

水质 卤代烃的测定 顶空 / 固相微萃取 - 气相色谱法

2019-12-01 发布

2020-02-01 实施

目 次

前言	II
1 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	2
8 结果计算与表示	4
9 精密度和准确度	5
10 质量保证和质量控制	5
11 废物处置	6
12 注意事项	6
附录 A（规范性附录） 方法检出限和测定下限	7
附录 B（资料性附录） 方法的精密度和准确度	8

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由山西省生态环境厅提出并监督实施。

本标准由山西省环境保护标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：山西省生态环境监测中心。

本标准参与起草单位：山西省晋中生态环境监测中心、山西省忻州生态环境监测中心、山西省晋城生态环境监测中心、山西中环宏达环境检测技术有限公司、山西华普检测技术有限公司、山西英锐泽检测科技有限公司。

本标准主要起草人：李焕峰、岳丽、赵静、樊占春、李永青、李晓瑞、刘佳、边俊鹏。

水质 卤代烃的测定 顶空/固相微萃取-气相色谱法

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

1 范围

本标准规定了测定水中卤代烃的顶空/固相微萃取-气相色谱法。

本标准适用于山西省境内地表水、地下水中26种卤代烃的测定。

取样体积为10.0 mL，26种目标化合物的方法检出限为0.15 ng/L~3.19 μg/L，测定下限为0.60 ng/L~12.8 μg/L，详见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 164 地下水环境监测技术规范

3 方法原理

样品中的卤代烃经固相微萃取纤维吸附、顶空富集，用气相色谱分离、电子捕获检测器（ECD）进行检测。根据色谱保留时间定性，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和分析纯化学试剂。

4.1 实验用水：二次蒸馏水。使用前进行空白检验，确认无目标化合物干扰或目标化合物浓度低于方法检出限。

4.2 甲醇（CH₃OH）：色谱纯。使用前进行空白检验，确认无目标化合物干扰或目标化合物浓度低于方法检出限。

4.3 氯化钠（NaCl）：使用前，在马弗炉中 400℃灼烧 4h，置于干燥器中冷却至室温，转移至磨口玻璃瓶中保存。

4.4 抗坏血酸（C₆H₈O₆）。

4.5 硫代硫酸钠（Na₂S₂O₃）。

4.6 标准溶液：ρ=100 mg/L~2000 mg/L，市售以甲醇为溶剂的有证标准溶液。

4.7 载气：高纯氮，纯度大于99.999%，经脱氧剂脱氧，分子筛脱水。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪：具有分流/不分流进样口，电子捕获检测器（ECD），可程序升温。

5.2 色谱柱：石英毛细管色谱柱，60 m（长）× 0.25 mm（内径）× 1.4 μm（膜厚），固定相为 6%氰丙基苯-94%二甲基硅氧烷，或其它等效毛细柱。

5.3 固相微萃取装置：

固相微萃取操作台；固相微萃取手柄；固相微萃取纤维（SPME）：二乙烯基苯/Carboxen/聚二甲基硅氧烷（DVB/CAR/PDMS），或其它等效萃取纤维。第一次使用前，萃取纤维应先置于进样口老化，老化温度为 230 °C~270 °C，老化时间为 60 min，或参考厂商建议温度和时间。

5.4 气相色谱仪衬管：无玻璃棉衬管。

5.5 玻璃微量注射器：10 μL~250 μL。

5.6 顶空瓶：15 mL 或 20 mL 的顶空瓶，具密封垫（聚四氟乙烯/硅橡胶材料），密封盖（螺旋盖或一次使用的压盖），也可使用与顶空进样器配套的玻璃顶空瓶。

5.7 采样瓶：40 mL 棕色螺口玻璃瓶，具硅橡胶-聚四氟乙烯衬垫螺旋盖。

5.8 其它实验室常用仪器设备。

6 样品

6.1 样品采集

地表水样品采集按照 HJ/T 91 的相关规定执行，地下水样品采集按照 HJ/T 164 的相关规定执行。采集样品时，不能用水样进行荡洗，应使水样在样品瓶中溢流且不留空间。取样时尽量避免或减少样品在空气中暴露。所有样品均采集平行样，采样后立即密封并粘贴标签。

