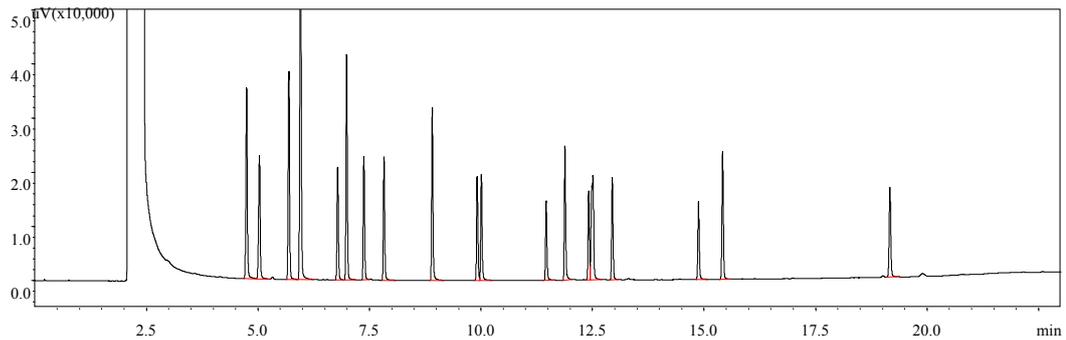
取一定量的标准中间液 (4.14) 用混合溶剂 (4.11) 稀释, 配制目标化合物分别为 1.00 mg/L、2.00 mg/L、10.00 mg/L、50.0 mg/L 和 100.0mg/L 的初始校准系列, 在选定的仪器条件下分析, 绘制校准曲线。

7.2.2 连续校准

选择初始校准系列中间浓度进行连续校准, 连续校准应要在空白和样品分析之前进行。目标化合物的百分偏差不得高于最近一次初始校准浓度的 30% 以上, 否则应重新绘制工作曲线。

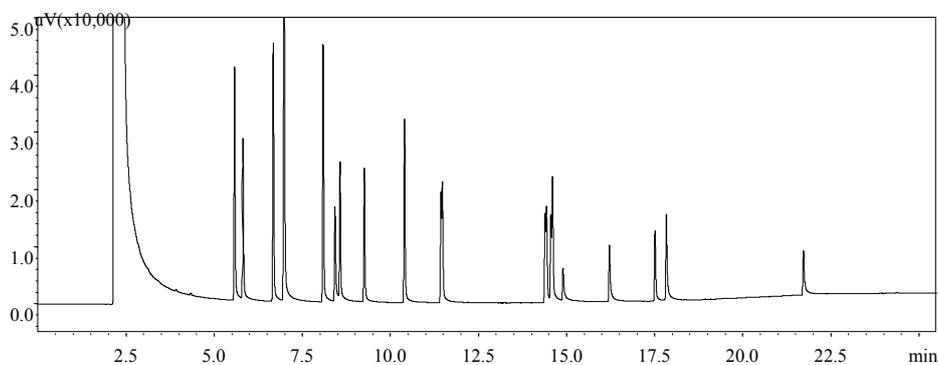
7.3 标准色谱图

在本标准规定的条件下, 21 种酚类化合物在非极性色谱柱上的标准色谱图见图 1, 在中等极性色谱柱上的标准色谱图见图 2。



出峰顺序：苯酚，2-氯酚，邻-甲酚，对/间-甲酚，2-硝基酚，2,4-二甲酚，2,4-二氯酚，2,6-二氯酚，4-氯-3-甲酚，2,4,6-三氯酚，2,4,5-三氯酚，2,4-二硝基酚，4-硝基酚，2,3,4,6-四氯酚，2,3,4,5（2,3,5,6）-四氯酚，2-甲基-4,6-二硝基酚，五氯酚，地乐酚，2-环己基-4,6二硝基酚

图 1 非极性毛细管柱上酚类化合物的标准色谱图



出峰顺序：苯酚，2-氯酚，邻-甲酚，对/间-甲酚，2,4-二甲酚，2-硝基酚，2,4-二氯酚，2,6-二氯酚，4-氯-3-甲酚，2,4,6-三氯酚，2,4,5-三氯酚，2,3,4,6-四氯酚，2,3,4,5（2,3,5,6）-四氯酚，2,4-二硝基酚，4-硝基酚，2-甲基-4,6-二硝基酚，地乐酚，五氯酚，2-环己基-4,6二硝基酚

