

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 711-2014

# 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

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2014-11-27 发布

2015-01-01 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.....                | 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.....              | 7  |
| 10 质量保证和质量控制.....           | 8  |
| 11 注意事项.....                | 9  |
| 12 废物处理.....                | 9  |
| 附录 A(规范性附录) 方法检出限和测定下限..... | 10 |
| 附录 B(资料性附录) 目标化合物及保留时间..... | 11 |
| 附录 C(资料性附录) 方法精密度和准确度.....  | 12 |
| 附录 D(资料性附录) 辅助定性参考色谱图.....  | 15 |

## 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 为规范性附录；附录 B、附录 C 和附录 D 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和江苏省理化分析测试中心。

本标准环境保护部 2014 年 11 月 27 日批准。

本标准自 2015 年 01 月 01 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：实验中使用的溶剂和标准溶液对人体健康有危害，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

本标准规定了固体废物和固体废物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体废物浸出液中 21 种酚类化合物的测定，其他酚类化合物如果通过验证也可适用于本标准。

当固体废物的取样量为 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 0.08~1.32 mg/kg，详见附录 A。

当固体废物浸出液的取样量为 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 A。

## 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 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 |
| HJ 557   | 固体废物 浸出毒性浸出方法 水平振荡法   |

## 3 方法原理

固体废物或固体废物浸出液用合适的有机溶剂提取，提取液经酸碱分配净化，酚类化合物进入水相，将水相调节至酸性，用合适的有机溶剂萃取水相，萃取液经脱水、浓缩、定容后进气相色谱分离，氢火焰检测器测定，以保留时间定性，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，实验用水为二次蒸馏水

或通过纯水设备制备的水。

4.1 氢氧化钠 (NaOH)。

4.2 盐酸 (HCl):  $\rho = 1.19 \text{ g/ml}$ 。

4.3 无水硫酸钠 ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ): 在  $400^\circ\text{C}$  烘烤 4 h, 置于干燥器中冷却至室温, 转移至磨口玻璃瓶中, 于干燥器中保存。

4.4 氢氧化钠 (NaOH) 溶液:  $c(\text{NaOH}) = 5 \text{ mol/L}$ 。

称取 20 g 氢氧化钠 (4.1), 用水溶解冷却后定容至 100 ml。

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

量取 125 ml 盐酸 (4.2), 用水稀释至 500 ml。

4.6 二氯甲烷( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ): 色谱纯。

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

4.8 甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ ): 色谱纯。

4.9 正己烷 ( $\text{C}_6\text{H}_{14}$ ): 色谱纯。

4.10 二氯甲烷与乙酸乙酯混合溶剂: 4+1。

4.11 二氯甲烷与正己烷混合溶剂: 2+1。

4.12 标准贮备液:  $\rho = 1000 \text{ mg/L}$ 。

可直接购买市售有证标准溶液, 也可用标准物质制备。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, 2-(1-甲基-正丙基)-4,6-二硝基酚(地乐酚), 2-环己基-4,6-二硝基酚。

4.13 标准使用液:  $\rho = 100 \text{ mg/L}$

用甲醇 (4.8) 稀释标准贮备液 (4.12), 配制成浓度为 100 mg/L 的标准使用液,  $4^\circ\text{C}$  以下避光保存, 可保存 1 个月。

4.14 石英砂 (0.84~0.297 mm, 20~50 目): 在  $400^\circ\text{C}$  烘烤 4 h, 置于干燥器中冷却至室温, 转移至磨口玻璃瓶中, 于干燥器中保存。

4.15 硅藻土 (0.15~0.038 mm, 100~400 目): 在  $400^\circ\text{C}$  烘烤 4 h, 置于干燥器中冷却至室温, 转移至磨口玻璃瓶中, 于干燥器中保存。

4.16 氮气 ( $\text{N}_2$ ): 纯度  $\geq 99.999\%$ ;

4.17 氢气 ( $\text{H}_2$ ): 纯度  $\geq 99.999\%$ ;