6.2 样品保存

水样采集后，不添加任何保存剂，立即放入冷藏箱中于 4 °C 以下冷藏运输，24 h 内完成样品分析。若水样含有余氯时，向采样瓶中加入 0.3 g~0.5 g 抗坏血酸（4.4）或硫代硫酸钠（4.5）。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 顶空/固相微萃取参考条件

平衡温度：30 °C；平衡时间：10 min；萃取时间：30 min；搅拌速度：500 r/min。

7.1.2 气相色谱仪参考条件

升温程序：45 °C（保持 3 min），8 °C/min 升温至 90 °C（保持 4 min），再以 6 °C/min 升温至 200 °C

(保持 5 min), 最后以 20°C/min 升温至 240°C (保持 18 min); 进样口解析温度: 260°C; 解析时间: 5 min; 进样方式: 不分流进样; 检测器温度: 280°C; 载气: 高纯氮气; 载气流速: 1.0 mL/min; 尾吹: 30 mL/min。

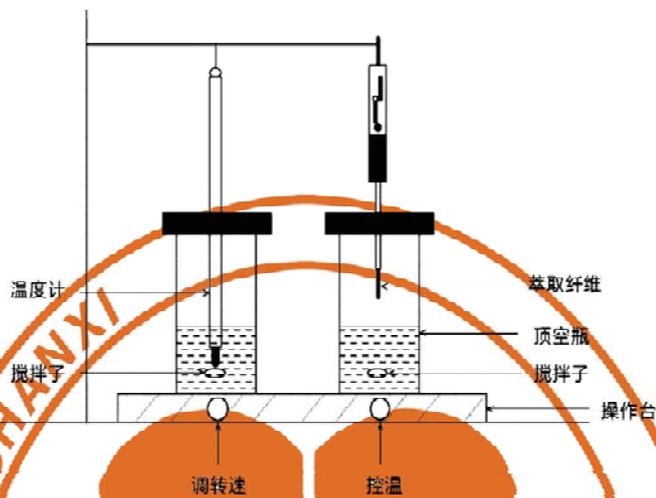


图1 固相微萃取装置示意图

7.2 校准曲线

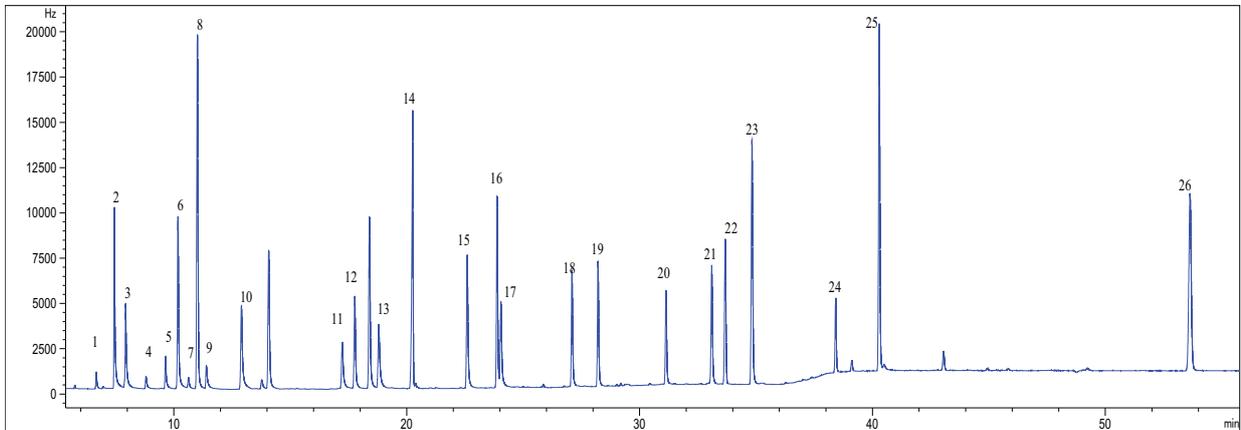
分别称取 2.5 g NaCl (4.3) 于顶空瓶中, 缓慢加入 10.0 mL 实验用水 (4.1), 再分别加入一定体积标准溶液, 配制成校准曲线系列 (详见表 1), 按照仪器参考条件 (7.1) 依次进样分析。

