

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 874-2017

固体废物 丙烯醛、丙烯腈和乙腈的测定 顶空-气相色谱法

**Solid waste—Determination of acrolein, acrylonitrile and
acetonitrile—Headspace gas chromatography method**

(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。

2017-11-28 发布

2018-01-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

前 言.....	II
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 样品.....	3
7 分析步骤.....	4
8 结果计算与表示.....	5
9 精密度和准确度.....	7
10 质量保证和质量控制.....	8
11 废物处理.....	8
12 注意事项.....	8
附录 A (资料性附录) 方法的精密度和准确度.....	9

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丙烯醛、丙烯腈和乙腈的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固体废物及其浸出液中丙烯醛、丙烯腈和乙腈的顶空-气相色谱法。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由环境保护部环境监测司和科技标准司组织制订。

本标准起草单位：扬州市环境监测中心站、南京市环境监测中心站。

本标准验证单位：镇江市环境监测中心站、江苏新锐环境监测有限公司、常州市环境监测中心、江阴市环境监测站、无锡市环境监测中心站和泰州市环境监测中心站。

本标准环境保护部 2017 年 11 月 28 日批准。

本标准自 2018 年 1 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

固体废物 丙烯醛、丙烯腈和乙腈的测定 顶空-气相色谱法

警告：实验中所使用的试剂和标准溶液为易挥发的有毒化合物，配制过程应在通风柜中进行；操作时应按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定固体废物及其浸出液中丙烯醛、丙烯腈和乙腈的顶空-气相色谱法。

本标准适用于固体废物及其浸出液中丙烯醛、丙烯腈和乙腈的测定。

固体废物样品量为 2.0 g 时，丙烯醛和丙烯腈的方法检出限为 0.3 mg/kg，测定下限为 1.2 mg/kg；乙腈的方法检出限为 0.4 mg/kg，测定下限为 1.6 mg/kg。固体废物浸出液体积为 10 ml 时，丙烯醛、丙烯腈和乙腈的方法检出限为 0.05 mg/L，测定下限为 0.20 mg/L。

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 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

在一定的温度下，顶空瓶内样品中挥发性组分向液上空间挥发，产生蒸气压，在气液固三相（或气液两相）达到热力学动态平衡后，气相中的挥发性组分经气相色谱分离，用火焰离子化检测器检测。以保留时间定性，峰高或峰面积定量。

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试剂，实验用水为新制备的不含有机物的去离子水。

4.1 丙烯醛 (C_3H_4O)：色谱纯。

4.2 丙烯腈 (C_3H_3N)：色谱纯。

4.3 乙腈 (C_2H_3N)：色谱纯。

4.4 甲醇 (CH_3OH)：色谱纯。

4.5 氯化钠 (NaCl): 优级纯。在 400℃下烘 4 h, 除去可能的干扰物质, 冷却后于磨口玻璃瓶内密封保存。

4.6 磷酸: ρ (H_3PO_4) =1.874 g/ml。

4.7 基体改性剂: 量取 500 ml 水, 滴加几滴磷酸 (4.6) 调节 pH≤2, 加入 180 g 氯化钠 (4.5), 溶解并混匀。

4.8 丙烯醛、丙烯腈和乙腈混合标准溶液: ρ =2000 mg/L。

称取 0.20 g (精确至 0.1 mg) 丙烯醛 (4.1)、丙烯腈 (4.2) 和乙腈 (4.3) 于少量水中, 用实验用水定容至 100 ml。或直接购买市售有证标准溶液。标准溶液在 0℃~4℃下避光保存。开封后用密实瓶避光保存, 有效期为 1 个月。

4.9 石英砂 (SiO_2): 270 μm ~830 μm (20 目~50 目)。使用前需经过空白检验, 确认无目标化合物或目标化合物浓度低于方法检出限。

4.10 载气: 高纯氮气 ($\geq 99.999\%$)。

4.11 燃气: 高纯氢气 ($\geq 99.999\%$)。

4.12 助燃气: 空气, 脱水脱有机物。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪: 具毛细柱分流/不分流进样口, 可程序升温, 具氢火焰离子化检测器 (FID)。

5.2 毛细管色谱柱: 柱 1: 30 m×0.32 mm×0.50 μm , 100%聚乙二醇固定液, 也可使用其他等效毛细管柱。
柱 2: 30 m×0.32 mm×0.25 μm , 50%二苯基 50%二甲基硅氧烷固定液, 也可使用其他等效毛细管柱。