图 2 中等极性毛细管柱上酚类化合物的标准色谱图

7.4 测定

将制备好的试样（6.2）在推荐仪器条件（7.1）下进行测定。

校准曲线之后以及基体更换时分析空白样品，以确认整个系统没有污染。

8 结果计算及表示

8.1 目标化合物定性

根据谱图组分保留时间（Rt）对目标化合物进行定性，非极性色谱柱分离参考保留时间见附录 A.1。

8.2 结果计算

8.2.1 固废浸出液中组分浓度计算

目标化合物用外标法定量，固体废物浸出液中各酚类化合物的含量 (mg/L) 按公式 (1) 进行计算。

$$\rho_i = \frac{\rho_{i1} \times V_1}{V_2} \quad (1)$$

式中：

ρ_i ——浸出液中酚类组分 i 的质量浓度，mg/L；

ρ_{i1} ——从工作曲线上计算浓缩液中酚类组分 i 的质量浓度，mg/L；

V_1 ——浓缩后试样体积，mL；

V_2 ——固废浸出液样品体积，mL。

8.2.2 固体废物中组分含量计算

目标化合物用外标法定量，固体废物固态物质中各酚类化合物的含量 (mg/kg) 按公式 (2) 进行计算。

$$\omega_i = \frac{\rho_i \times V}{m \times (1 - w)} \quad (2)$$

式中：

ω_i ——固态部分酚类组分 i 的质量分数，mg/kg；

ρ_i ——从工作曲线上计算浓缩液中酚类组分 i 的质量浓度，mg/L；

V ——浓缩后试样体积，mL；

m ——固废试样质量 (湿重)，g；

w ——固废试样含水率，%。

8.3 结果表示

8.3.1 当结果大于等于 1.00 mg/kg (或者 0.100 mg/L) 时，结果保留三位有效数字；小于 1.00 mg/kg (或者 0.100 mg/L) 时，结果保留两位有效数字。

8.3.2 若两个异构体峰谷高大于两峰高总和的 25%，则作为单一化合物看待。当使用非极性或者中等极性毛细柱时，间甲酚和对甲酚，2,3,4,5-四氯酚和 2,3,5,6-四氯酚两峰可能分不开或者分离效果较差，它们的浓度为两者之和。

8.3.3 当测定结果未检出或低于检出限时，报“未检出”或者检出限 L；当测定结果高于估计定量限时，报测定值。

8.3.4 对于因基体加标回收率不合格而重新分析的样品，若再分析的基体加标回收率合格，

则报告重新分析的测定结果；若再分析的基体加标回收率和最初分析结果一致，则两个测定结果都需报出，说明是基体效应。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

六家实验室分别对实际样品和实际样品添加目标化合物的统一样品进行测定，浸出液测定实验室内部相对标准偏差为 2.59~0.4%，1.11~25.6%，2.38~18.6%；实验室间相对标准偏差为 46.1~61.2%，6.47~44.2%，3.09~47.5%，重现性限范围为：0.005~0.015 mg/L，0.009~0.024 mg/L，0.022~0.064 mg/L；再现性限范围为：0.015~0.062 mg/L，0.010~0.106 mg/L，0.033~0.293 mg/L。实际样品固体物质含量测定实验室内部标准偏差范围为：1.70~20.8%，0.90~20.2%，实验室间相对标准偏差为：15.2~57.5%，6.23~29.7%，重现性限范围为：0.07~1.81mg/kg，1.33~3.34mg/kg，再现性限范围为：0.22~8.14mg/kg，2.84~28.5mg/kg。

9.2 准确度

六家实验室分别对实际固废样品浸出液和固态物质含量分别进行不同浓度基体加标样测定，浸出液基体加标量为 0.05mg/L 和 0.20mg/L，固态物质基体加标量为 10.0mg/kg，对应 21 种目标化合物的加标回收率范围为 63.1~101.1%，72.0~101.8%，62.3~105.9%。

10 质量保证和质量控制

10.1 目标化合物

10.1.1 目标化合物定性

校准曲线中每个校准点每个目标化合物 R_t 与该目标化合物的平均 R_t 的差值在 0.3min 以内，对于定性有疑问的样品可选择两种不同极性色谱柱进行分离测定。