以峰高或峰面积为纵坐标, 目标化合物的浓度为横坐标, 绘制校准曲线。标准色谱图见图 2。

表1 卤代烃校准曲线范围

序号	化合物名称	曲线范围
1	1,1-二氯乙烯	10.0 ng/L~500 ng/L
2	二氯甲烷	1.00 μg/L~50.0 μg/L
3	反-1,2-二氯乙烯	0.20 μg/L~5.00 μg/L
4	氯丁二烯	25.0 ng/L~500 ng/L
5	顺-1,2-二氯乙烯	0.20 μg/L~5.00 μg/L
6	三氯甲烷	10.0 ng/L~500 ng/L
7	1,1,1-三氯乙烷	2.00 ng/L~100 ng/L
8	四氯化碳	2.00 ng/L~100 ng/L
9	1,2-二氯乙烷	0.20 μg/L~5.00 μg/L
10	三氯乙烯	1.00 ng/L~50.0 ng/L
11	1,1,2-三氯乙烷	10.0 ng/L~500 ng/L
12	四氯乙烯	0.25 ng/L~10.0 ng/L
13	1,2-二溴乙烷	2.00 ng/L~100 ng/L
14	氯苯	10.0 μg/L~500 μg/L
15	三溴甲烷	2.00 ng/L~100 ng/L

序号	化合物名称	曲线范围
16	1,1,2,2-四氯乙烷	2.00 ng/L~100 ng/L
17	1,2,3-三氯丙烷	10.0 ng/L~500 ng/L
18	1,4-二氯苯	20.0 ng/L~1000 ng/L
19	1,2-二氯苯	10.0 ng/L~500 ng/L
20	1,3,5-三氯苯	2.00 ng/L~100 ng/L
21	1,2,4-三氯苯	2.00 ng/L~100 ng/L
22	六氯-1,3-丁二烯	0.50 ng/L~20.0 ng/L
23	1,2,3-三氯苯	5.00 ng/L~200 ng/L
24	1,2,4,5-四氯苯	5.00 ng/L~200 ng/L
25	1,2,3,4-四氯苯	5.00 ng/L~200 ng/L
26	六氯苯	5.00 ng/L~200 ng/L



1) 1,1-二氯乙烯; 2) 二氯甲烷; 3) 反-1,2-二氯乙烯; 4) 氯丁二烯; 5) 顺-1,2-二氯乙烯; 6) 三氯甲烷; 7) 1,1,1-三氯乙烯; 8) 四氯化碳; 9) 1,2-二氯乙烷; 10) 三氯乙烯; 11) 1,1,2-三氯乙烷; 12) 四氯乙烯; 13) 1,2-二溴乙烷; 14) 氯苯; 15) 三溴甲烷; 16) 1,1,2,2-四氯乙烷; 17) 1,2,3-三氯丙烷; 18) 1,4-二氯苯; 19) 1,2-二氯苯; 20) 1,3,5-三氯苯; 21) 1,2,4-三氯苯; 22) 六氯-1,3-丁二烯; 23) 1,2,3-三氯苯; 24) 1,2,4,5-四氯苯; 25) 1,2,3,4-四氯苯; 26) 六氯苯

图2 标准色谱图

7.3 样品测定

向顶空瓶中加入 2.5 g NaCl (4.3), 取 10.0 mL 恢复至室温的水样缓慢加入顶空瓶中, 立即加盖密封。置于固相微萃取装置中, 按照仪器参考条件 (7.1) 进行测定。