5.3 顶空进样器: 带顶空瓶、密封垫 (聚四氟乙烯/硅氧烷或聚四氟乙烯/丁基橡胶)、密封瓶盖 (螺旋盖或一次使用的压盖)。

5.4 往复式振荡器: 振荡频率 150 次/min, 可固定顶空瓶。

5.5 天平: 感量为 0.01 g, 0.0001 g。

5.6 微量注射器: 10 μl 、100 μl 。

5.7 采样器材: 铁铲和不锈钢药勺。

5.8 样品瓶: 60 ml 或 250 ml, 带聚四氟乙烯材质隔垫的螺纹棕色玻璃瓶。

5.9 棕色玻璃瓶: 2 ml, 具聚四氟乙烯衬垫和实心螺旋盖。

5.10 便携式冷藏箱: 容积 20 L, 温度 4℃以下。

5.11 一次性巴斯德玻璃吸液管。

5.12 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品的采集与保存

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。采集样品的工具应用金属制品，使用前应经过净化处理。所有样品应至少采集 3 份代表性样品。用采样器材（5.7）将样品尽快采集到样品瓶（5.8）中，并尽量填满。快速清除掉样品瓶螺纹及外表面上粘附的样品，密封样品瓶，置于便携式冷藏箱（5.10）内，带回实验室。

样品送入实验室后应尽快分析。若不能立即分析，应在远离有机物蒸气的环境中 4℃以下密封保存，并于 48 h 内完成分析。用于浸出毒性分析的样品也应于 48 h 内完成分析。

注：样品采集时勿搅动固体废物，以免造成固体废物中目标化合物的挥发。

6.2 试样的制备

6.2.1 固体废物低含量试样的制备

取出装有样品的样品瓶，待恢复至室温后，称取 2 g（精确至 0.01 g）样品置于顶空瓶中，迅速向顶空瓶中加入 10 ml 基体改性剂（4.7），立即密封。在往复式振荡器（5.4）上以 150 次/min 的频率振荡 10 min，待测。

6.2.2 固体废物高含量试样的制备

当固体废物样品为固态且样品中目标化合物浓度大于 150 mg/kg，或者固体废物样品为液态且样品中目标化合物浓度大于 30 mg/L 时，视该样品为高含量样品。

取出装有样品的样品瓶，待恢复至室温后，称取 2 g（精确至 0.01 g）样品置于含 10 ml 甲醇（4.4）的顶空瓶中，立即密封，在往复式振荡器（5.4）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（5.11）移取约 1 ml 甲醇提取液至 2 ml 棕色玻璃瓶（5.9）中，必要时，提取液可进行离心分离。该提取液在 4℃暗处保存，保存期为 48 h。

在分析前将甲醇提取液恢复到室温后，向空的顶空瓶中依次加入 2 g（精确至 0.01 g）石英砂（4.9）、10 ml 基体改性剂（4.7），根据样品浓度加入 10 μl~100 μl 甲醇提取液，立即密封，振荡混匀，待测。

注：若甲醇提取液中目标化合物浓度较高，可用甲醇进行适当稀释。

6.2.3 浸出液试样的制备

按照 HJ/T 299 或 HJ/T 300 中挥发性有机物的浸出步骤制备固体废物浸出液试样。移取 10 ml 浸出液至顶空瓶中，立即密封，待测。

6.3 空白试样的制备

6.3.1 固体废物低含量样品空白试样的制备

称取 2 g (精确至 0.01 g) 石英砂 (4.9) 代替低含量固体废物样品, 按照 6.2.1 步骤制备低含量空白试样。

6.3.2 固体废物高含量样品空白试样的制备

称取 2 g (精确至 0.01 g) 石英砂 (4.9) 代替高含量固体废物样品, 按照 6.2.2 步骤制备高含量空白试样。

6.3.3 固体废物浸出液空白试样的制备

按照 HJ/T 299 或 HJ/T 300 的浸提方法, 移取 10 ml 浸提剂置于顶空瓶中, 立即密封, 待测。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 顶空进样器参考条件

加热平衡温度 85°C; 加热平衡时间 20 min; 取样针温度 95°C; 传输线温度 100°C; 传输线为经过去活处理, 内径 0.32 mm 的石英毛细管柱; 压力化平衡时间 2 min; 进样时间 0.1 min; 顶空瓶压力 40 psi。