4.18 与索氏提取装置配套的纸质套筒: 使用前应检查酚类化合物的残留量, 避免干扰。

## 5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱仪：具分流/不分流进样口，带氢火焰检测器（FID）。
- 5.2 翻转振荡装置。
- 5.3 色谱柱： $30\text{ m} \times 0.25\text{ mm} \times 0.25\text{ }\mu\text{m}$ , 100%甲基聚硅氧烷毛细管柱；或  $30\text{ m} \times 0.25\text{ mm} \times 0.25\text{ }\mu\text{m}$ , 50%苯基 50%甲基聚硅氧烷毛细管柱，或其它等效毛细管柱。
- 5.4 提取设备：索氏提取装置，也可选用探针式超声波提取仪、加压流体萃取装置或微波提取装置。
- 5.5 提取瓶：2 L 具旋盖和内盖的广口瓶，可使用玻璃瓶或聚四氟乙烯（PTFE）瓶。
- 5.6 浓缩装置：旋转蒸发装置或 K-D 浓缩仪、氮吹浓缩仪等性能相当的设备。
- 5.7 分液漏斗：带聚四氟乙烯（PTFE）塞子。
- 5.8 微量注射器：10  $\mu\text{l}$ 、25  $\mu\text{l}$ 、100  $\mu\text{l}$ 、250  $\mu\text{l}$ 、500  $\mu\text{l}$  和 1000  $\mu\text{l}$ 。
- 5.9 研钵：由玻璃、玛瑙或其他无干扰物的材质制成。
- 5.10 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、HJ/T 298 相关规定采集有代表性的固体废物样品。  
样品采集后密闭储存于棕色玻璃瓶中，应尽快分析。若不能及时分析，应冷藏避光保存，保存期为 14 d。注意避免有机物干扰。样品提取液避光冷藏保存，保存期 40 d。

### 6.2 试样的制备

#### 6.2.1 固体废物浸出液试样的制备

##### 6.2.1.1 浸出

称取 100 g 样品，根据需求按照 HJ/T 299 、HJ/T 300 或 HJ 557 制备浸出液试样。

##### 6.2.1.2 净化

取 6.2.1.1 固体废物浸出液 100 ml 于分液漏斗（5.6）中，用 NaOH 溶液（4.4）调节至 pH>12，加入 30 ml 二氯甲烷与正己烷混合溶剂（4.11），充分振荡、静置，弃去下层有机相，保留水相部分。

注：若有机相颜色较深，可将净化次数适当增加至 2~3 次。

##### 6.2.1.3 萃取和浓缩

将 6.2.1.2 保留的水相部分用盐酸溶液（4.5）调节至 pH<2，加入 50 ml 二氯甲烷与乙酸乙酯混合溶剂（4.10），充分振荡、静置，弃去水相，有机相经过装有适量无水硫酸钠（4.3）的漏斗除水，用二氯甲烷与乙酸乙酯混合溶剂（4.10）充分洗涤硫酸钠，合并全部有机相，浓缩定容至 1.0 ml，待测。

## 6.2.2 固体废物试样的制备

### 6.2.2.1 水性液态固体废物

称取 10.0 g （精确到 0.1 g）样品，加入 90 ml 水，混匀后全部转入分液漏斗（5.6）中，其余按 6.2.1.2 和 6.2.1.3 步骤进行。

### 6.2.2.2 油状液态固体废物

称取 10.0 g （精确到 0.1 g）样品，加入 30 ml 二氯甲烷与正己烷混合溶剂（4.11），混匀后全部转入分液漏斗中（5.6），加入 100 ml 水，其余按 6.2.1.2 和 6.2.1.3 步骤进行。

### 6.2.2.3 固态和半固态废物

#### 6.2.2.3.1 脱水

称取均匀样品 10.0 g （精确到 0.1 g），加入适量无水硫酸钠（4.3），研磨均化成流砂状，备用。如使用加压流体萃取，则用硅藻土（4.15）脱水。

#### 6.2.2.3.2 提取

可选择索氏提取、加压流体萃取、超声波提取或微波提取等任意一种方式进行目标物的提取。

##### （1）索氏提取

将 6.2.2.3.1 得到的试样全部转移至纸质套筒（4.18）中，加入 100 ml 二氯甲烷与正己烷混合溶剂（4.11），提取 16~18h，回流速率控制在 10 次/h 左右，收集提取液，待净化。

##### （2）加压流体萃取

根据 6.2.2.3.1 得到的试样的体积选择合适的萃取池，装入样品，以二氯甲烷与正己烷混合溶剂（4.11）为萃取溶剂，按以下参考条件进行萃取：萃取温度 100 °C，萃取压力 1500 psi，静态萃取时间 5 min，淋洗体积为 60% 池体积，氮气吹扫时间 60 s，萃取循环次数 2 次。也可参照仪器生产商说明书设定条件。收集提取液，待净化。

##### （3）超声波提取

根据 6.2.2.3.1 得到的试样的体积选择合适的锥形瓶，加入适量的二氯甲烷与正己烷混合溶剂（4.11），使得液面至少高出固体 2 cm，将超声探头置于液面下，超声提取 3 次，每次 3 min，控制提取时温度不超过 40 °C（可将锥形瓶放在冰水浴中），过滤，用适量混合溶