当样品浓度超出校准曲线范围时, 应将样品稀释至校准曲线范围内再测定。

7.4 空白试验

以 10.0 mL 实验用水 (4.1) 代替实际水样, 按照样品的测定 (7.3) 相同条件和步骤进行空白测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性结果

根据样品的保留时间和标准物质各组分的保留时间相比来定性。样品分析前，应建立保留时间窗口 $t \pm 3S$ 。 t 为初次校准时，各浓度级别标准物质保留时间的平均值； S 为初次校准时，各标准物质保留时间的标准偏差。样品分析时，目标化合物保留时间应在保留时间窗口内。

8.2 定量结果

8.2.1 结果计算

样品中待测组分的质量浓度按式 (1) 进行计算：

$$\rho = \frac{\rho_i}{V} \times 10 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ —样品中待测目标化合物 i 的质量浓度，ng/L 或 $\mu\text{g/L}$ ；

ρ_i —从校准曲线上查得样品中目标化合物 i 的质量浓度，ng/L 或 $\mu\text{g/L}$ ；

10—定容体积，mL；

V —样品的取样体积，mL。

8.2.2 结果表示

测定结果小数位数和方法检出限保持一致，最多保留三位有效数字，以 $\mu\text{g/L}$ 表示。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

6 家实验室对低、中、高三种不同浓度样品分别进行了 6 次平行测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.3%~16%、0.6%~15%和 0.7%~13%；实验室间相对标准偏差分别为 3.0%~13%、3.2%~13%和 2.1%~13%；重复性限分别为 0.053 ng/L~2.00 $\mu\text{g/L}$ 、0.163 ng/L~2.90 $\mu\text{g/L}$ 和 0.505 ng/L~8.40 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 0.068 ng/L~3.50 $\mu\text{g/L}$ 、0.210 ng/L~4.80 $\mu\text{g/L}$ 和 0.675 ng/L~24.6 $\mu\text{g/L}$ 。

9.2 准确度

6 家实验室对两种不同浓度样品进行加标测定，平均加标回收率范围分别为 79.7%~108%和 76.7%~99.4%。

精密度和准确度结果详见附录 B。

10 质量保证和质量控制

10.1 校准系列至少需 5 个浓度水平，校准曲线相关系数 ≥ 0.990 ，若不能满足要求，查明原因，重新绘制校准曲线。连续分析时，每 24 h 分析一次校准曲线中间浓度点，其测定结果与实际浓度值相对误

差应 $\leq\pm 20\%$ 。

10.2 每批样品（ ≤ 20 个）至少分析一个全程序空白和一个实验室空白，测定结果中目标化合物浓度应低于方法检出限。不应将空白样品中检出的目标化合物浓度在样品中扣除。