10.1.2 目标化合物的校准

用线性或非线性拟合曲线进行校准，其相关系数应大于等于 0.99。若达不到，可能是由于标准样品降解、进样口衬管污染、色谱柱污染或色谱系统有活性点等原因所致。

当清洗检测器、更换色谱柱或更换衬管及玻璃棉等措施后仍不能满足允许标准时，均需重新制备校准曲线。

10.3 空白要求

全程序空白分析结果中目标化合物浓度小于方法检出限或者质量保证方案中指明的可接受的空白污染水平；每批样品应同时测定一个全程序空白样品。

若空白样品未满足以上要求，则应采取措施排除污染并重新分析与其关联的样品。不应将空白样品中检出的目标化合物浓度在样品中扣除。

当样品中某个化合物使检测器饱和或浓度较高时，应随后分析试剂空白。若有干扰峰出现，则系统需净化，直到空白分析证明去除干扰才能恢复样品分析。若没有进行空白样品分析，则应检查分析完高浓度样品后分析的样品，直至样品中不出现高浓度样品中高浓度的化合物或不干扰测定时为止，然后重新分析这些样品。

10.4 平行样品测定

每批样品（最多 20 个样品）应至少随机抽取 10%样品进行平行测定，测定误差在 30%以内。

10.5 实际样品加标

为了评估样品基体对分析结果的准确度和精密度的影响，每一批样品（最多 20 个样品）应分析一个加标样品。加标浓度为规定限值或实际浓度值，若规定限值或实际浓度值过低则采用校准曲线中间点浓度。加标后样品中目标分析物浓度不能超过校准曲线最高点。实际样品加标回收率应在 50%~140%之间。

10.6 实际样品

对于样品中超过校准曲线上限的目标化合物，应减少取样量重新分析，或者不需浓缩过程，或者减少浓缩倍数；进样分析的试样中最高浓度化合物的响应值在校准曲线的线性范围的上半部。浓度超过校准曲线范围的化合物报重新分析后的结果。

对于含酚类化合物浓度较高的样品会对仪器产生记忆效应，随后应分析一个或多个空白样品，直至消除记忆效应后才能分析下一个样品。

11 废物处理

实验产生含有机试剂的废物应集中保管，送具有资质的单位集中处理。

附录 A

(资料性附录)

可用本标准测定的酚类化合物参考名单

可用于本标准测定的酚类化合物参考名单及定性保留时间见附表 A. 1。

附表 A. 1 可用本标准测定的酚类化合物参考名单

序号	组分名称	英文名称	CAS 号	保留时间
1	苯酚	Phenol	108-95-2	4.76
2	邻-甲酚	2-Methylphenol	95-48-7	5.70
3	对-甲酚	4-Methylphenol	106-44-5	6.05
4	间-甲酚	3-Methylphenol	108-39-4	6.05
5	2,4-二甲酚	2,4-Dimethylphenol	105-67-9	6.99
6	2-氯酚	2-Chlorophenol	95-57-8	5.05
7	2,4-二氯酚	2,4-Dichlorophenol	120-83-2	7.38
8	2,6-二氯酚	2,6-Dichlorophenol	87-65-0	7.82
9	4-氯-3-甲酚	4-Chloro-3-methylphenol	59-50-7	8.89
10	2,4,6-三氯酚	2,4,6-Trichlorophenol	88-06-2	9.89
11	2,4,5-三氯酚	2,4,5-Trichlorophenol	95-95-4	9.98
12	2,3,4,6-四氯酚	2,3,4,6-Tetrachlorophenol	58-90-2	12.05
13	2,3,4,5-四氯酚	2,3,4,5-Tetrachlorophenol	4901-51-3	12.52
14	2,3,5,6-四氯酚	2,3,5,6-Tetrachlorophenol	935-95-5	12.58
15	五氯酚	Pentachlorophenol	87-86-5	14.95
16	2-硝基酚	2-Nitrophenol	88-75-5	6.80
17	4-硝基酚	4-Nitrophenol	100-02-7	11.82
18	2,4-二硝基酚	2,4-Dinitrophenol	51-28-5	11.43
19	2-甲基-4,6-二硝基酚	2-Methyl-4,6-dinitrophenol	534-52-1	13.03
20	2-(1-甲基-正丙基)-4,6-二硝基酚(地乐酚)	2-sec-butyl-4,6-dinitrophenol (Dinoseb)	88-85-7	15.49
21	2-环己基-4,6-二硝基酚	2-Cyclohexyl-4,6-dinitrophenol	131-89-5	19.26