7.1.2 气相色谱仪参考条件

进样口温度: 150°C; 压力: 4 psi; 进样方式: 分流进样, 分流比: 1:1。柱箱升温程序: 40°C 保持 5.0 min, 以 5°C/min 的升温速率升至 60°C, 再以 30°C/min 的升温速率升至 150°C, 保持 5.0 min。FID 检测器温度: 250°C; 载气: 氮气; 氢气流量: 40 ml/min; 空气流量: 450 ml/min。

7.2 校准

7.2.1 固体废物校准曲线的绘制

向 6 支顶空瓶中依次加入 2 g (精确至 0.01 g) 石英砂 (4.9), 10 ml 基体改性剂 (4.7), 再分别加入 0 μl、1.00 μl、10.0 μl、50.0 μl、100 μl 和 150 μl 的丙烯醛、丙烯腈和乙腈混合标准溶液 (4.8), 配制目标化合物质量分别为 0 μg、2.0 μg、20.0 μg、100 μg、200 μg 和 300 μg 的校准曲线系列。在往复式振荡器 (5.4) 上以 150 次/min 的频率振荡 10 min, 按照仪器参考条件 (7.1) 依次进行分析, 以质量 (μg) 为横坐标, 峰面积或峰高为纵坐标, 绘制校准曲线。

7.2.2 固体废物浸出液校准曲线的绘制

向 6 支顶空瓶中加入 10 ml 实验用水, 再分别加入 0 μl、1.00 μl、10.0 μl、50.0 μl、100 μl 和 150 μl 的丙烯醛、丙烯腈和乙腈混合标准溶液 (4.8), 配制目标化合物浓度分别为 0 mg/L、0.20 mg/L、2.00 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L 和 30.0 mg/L 的校准曲线系列。按照仪器参考条件 (7.1) 依次进行分析, 以浓度 (mg/L) 为横坐标, 峰面积或峰高为纵坐标, 绘制校准曲线。

7.3 测定

将制备好的试样（6.2）置于顶空进样器（5.3）上，按照仪器参考条件（7.1）进行测定。

7.4 空白试验

将制备好的空白试样（6.3）置于顶空进样器（5.3）上，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

样品以保留时间定性。样品分析前，建立保留时间窗 $t \pm 3s$ 。 t 为初次校准时各浓度级别目标化合物的保留时间均值， s 为初次校准时各浓度级别目标化合物保留时间的标准偏差。样品分析时，目标物应在保留时间窗内出峰。当使用本方法无法定性时，可用柱 2 做辅助定性确认，也可用质谱做进一步确认。