剂（4.11）洗涤锥形瓶内壁及试样，收集合并提取液，待净化。

#### （4）微波提取

将 6.2.2.3.1 得到的试样转移至微波提取专用容器中，加入适量的二氯甲烷与正己烷混合溶剂（4.11），液面高度须没过试样且低于容器深度的 2/3（样品数量过多可分多份单独提取，最后合并提取液）。微波提取参考条件：功率 800 W，5 min 内升温至 75 °C，保持 10 min。待提取液冷却后过滤，用适量混合溶剂（4.11）洗涤容器内壁及试样，收集合并提取液，待净化。

### 6.2.2.3.3 净化

将 6.2.2.3.2 得到的提取液转入分液漏斗（5.6）中，加入 2 倍于提取液体积的水，用 NaOH 溶液（4.4）调节至 pH>12，充分振荡、静置，弃去下层有机相，保留水相部分。

注：如果有机相颜色较深，可加入适量二氯甲烷与正己烷混合溶剂（4.11），增加净化次数 2~3 次，至有机相基本无色为止。

### 6.2.2.3.4 萃取和浓缩

按 6.2.1.3 步骤进行。

## 7 分析步骤

### 7.1 气相色谱参考条件

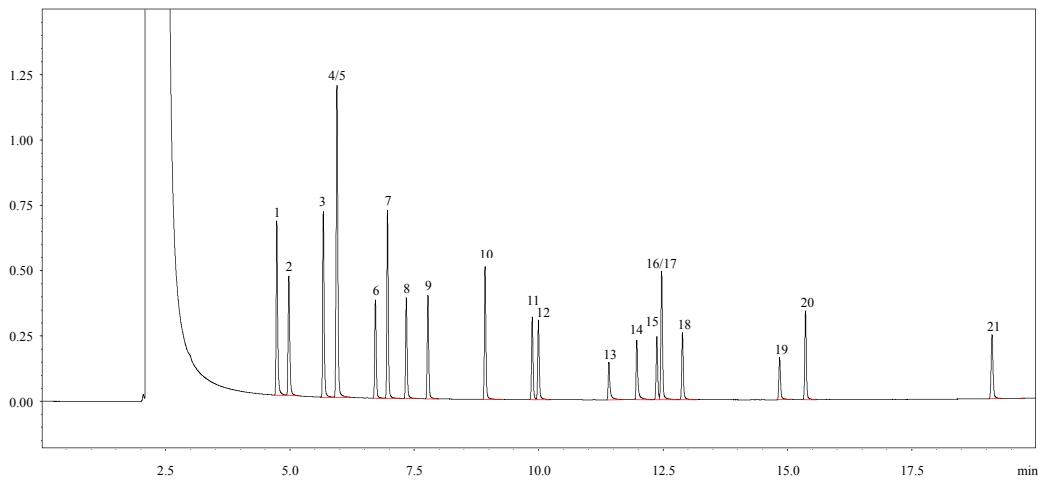
进样口温度：260 °C；进样方式：分流或不分流；进样体积：1.0~2.0 μl。柱箱升温程序：80 °C 保持 1.0 min，以 10 °C/min 的升温速率升至 250 °C 并保持 4.0 min；FID 检测器温度：280 °C。色谱柱内载气流量：1.0 ml/min；尾吹气：氮气，流量：30 ml/min；氢气流量：35 ml/min；空气流量：300 ml/min。

### 7.2 校准

精确移取标准贮备液（4.12）5.0μl、25.0μl、100μl、250μl 和 500μl 于 5 ml 容量瓶中，用二氯甲烷与乙酸乙酯混合溶剂（4.10）稀释至标线，配制校准系列，目标化合物浓度分别为 1.00 mg/L、5.00 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L 和 100 mg/L。在推荐仪器条件（7.1）下进行测定，以各组分的质量浓度为横坐标，以该组分色谱峰面积（或峰高）为纵坐标绘制校准曲线。

### 7.3 参考色谱图

按照气相色谱参考条件（7.1）分析，21 种酚类化合物在 100% 甲基聚硅氧烷（非极性）色谱柱上的参考色谱图见图 1。



出峰顺序：1—苯酚、2—2-氯酚、3—邻-甲酚、4/5—对/间-甲酚、6—2-硝基酚、7—2,4-二甲酚、8—2,4-二氯酚、9—2,6-二氯酚、10—4-氯-3-甲酚、11—2,4,6-三氯酚、12—2,4,5-三氯酚、13—2,4-二硝基酚、14—4-硝基酚、15—2,3,4,6-四氯酚、16/17—2,3,4,5-四氯酚/2,3,5,6-四氯酚、18—2-甲基-4,6-二硝基酚、19—五氯酚、20—2-(1-甲基-正丙基)-4,6-二硝基酚(地乐酚)、21—2-环己基-4,6-二硝基酚