10.3 每批样品（ ≤ 20 个）至少分析 10%的平行样品，平行样测定结果相对偏差应 $\leq 30\%$ 。

10.4 每批样品（ ≤ 20 个）至少分析 10%的基体加标样品，基体加标回收率应控制在 60%~130%之间。

11 废物处置

实验过程中产生的所有废液和废物（包括检测后的残液）应置于密闭容器中集中收集和保管，做好标记粘贴标签，委托有资质的单位处理。

12 注意事项

12.1 高浓度样品会使仪器产生记忆效应。在绘制校准曲线及分析高浓度样品后，至少分析一个实验室空白样品，以防止高浓度样品与低浓度样品交叉污染。

12.2 顶空瓶和采样瓶可重复使用。洗涤方法为用洗涤剂洗净，依次用自来水和蒸馏水多次淋洗，最后在 105 °C 烘干，冷却后，置于无有机试剂的区域存放备用。

附 录 A
(规范性附录)
方法检出限和测定下限

表A.1按出峰顺序给出了目标化合物中英文名称，以及方法的检出限和测定下限。

表A.1 方法检出限和测定下限

序号	化合物名称	英文名称	检出限	测定下限
1	1,1-二氯乙烯	1,1-Dichloroethene	6.21 ng/L	24.8 ng/L
2	二氯甲烷	Methylene chloride	0.30 µg/L	1.20 µg/L
3	反-1,2-二氯乙烯	trans-1,2-dichloroethene	0.07 µg/L	0.28 µg/L
4	氯丁二烯	Chloroprene	6.35 ng/L	25.4 ng/L
5	顺-1,2-二氯乙烯	cis-1,2-dichloroethene	0.07 µg/L	0.28 µg/L
6	三氯甲烷	Chloroform	6.03 ng/L	24.1 ng/L
7	1,1,1-三氯乙烷	1,1,1-Trichloroethane	1.00 ng/L	4.00 ng/L
8	四氯化碳	Carbon tetrachloride	1.12 ng/L	4.48 ng/L
9	1,2-二氯乙烷	1,2-Dichloroethane	0.08 µg/L	0.32 µg/L
10	三氯乙烯	Trichloroethylene	0.64 ng/L	2.56 ng/L
11	1,1,2-三氯乙烷	1,1,2-Trichloroethane	5.62 ng/L	22.5 ng/L
12	四氯乙烯	Tetrachloroethylene	0.15 ng/L	0.60 ng/L
13	1,2-二溴乙烷	1,2-Dibromoethane	1.19 ng/L	4.76 ng/L
14	氯苯	Chlorobenzene	3.19 µg/L	12.8 µg/L
15	三溴甲烷	Bromoform	1.09 ng/L	4.36 ng/L
16	1,1,2,2-四氯乙烷	1,1,2,2-Tetrachloroethane	1.20 ng/L	4.80 ng/L
17	1,2,3-三氯丙烷	1,2,3-Trichloropropane	5.47 ng/L	21.9 ng/L
18	1,4-二氯苯	1,4-Dichlorobenzene	10.6 ng/L	42.4 ng/L
19	1,2-二氯苯	1,2-Dichlorobenzene	4.98 ng/L	19.9 ng/L
20	1,3,5-三氯苯	1,3,5-Trichlorobenzene	1.08 ng/L	4.32 ng/L
21	1,2,4-三氯苯	1,2,4-Trichlorobenzene	1.16 ng/L	4.64 ng/L
22	六氯-1,3-丁二烯	Hexachloro-1,3-butadiene	0.30 ng/L	1.20 ng/L
23	1,2,3-三氯苯	1,2,3-Trichlorobenzene	1.71 ng/L	6.84 ng/L
24	1,2,4,5-四氯苯	1,2,4,5-Tetrachlorobenzene	1.67 ng/L	6.68 ng/L
25	1,2,3,4-四氯苯	1,2,3,4-Tetrachlorobenzene	1.77 ng/L	7.08 ng/L
26	六氯苯	Hexachlorobenzene	1.34 ng/L	5.36 ng/L