按照仪器参考条件（7.1）分析，丙烯醛、丙烯腈和乙腈在色谱柱 1 上的标准色谱图见图 1，丙烯醛、丙烯腈和乙腈在色谱柱 2 上的标准色谱图见图 2。

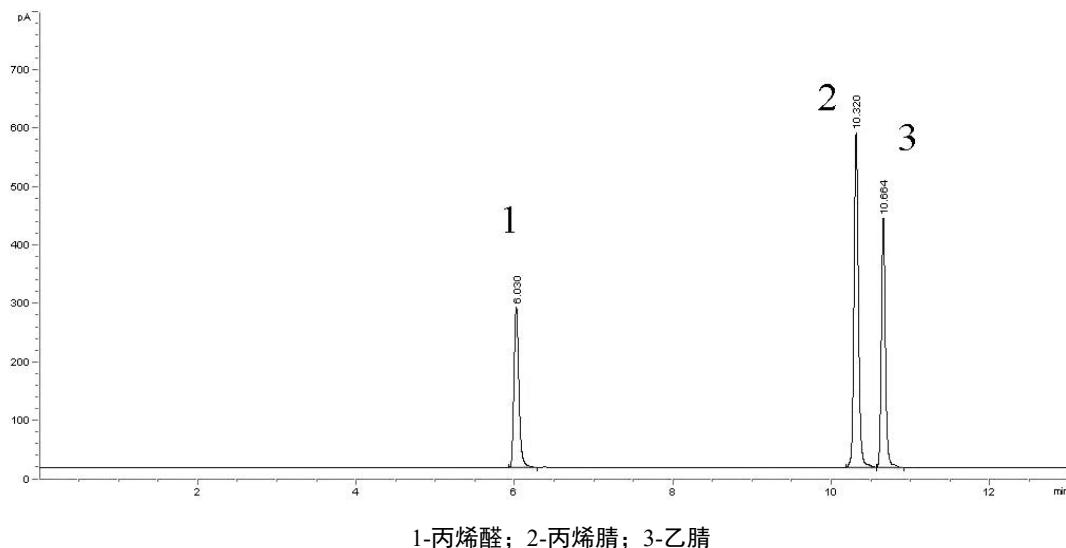


图 1 丙烯醛、丙烯腈和乙腈在色谱柱 1 上的标准色谱图

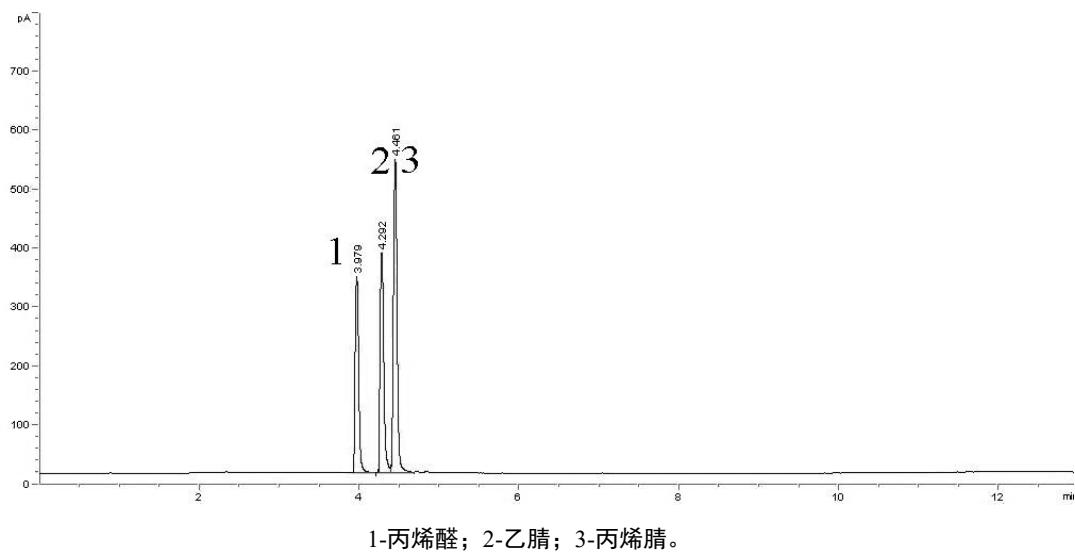


图 2 丙烯醛、丙烯腈和乙腈在色谱柱 2 上的标准色谱图

8.2 结果计算

8.2.1 固体废物低含量样品的结果计算

低含量固体废物中的丙烯醛、丙烯腈和乙腈的含量 (mg/kg)，按照式 (1) 进行计算。

$$\omega = \frac{m_0}{m_1} \quad (1)$$

式中： ω —— 目标化合物的含量， mg/kg；

m_0 —— 根据校准曲线计算出的目标化合物的质量， μg ；

m_1 —— 样品重（湿重）， g。

8.2.2 固体废物高含量样品的结果计算

高含量固体废物中的丙烯醛、丙烯腈和乙腈的含量 (mg/kg)，按照式 (2) 进行计算。

$$\omega = \frac{m_0 \times 10.0 \times f}{m_1 \times V_s} \quad (2)$$

式中： ω —— 目标化合物的含量， mg/kg；

m_0 —— 根据校准曲线计算出的目标化合物的质量， μg ；

10.0 —— 提取液体积， ml；

f —— 萃取液的稀释倍数；

m_1 —— 样品量（湿重）， g；

V_s —— 用于顶空测定的甲醇提取液体积， ml。

8.2.3 固体废物浸出液样品的结果计算

固体废物浸出液中丙烯醛、丙烯腈和乙腈的含量直接由校准曲线查得，以 mg/L 表示。

8.3 结果表示

8.3.1 测定固体废物，当测定结果小于 10.0 mg/kg 时，保留小数点后 1 位；当测定结果大于或等于 10.0 mg/kg 时，保留 3 位有效数字。

8.3.2 测定固体废物浸出液，当测定结果小于 1.00 mg/L 时，保留小数点后 2 位；当测定结果大于或等于 1.00 mg/L 时，保留 3 位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