附录 B

(资料性附录)

方法的检出限和测定下限

当固废浸出液样品体积为 100 mL 或者固体废物固态部分样品量为 10.0g 时, 21 种酚类化合物的方法检出限和测定下限见附表 B.1。

附表 B.1 方法的检出限和测定下限

序号	组分名称	检出限		测定下限	
		浸出液 (mg/L)	固态含量 (mg/kg)	浸出液 (mg/L)	固态含量 (mg/kg)
1	苯酚	0.004	0.044	0.016	0.176
2	2-氯酚	0.003	0.037	0.012	0.148
3	邻-甲酚	0.003	0.038	0.012	0.152
4	对/间-甲酚	0.002	0.027	0.008	0.108
5	2-硝基酚	0.002	0.019	0.008	0.076
6	2,4-二甲酚	0.002	0.026	0.008	0.104
7	2,4-二氯酚	0.002	0.030	0.008	0.120
8	2,6-二氯酚	0.003	0.027	0.012	0.108
9	4-氯-3-甲酚	0.003	0.018	0.012	0.072
10	2,4,6-三氯酚	0.003	0.033	0.012	0.132
11	2,4,5-三氯酚	0.002	0.030	0.008	0.120
12	2,4-二硝基酚	0.006	0.076	0.024	0.304
13	4-硝基酚	0.004	0.334	0.016	1.336
14	2,3,4,6-四氯酚	0.002	0.027	0.008	0.108
15	2,3,4,5-四氯酚/2,3,5,6-四氯酚	0.005	0.047	0.020	0.188
16	2-甲基-4,6-二硝基酚	0.003	0.122	0.012	0.488
17	五氯酚	0.005	0.070	0.02	0.280
18	2-(1-甲基-正丙基)-4,6-二硝基酚 (地乐酚) Dinoseb	0.003	0.021	0.012	0.084
19	2-环己基-4,6-二硝基酚	0.004	0.049	0.016	0.196

附录 C

(资料性附录)

方法的精密度和准确度

附表 C.1 给出浸出液测定的方法重复性限、再现性限和加标回收率等精密度和准确度指标。

附表 C.1 方法的精密度和准确度 (浸出液)

名称	加标浓度 (mg/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 (mg/L)	再现性限 R (mg/L)	浸出液加标回收率 $P \pm 2S_p$ (%)
苯酚	0.05	1.62-13.2	12.38	0.010	0.016	72.7±16.2
	0.20	2.26-15.2	10.91	0.035	0.060	81.2±17.9
2-氯酚	0.05	2.25-12.39	8.43	0.011	0.014	85.2±14.4
	0.20	3.75-16.6	7.25	0.043	0.055	94.6±13.9
邻-甲酚	0.05	1.2-15.7	15.86	0.010	0.019	76.8±24.5
	0.20	2.69-9.1	17.21	0.030	0.087	86.0±29.5
对/间-甲酚	0.10	6.39-12.4	29.32	0.033	0.106	82.6±32.9
	0.40	2.82-8.42	26.71	0.064	0.280	86.4±32.1
2-硝基酚	0.05	1.57-16.9	44.21	0.015	0.062	83.3±25.6
	0.20	3.26-9.8	47.45	0.049	0.293	91.7±38.4
2,4-二甲酚	0.05	3.81-15.28	7.07	0.009	0.010	63.1±8.7
	0.20	2.38-6.41	15.27	0.022	0.065	72.0±22.1
2,4-二氯酚	0.05	1.11-16.9	10.27	0.012	0.016	85.4±17.6
	0.20	2.95-10.9	9.54	0.036	0.060	94.3±17.9
2,6-二氯酚	0.05	1.34-16.2	11.00	0.011	0.017	85.9±19.0
	0.20	2.72-18.6	12.85	0.043	0.078	93.9±24.2
4-氯-3-甲酚	0.05	1.82-17.2	13.17	0.010	0.017	80.5±21.5
	0.20	3.11-12.5	11.50	0.035	0.067	90.9±21.0
2,4,6-三氯酚	0.05	3.47-11.24	9.91	0.019	0.027	88.4±23.7
	0.20	2.73-12.3	7.28	0.043	0.061	97.7±12.1
2,4,5-三氯酚	0.05	2.58-13.2	11.30	0.011	0.017	85.5±17.4
	0.20	3.15-13.5	4.48	0.039	0.043	94.8±7.6
2,4-二硝基酚	0.05	13.1-25.6	27.18	0.024	0.043	92.5±39.3
	0.20	3.73-13.7	7.76	0.044	0.057	90.5±14.6
4-硝基酚	0.05	6.61-13.6	33.63	0.015	0.047	84.6±31.1
	0.20	3.12-16	11.36	0.035	0.067	88.7±16.6
2,3,4,6-四氯酚	0.05	1.62-15.5	8.20	0.012	0.015	84.3±16.6
	0.20	2.98-7.9	3.09	0.031	0.033	92.3±9.9
2,3,4,5-四氯酚 /2,3,5,6-四氯酚	0.10	2.92-15.7	24.21	0.023	0.059	88.7±11.7
	0.40	3.55-6.92	23.01	0.051	0.226	93.9±14.3
2-甲基-4,6-二硝基酚	0.05	7.88-18.7	6.93	0.015	0.017	88.3±10.0
	0.20	2.47-12.3	4.76	0.033	0.039	93.7±10.3
五氯酚	0.05	2.25-14.0	11.36	0.022	0.027	101.1±17.8