附 录 B
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

表 B.1~B.2 中给出了方法的重复性限、再现性限和加标回收率等精密度和准确度指标。

表B.1 方法的精密度

序号	名称	浓度	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	再现性限 R
1	1,1-二氯乙烯	25.0 ng/L	3.0~5.2	3.0	2.94 ng/L	3.41 ng/L
		100 ng/L	1.1~4.6	4.9	6.43 ng/L	14.2 ng/L
		400 ng/L	1.2~7.9	3.8	49.7 ng/L	58.9 ng/L
2	二氯甲烷	2.50 µg/L	7.7~13	5.9	0.699 µg/L	0.762 µg/L
		10.0 µg/L	4.7~12	4.5	2.66 µg/L	2.77 µg/L
		40.0 µg/L	1.7~13	7.2	8.24 µg/L	10.4 µg/L
3	反-1,2-二氯乙烯	0.25 µg/L	4.6~8.3	8.0	0.047 µg/L	0.070 µg/L
		1.00 µg/L	3.1~9.6	6.2	0.181 µg/L	0.227 µg/L
		4.00 µg/L	0.9~8.6	5.5	0.638 µg/L	0.791 µg/L
4	氯丁二烯	25.0 ng/L	4.7~11	4.9	5.30 ng/L	5.80 ng/L
		100 ng/L	1.5~9.0	5.5	19.5 ng/L	24.2 ng/L
		400 ng/L	3.1~11	3.4	76.3 ng/L	76.7 ng/L
5	顺-1,2-二氯乙烯	0.25 µg/L	3.2~9.6	3.8	0.048 µg/L	0.050 µg/L
		1.00 µg/L	1.7~15	4.4	0.227 µg/L	0.237 µg/L
		4.00 µg/L	4.4~9.2	5.2	0.780 µg/L	0.917 µg/L
6	三氯甲烷	25.0 ng/L	6.1~11	4.1	5.66 ng/L	5.87 ng/L
		100 ng/L	4.0~9.2	4.2	16.5 ng/L	18.4 ng/L
		400 ng/L	2.2~13	4.4	80.9 ng/L	85.4 ng/L
7	1,1,1-三氯乙烷	5.00 ng/L	5.0~12	4.4	1.10 ng/L	1.10 ng/L
		20.0 ng/L	4.5~9.6	6.3	3.10 ng/L	4.10 ng/L
		80.0 ng/L	2.5~9.2	3.5	13.1 ng/L	13.6 ng/L
8	四氯化碳	5.00 ng/L	7.0~12	6.5	1.40 ng/L	1.63 ng/L
		20.0 ng/L	5.8~13	5.3	4.80 ng/L	5.28 ng/L
		80.0 ng/L	2.8~9.3	3.1	12.9 ng/L	13.2 ng/L
9	1,2-二氯乙烷	0.25 µg/L	4.1~12	6.2	0.062 µg/L	0.072 µg/L
		1.00 µg/L	3.0~9.9	5.9	0.185 µg/L	0.238 µg/L
		4.00 µg/L	1.0~9.8	4.9	0.661 µg/L	0.782 µg/L
10	三氯乙烯	2.50 ng/L	1.9~14	5.5	0.600 ng/L	0.660 ng/L
		10.0 ng/L	1.3~14	7.0	2.30 ng/L	2.90 ng/L
		40.0 ng/L	1.3~10	7.8	6.64 ng/L	9.43 ng/L
11	1,1,2-三氯乙烷	25.0 ng/L	2.5~14	7.8	6.00 ng/L	7.84 ng/L
		100 ng/L	1.5~8.8	3.2	11.3 ng/L	13.0 ng/L
		400 ng/L	1.6~10	3.6	67.8 ng/L	71.2 ng/L