六家实验室分别对加标量为 5.0 mg/kg、10.0 mg/kg 和 100 mg/kg 的三种固体废物实际样品进行了测定。固体废物基体加标低浓度样品测定的实验室内相对标准偏差在 0.3%~9.4% 之间，实验室间相对标准偏差在 4.0%~8.1% 之间，重复性限在 0.6 mg/kg~1.0 mg/kg 之间，再现性限在 0.8 mg/kg~1.4 mg/kg 之间。固体废物基体加标中浓度样品测定的实验室内相对标准偏差在 0.1%~7.0% 之间，实验室间相对标准偏差在 2.7%~7.0% 之间，重复性限在 0.9 mg/kg~1.3 mg/kg 之间，再现性限在 1.2 mg/kg~2.2 mg/kg 之间。固体废物基体加标高浓度样品测定的实验室内相对标准偏差在 0.2%~5.0% 之间，实验室间相对标准偏差在 1.7%~3.8% 之间，重复性限在 6.8 mg/kg~9.3 mg/kg 之间，再现性限在 7.8 mg/kg~13.0 mg/kg 之间。

六家实验室分别对加标量为 1.00 mg/L、2.00 mg/L 和 20.0 mg/L 的三种固体废物浸出液实际样品进行了测定。固体废物浸出液基体加标低浓度样品测定的实验室内相对标准偏差在 1.6%~9.9% 之间，实验室间相对标准偏差在 5.8%~13% 之间，重复性限在 0.12 mg/L~0.20 mg/L 之间，再现性限在 0.24 mg/L~0.37 mg/L 之间。固体废物浸出液基体加标中浓度样品测定的实验室内相对标准偏差在 0.7%~9.7% 之间，实验室间相对标准偏差在 4.6%~12% 之间，重复性限在 0.25 mg/L~0.37 mg/L 之间，再现性限在 0.34 mg/L~0.74 mg/L 之间。固体废物浸出液基体加标高浓度样品测定的实验室内相对标准偏差在 0.4%~7.8% 之间，实验室间相对标准偏差在 1.7%~5.2% 之间，重复性限在 1.58 mg/L~2.41 mg/L 之间，再现性限在 1.85 mg/L~3.60 mg/L 之间。

9.2 准确度

六家实验室对固体废物基体加标样品进行了测定。样品加标量为 5.0 mg/kg 时，基体加标回收率在 80.0%~108% 之间，加标回收率的最终值在 92.7%±13%~98.4%±20% 之间；样品加标量为 10.0 mg/kg 时，基体加标回收率在 88.4%~106% 之间，加标回收率的最终值在 95.6%±1.8%~98.7%±14% 之间；样

品加标量为 100 mg/kg 时, 基体加标回收率在 80.0%~106%之间, 加标回收率的最终值在 96.2%±18%~99.2%±4.7%之间。

固体废物浸出液加标量为 1.00 mg/L 时, 基体加标回收率在 82.5%~106%之间, 加标回收率的最终值在 93.6%±9.3%~97.8%±16%之间; 固体废物浸出液加标量为 2.00 mg/L 时, 基体加标回收率在 89.7%~113%之间, 加标回收率的最终值在 94.2%±8.5%~102%±12%之间; 固体废物浸出液加标量为 20.0 mg/L 时, 基体加标回收率在 80.0%~106%之间, 加标回收率的最终值在 95.0%±4.1%~98.4%±5.0%之间。

固体废物及固体废物浸出液方法的精密度、准确度指标参见附录 A。

10 质量保证和质量控制

10.1 校准

样品测试前需绘制不少于 5 个浓度点的校准曲线, 校准曲线的相关系数应 ≥ 0.995 , 若不能满足要求, 需重新绘制校准曲线。

10.2 空白试验

每批样品应至少测定一个实验室空白, 空白样品中目标化合物浓度应低于方法检出限。

10.3 平行样测定

每 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批) 分析一个平行样, 若样品中含有目标化合物, 则平行样品测定值的相对偏差应在 20%以内。

10.4 加标回收率

每 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批) 分析一个加标样, 加标样品中目标化合物的回收率应在 70%~130%之间。

11 废物处理

实验产生的含有机试剂的废物应集中保管, 委托有资质的单位进行处理。

12 注意事项

12.1 在样品的保存和运输过程中, 要避免样品被沾污, 样品应放在密闭、避光的冷藏箱中冷藏贮存。

12.2 分析过程中使用的器具、材料, 不应含有目标化合物, 器具、材料可采用甲醇清洗。

附录 A

(资料性附录)