	0.20	4.75-17.3	6.57	0.049	0.057	92.4±10.9
Dinoseb (地乐酚)	0.05	5.88-16.8	6.47	0.014	0.015	86.2±11.4
	0.20	2.75-18.8	7.05	0.044	0.054	93.0±13.2
2-环己基-4,6-二硝基酚	0.05	7.07-21.4	16.79	0.023	0.031	96.6±32.8
	0.20	3.93-9.23	9.37	0.041	0.065	101.8±18.9

附表 C.2 给出固态物质含量测定的方法重复性限、再现性限和加标回收率等精密度和准确度指标。

附表 C.2 方法的精密度和准确度 (固态物质含量)

名称	加标浓度 (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 _r (mg/kg)	再现性限 _R (mg/kg)	固废加标回收率 $P \pm 2S_p$ (%)
苯酚	10.0	1.12-15.4	12.99	1.84	7.09	95.9±42.2
2-氯酚	10.0	0.9-15.0	9.67	1.33	4.98	96.3±35.9
邻-甲酚	10.0	1.39-12.9	11.45	1.43	6.19	97.7±39.1
对/间-甲酚	20.0	1.09-8.7	29.69	3.17	28.5	105.9±59.2
2-硝基酚	10.0	1.02-16.3	9.94	1.70	5.51	97.4±39.2
2,4-二甲酚	10.0	1.11-20.2	9.33	2.00	5.19	92.4±39.0
2,4-二氯酚	10.0	1.37-9.0	9.57	1.37	3.22	92.7±32.0
2,6-二氯酚	10.0	1.19-15.6	8.75	1.91	2.84	87.5±16.1
4-氯-3-甲酚	10.0	1.21-13.8	9.62	1.48	5.80	92.6±37.8
2,4,6-三氯酚	10.0	1.17-14.2	9.07	1.67	3.87	90.7±25.3
2,4,5-三氯酚	10.0	1.91-12.7	8.65	1.73	3.41	84.3±23.7
2,4-二硝基酚	10.0	2.24-18.2	6.29	1.98	8.03	62.9±56.1
4-硝基酚	10.0	2.74-15.6	6.23	1.26	3.04	62.3±20.0
2,3,4,6-四氯酚	10.0	1.79-15.8	8.03	2.18	4.78	76.3±24.5
2,3,4,5-四氯酚 /2,3,5,6-四氯酚	20.0	3.93-15.8	16.54	3.34	11.2	82.6±18.2
2-甲基-4,6-二硝基酚	10.0	1.54-16.5	6.94	1.72	5.14	69.4±34.8
五氯酚	10.0	2.18-16.5	9.16	2.12	4.50	91.6±29.1
Dinoseb (地乐酚)	10.0	2.69-15.1	8.68	1.78	3.11	85.4±22.2
2-环己基-4,6-二硝基酚	10.0	1.15-14.4	7.01	1.71	2.96	70.1±17.9