序号	名称	浓度	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	再现性限 R
12	四氯乙烯	0.25 ng/L	7.0~10	7.3	0.053 ng/L	0.068 ng/L
		1.00 ng/L	3.7~11	7.6	0.163 ng/L	0.210 ng/L
		4.00 ng/L	2.8~9.0	5.5	0.505 ng/L	0.675 ng/L
13	1,2-二溴乙烷	2.50 ng/L	2.1~9.6	13	0.500 ng/L	1.00 ng/L
		10.0 ng/L	1.4~9.1	9.4	1.60 ng/L	3.10 ng/L
		40.0 ng/L	1.4~10	13	5.32 ng/L	13.6 ng/L
14	氯苯	12.5 µg/L	2.5~10	9.3	2.00 µg/L	3.50 µg/L
		25.0 µg/L	1.4~7.7	6.5	2.90 µg/L	4.80 µg/L
		100 µg/L	0.8~6.4	10	8.40 µg/L	24.6 µg/L
15	三溴甲烷	5.00 ng/L	2.8~10	11	1.10 ng/L	1.90 ng/L
		20.0 ng/L	2.4~14	4.8	4.65 ng/L	4.78 ng/L
		80.0 ng/L	2.2~9.0	8.0	12.4 ng/L	19.0 ng/L
16	1,1,2,2-四氯乙烯	5.00 ng/L	1.3~16	9.7	1.10 ng/L	1.70 ng/L
		20.0 ng/L	1.7~15	13	4.00 ng/L	8.10 ng/L
		80.0 ng/L	4.8~12	5.6	15.2 ng/L	17.1 ng/L
17	1,2,3-三氯丙烷	25.0 ng/L	1.7~11	9.0	4.40 ng/L	7.60 ng/L
		100 ng/L	1.5~8.8	8.4	17.0 ng/L	29.6 ng/L
		400 ng/L	2.4~9.7	4.6	66.6 ng/L	77.5 ng/L
18	1,4-二氯苯	50.0 ng/L	2.6~9.2	7.2	7.10 ng/L	11.4 ng/L
		200 ng/L	0.8~10	7.3	24.2 ng/L	42.0 ng/L
		800 ng/L	1.2~7.4	2.1	89.5 ng/L	90.8 ng/L
19	1,2-二氯苯	25.0 ng/L	1.5~11	11	4.00 ng/L	8.20 ng/L
		100 ng/L	0.6~4.9	12	8.10 ng/L	30.8 ng/L
		400 ng/L	0.7~11	9.5	68.4 ng/L	111 ng/L
20	1,3,5-三氯苯	2.50 ng/L	2.5~9.5	8.0	1.23 ng/L	1.24 ng/L
		10.0 ng/L	1.1~6.1	8.0	0.90 ng/L	2.10 ng/L
		40.0 ng/L	1.6~6.0	11	3.40 ng/L	11.4 ng/L
21	1,2,4-三氯苯	5.00 ng/L	2.9~15	10	1.62 ng/L	2.00 ng/L
		20.0 ng/L	0.8~6.5	9.3	2.07 ng/L	5.08 ng/L
		80.0 ng/L	2.6~8.0	5.8	9.58 ng/L	14.8 ng/L
22	六氯-1,3-丁二烯	0.50 ng/L	1.6~9.8	4.1	0.102 ng/L	0.103 ng/L
		2.00 ng/L	1.7~15	8.9	0.367 ng/L	0.500 ng/L
		8.00 ng/L	2.5~9.7	12	1.16 ng/L	2.26 ng/L
23	1,2,3-三氯苯	5.00 ng/L	3.7~9.3	11	1.44 ng/L	2.00 ng/L
		20.0 ng/L	1.6~9.9	8.3	2.80 ng/L	5.08 ng/L
		80.0 ng/L	2.2~10	7.9	10.3 ng/L	18.0 ng/L
24	1,2,4,5-四氯苯	5.00 ng/L	1.4~16	8.9	1.60 ng/L	1.86 ng/L
		20.0 ng/L	1.5~12	13	2.85 ng/L	7.10 ng/L
		80.0 ng/L	2.0~10	11	13.0 ng/L	26.1 ng/L

序号	名称	浓度	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	再现性限 R
25	1,2,3,4-四氯苯	5.00 ng/L	3.9~15	12	1.85 ng/L	2.42 ng/L
		20.0 ng/L	0.8~11	10	3.50 ng/L	6.60 ng/L
		80.0 ng/L	2.4~12	8.6	13.8 ng/L	22.6 ng/L
26	六氯苯	5.00 ng/L	3.8~11	11	1.46 ng/L	2.00 ng/L
		20.0 ng/L	2.0~10	8.6	3.32 ng/L	5.23 ng/L
		80.0 ng/L	3.6~9.9	7.9	13.8 ng/L	20.3 ng/L