方法的精密度和准确度

表 A.1 给出了固体废物方法的精密度指标, 表 A.2 给出了固体废物方法的准确度指标。表 A.3 给出了固体废物浸出液方法的精密度指标, 表 A.4 给出了固体废物浸出液方法的准确度指标。

表 A.1 固体废物方法的精密度

样品类型	化合物名称	加标量 (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)
化工污泥	丙烯醛	5.0	5.1~8.4	4.1	0.9	1.0
		10.0	1.1~5.8	3.7	1.1	1.4
		100	0.5~4.9	2.6	7.4	9.8
	丙烯腈	5.0	5.8~9.1	6.0	1.0	1.2
		10.0	1.2~7.0	4.2	1.3	1.7
		100	0.2~3.4	1.7	6.8	7.8
	乙腈	5.0	1.8~8.9	8.1	0.8	1.4
		10.0	1.3~5.3	5.9	1.1	1.9
		100	0.3~4.4	3.0	7.9	10.9
污染土壤	丙烯醛	5.0	4.5~9.4	4.0	0.9	1.0
		10.0	1.4~5.7	3.6	1.0	1.4
		100	0.2~5.0	2.5	8.3	10.2
	丙烯腈	5.0	4.0~8.3	5.3	0.8	1.0
		10.0	1.2~5.3	4.0	1.0	1.4
		100	0.2~4.0	2.7	7.1	9.8
	乙腈	5.0	2.7~6.9	4.5	0.7	0.9
		10.0	1.3~4.1	5.6	0.9	1.8
		100	0.2~4.6	3.0	8.1	11.0
化工废渣	丙烯醛	5.0	0.9~9.4	5.9	0.9	1.1
		10.0	0.2~7.0	2.7	1.2	1.3
		100	0.2~4.0	3.8	7.7	12.5
	丙烯腈	5.0	0.4~6.5	4.4	0.6	0.8
		10.0	1.2~5.6	7.0	1.1	2.2
		100	0.2~4.8	3.6	9.3	13.0
	乙腈	5.0	0.3~8.4	4.4	0.8	0.9
		10.0	0.1~4.9	3.1	1.0	1.2
		100	0.3~4.1	3.3	7.8	11.5

表 A.2 固体废物方法的准确度

样品类型	化合物名称	加标量 (mg/kg)	加标回收率范 围 (%)	加标回收率均值 \bar{P} (%)	加标回收率的标准 偏差 $S_{\bar{P}}$ (%)	加标回收率最终值 ($\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$) (%)
化工污泥	丙烯醛	5.0	81.5~99.5	92.7	6.6	92.7±13
		10.0	94.1~96.7	95.6	0.9	95.6±1.8
		100	93.1~100	97.3	2.5	97.3±5.1
	丙烯腈	5.0	87.9~104	95.0	6.0	95.0±12
		10.0	92.4~101	97.7	3.0	97.7±6.0
		100	96.4~100	98.8	1.5	98.8±3.0
	乙腈	5.0	84.2~106	95.9	8.0	95.9±16
		10.0	89.1~104	98.2	5.6	98.2±11
		100	92.8~101	97.7	2.8	97.7±5.5
污染土壤	丙烯醛	5.0	84.4~106	96.9	7.3	96.9±15
		10.0	95.5~98.1	96.6	1.0	96.6±2.0
		100	95.2~102	97.7	2.5	97.7±4.9
	丙烯腈	5.0	80.5~105	94.0	8.3	94.0±17
		10.0	95.2~104	97.7	3.3	97.7±6.6
		100	96.2~103	99.2	2.4	99.2±4.7
	乙腈	5.0	80.0~108	98.4	9.8	98.4±20
		10.0	89.5~103	98.5	5.1	98.6±10
		100	95.1~101	98.3	2.4	98.3±4.9
化工废渣	丙烯醛	5.0	80.0~106	94.1	9.0	94.1±18
		10.0	90.0~103	97.5	4.5	97.5±9.0
		100	92.6~104	97.8	3.8	97.8±7.6
	丙烯腈	5.0	80.0~106	95.9	8.9	95.9±18
		10.0	88.4~106	98.7	6.9	98.7±14
		100	80.0~106	96.2	8.8	96.2±18
	乙腈	5.0	80.2~106	96.7	9.2	96.8±18
		10.0	89.5~104	98.0	5.1	98.0±10
		100	92.2~100	97.0	2.8	97.0±5.7

表 A.3 固体废物浸出液方法的精密度

样品类型	化合物名称	加标量 (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/kg)	再现性限 R (mg/kg)
化工污泥	丙烯醛	1.00	1.8~5.8	13	0.12	0.37
		2.00	3.6~7.2	8.1	0.26	0.50
		20.0	0.6~5.2	2.0	2.00	2.11
	丙烯腈	1.00	2.6~7.6	11	0.14	0.33
		2.00	2.0~7.5	5.3	0.25	0.37
		20.0	1.2~4.7	3.8	1.83	2.68
	乙腈	1.00	2.6~5.3	11	0.13	0.34
		2.00	1.8~7.7	4.8	0.28	0.37
		20.0	1.2~4.0	3.4	1.58	2.36
污染土壤	丙烯醛	1.00	3.3~9.0	9.9	0.18	0.33
		2.00	0.7~9.7	5.5	0.29	0.41
		20.0	0.6~5.4	1.7	1.76	1.85
	丙烯腈	1.00	1.6~7.1	11	0.14	0.33
		2.00	1.7~6.5	6.0	0.25	0.40
		20.0	1.2~5.0	2.5	1.90	2.20
	乙腈	1.00	2.8~8.2	9.9	0.18	0.32
		2.00	3.1~6.2	4.6	0.25	0.34
		20.0	0.7~5.0	4.7	1.98	3.16
化工废渣	丙烯醛	1.00	2.8~7.7	8.8	0.17	0.28
		2.00	1.6~9.1	12	0.35	0.74
		20.0	0.6~4.8	4.4	1.89	2.92
	丙烯腈	1.00	3.3~7.6	9.5	0.16	0.31
		2.00	4.1~9.3	11	0.37	0.71
		20.0	0.5~5.8	4.0	1.95	2.85
	乙腈	1.00	2.6~9.9	5.8	0.20	0.24
		2.00	3.4~6.8	11	0.28	0.69
		20.0	0.4~7.8	5.2	2.41	3.60

表 A.4 固体废物浸出液方法的准确度

样品类型	化合物名称	加标量 (mg/kg)	加标回收率范 围 (%)	加标回收率均值 \bar{P} (%)	加标回收率的标准 偏差 $S_{\bar{P}}$ (%)	加标回收率最终值 ($\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$) (%)
化工污泥	丙烯醛	1.00	88.5~101	93.6	4.6	93.6±9.3
		2.00	89.8~99.0	95.0	3.5	95.0±7.0
		20.0	91.7~96.5	95.0	2.1	95.0±4.1
	丙烯腈	1.00	84.9~101	94.1	5.6	94.1±11
		2.00	90.1~102	96.8	4.9	96.8±9.7
		20.0	92.6~102	98.0	3.6	98.0±7.2
	乙腈	1.00	88.4~103	96.4	5.3	96.4±11
		2.00	90.4~105	98.7	5.5	98.7±11
		20.0	93.5~103	97.1	3.5	97.1±6.9
污染土壤	丙烯醛	1.00	89.5~102	95.9	4.3	95.9±8.6
		2.00	89.7~99.5	94.2	4.2	94.2±8.5
		20.0	92.7~97.8	95.7	2.0	95.7±4.1
	丙烯腈	1.00	87.5~101	94.3	5.5	94.3±11
		2.00	90.9~105	96.1	5.3	96.1±11
		20.0	95.6~101	98.4	2.5	98.4±5.0
	乙腈	1.00	87.1~103	95.2	6.8	95.2±14
		2.00	90.8~103	95.7	4.3	95.7±8.7
		20.0	92.7~105	97.9	4.7	97.9±9.5
化工废渣	丙烯醛	1.00	87.2~99.5	93.6	4.1	93.6±8.2
		2.00	92.5~113	101	6.8	101±14
		20.0	91.1~102	95.2	4.4	95.2±8.8
	丙烯腈	1.00	88.5~102	96.0	4.9	96.0±9.9
		2.00	97.5~111	102	5.0	102±10
		20.0	80.0~106	97.6	9.2	97.6±18
	乙腈	1.00	82.5~106	97.8	8.2	97.8±16
		2.00	95.1~111	102	6.2	102±12
		20.0	92.2~105	96.7	5.1	96.7±10