表B.2 方法的准确度

序号	名称	加标浓度	$\bar{P}\%$	$S_{\bar{p}}$	$\bar{P}\% \pm 2 S_{\bar{p}}$
1	1,1-二氯乙烯	100 ng/L	94.3	4.7	94.3±9.3
		400 ng/L	88.2	3.4	88.2±6.8
2	二氯甲烷	10.0 µg/L	106	4.6	106±9.2
		40.0 µg/L	89.0	6.4	89.0±12.8
3	反-1,2-二氯乙烯	1.00 µg/L	89.7	5.6	89.7±11.2
		4.00 µg/L	87.4	4.8	87.4±9.5
4	氯丁二烯	100 ng/L	106	5.8	106±11.5
		400 ng/L	85.6	2.9	85.6±5.7
5	顺-1,2-二氯乙烯	1.00 µg/L	92.7	4.0	92.7±8.0
		4.00 µg/L	99.4	5.1	99.4±10.2
6	三氯甲烷	100 ng/L	89.2	3.7	89.2±7.4
		400 ng/L	87.0	3.8	87.0±7.6
7	1,1,1-三氯乙烷	20.0 ng/L	82.8	5.2	82.8±10.4
		80.0 ng/L	82.8	2.9	82.8±5.8
8	四氯化碳	20.0 ng/L	98.9	5.1	98.9±10.2
		80.0 ng/L	87.5	2.6	87.5±5.3
9	1,2-二氯乙烷	1.00 µg/L	102	6.1	102±12.2
		4.00 µg/L	90.0	4.4	90.0±8.9
10	三氯乙烯	10.0 ng/L	97.1	6.8	97.1±13.6
		40.0 ng/L	82.8	6.5	82.8±12.9
11	1,1,2-三氯乙烷	100 ng/L	88.5	2.8	88.5±5.6
		400 ng/L	86.5	3.2	86.5±6.4
12	四氯乙烯	1.00 ng/L	79.7	6.0	79.7±11.9
		4.00 ng/L	79.7	4.4	79.7±8.9
13	1,2-二溴乙烷	10.0 ng/L	101	9.6	101±19.1
		40.0 ng/L	88.8	11.4	88.8±22.8
14	氯苯	25.0 µg/L	88.3	5.7	88.3±11.5
		100 µg/L	79.4	8.3	79.4±16.7
15	三溴甲烷	20.0 ng/L	81.5	3.8	81.5±7.6
		80.0 ng/L	84.5	6.8	84.5±13.6
16	1,1,2,2-四氯乙烷	20.0 ng/L	102	12.9	102±25.8
		80.0 ng/L	80.3	4.5	80.3±9.1

序号	名称	加标浓度	$\overline{P\%}$	$S_{\overline{p}}$	$\overline{P\%}\pm 2 S_{\overline{p}}$
17	1,2,3-三氯丙烷	100 ng/L	108	9.0	108±18.0
		400 ng/L	92.4	4.2	92.4±8.5
18	1,4-二氯苯	200 ng/L	87.6	6.4	87.6±12.7
		800 ng/L	83.8	1.8	83.8±3.5
19	1,2-二氯苯	100 ng/L	87.7	10.7	87.7±21.4
		400 ng/L	86.6	8.2	86.6±16.5
20	1,3,5-三氯苯	10.0 ng/L	87.9	7.1	87.9±14.1
		40.0 ng/L	86.3	9.8	86.3±19.7
21	1,2,4-三氯苯	20.0 ng/L	90.6	8.5	90.6±17.0
		80.0 ng/L	90.8	5.3	90.8±10.6
22	六氯-1,3-丁二烯	2.00 ng/L	82.3	7.3	82.3±14.6
		8.00 ng/L	76.7	7.9	76.7±15.8
23	1,2,3-三氯苯	20.0 ng/L	95.2	7.9	95.2±15.8
		80.0 ng/L	87.1	6.8	87.1±13.7
24	1,2,4,5-四氯苯	20.0 ng/L	93.8	11.8	93.8±23.6
		80.0 ng/L	91.4	10.4	91.4±20.8
25	1,2,3,4-四氯苯	20.0 ng/L	99.5	10.6	99.5±21.2
		80.0 ng/L	97.3	8.4	97.3±16.8
26	六氯苯	20.0 ng/L	89.0	7.6	89.0±15.3
		80.0 ng/L	89.3	7.0	89.3±14.1

山西省地方标准
水质 卤代烃的测定
顶空/固相微萃取-气相色谱法
DB14/T 1948—2019

*

开本 880×1230 1/16

2019年12月第一版

印数 100 定价 30.00 元

版权专有 侵权必究