图1 21种酚类化合物参考色谱图

#### 7.4 测定

将制备好的试样（6.2）按照气相色谱参考条件（7.1）进行测定。

#### 7.5 空白试验

固体废物浸出液空白：称取100.0 g石英砂（4.14），按照6.2.1步骤制备试样，按照气相色谱参考条件（7.1）进行测定。

固体废物空白：称取10.0 g石英砂（4.14），按照6.2.2步骤制备试样，按照气相色谱参考条件（7.1）进行测定。

### 8 结果计算及表示

#### 8.1 目标化合物定性

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。当样品分析时，目标化合物保留时间应在保留时间窗口内。目标化合物在分析色谱柱（非极性）上的保留时间见附录B。

## 8.2 结果计算

### 8.2.1 固体废物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。

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

式中： $\rho_i$ ——样品中目标化合物的质量浓度，mg/L；

$\rho_{il}$ ——由校准曲线计算所得目标化合物的质量浓度，mg/L；

$V_1$ ——试样定容体积，ml；

$V_2$ ——浸出液取样体积，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。

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

式中： $\omega_i$ ——样品中目标化合物的含量，mg/kg；

$\rho_i$ ——由校准曲线计算所得目标化合物的质量浓度，mg/L；

$V$ ——试样定容体积，ml；

$m$ ——固体废物试样质量 (湿重)，g。

## 8.3 结果表示

8.3.1 当固废浸出液结果大于等于 1.00 mg/L 时，结果保留三位有效数字；小于 1.00 mg/L 时，结果保留至小数点后两位。

8.3.2 当固体废物物质含量结果大于等于 1.00 mg/kg 时，结果保留三位有效数字；小于 1.00 mg/kg 时，结果保留至小数点后两位。

8.3.3 间-甲酚和对-甲酚，2,3,4,5-四氯酚和2,3,5,6-四氯酚为难分离物质对，测定结果为难分离物质对两者之和。

## 9 精密度和准确度

### 9.1 精密度

六家实验室对目标化合物浓度分别为 0.05 mg/kg 和 3.16 mg/kg~14.5 mg/kg 的统一固体

废物样品进行测定，实验室相对标准偏差范围：3.8%~40.7%和0.9%~20.2%，实验室间相对标准偏差为：8.9%~30.7%和6.2%~29.7%，重现性限范围为：0.01 mg/kg~0.05 mg/kg 和 1.33 mg/kg~3.34 mg/kg，再现性限范围为：0.02 mg/kg~0.08 mg/kg 和 2.84 mg/kg~28.5 mg/kg。

六家实验室对目标化合物浓度分别为0.005 mg/L、0.05 mg/L和0.20 mg/L的统一固体废物浸出液样品进行测定，实验室相对标准偏差为2.5%~43.3%、1.1%~25.6%和2.4%~18.6%；实验室间相对标准偏差为8.0%~38.3%、6.5%~44.2%和3.1%~47.5%。重现性限范围为：0.001 mg/L~0.011 mg/L、0.009 mg/L~0.024 mg/L和0.022 mg/L~0.064 mg/L；再现性限范围为：0.001 mg/L~0.021 mg/L、0.010 mg/L~0.106 mg/L和0.033 mg/L~0.293 mg/L。

## 9.2 准确度

六家实验室对固体废物进行基体加标，加标量为10.0mg/kg，目标化合物的加标回收率范围为62.3%~106%。

六家实验室对固体废物浸出液进行基体加标测定，加标量分别为0.05 mg/L和0.20 mg/L，目标化合物的加标回收率范围为63.1%~101%和72.0%~102%。

具体的方法精密度和准确度数据见附录C。

## 10 质量保证和质量控制

### 10.1 校准曲线

用线性拟合曲线进行校准，其相关系数应大于等于0.995，否则需重新绘制校准曲线。

### 10.2 校准核查

每次分析样品前应选择校准曲线中间浓度进行校准曲线核查，其测定结果相对偏差应≤30%，否则应重新绘制校准曲线。

### 10.3 空白

每批样品应同时进行一次空白试验。空白结果中目标化合物浓度应小于方法检出限。

### 10.4 平行样测定

每批样品（最多20个样品）应至少进行1次平行测定，平行双样测定结果相对偏差应在30%以内。

### 10.5 实际样品加标和加标平行

每一批样品（最多20个样品）应至少分析1个实际样品加标和1个加标平行。实际样

品加标回收率应在 50%~140%之间，加标平行样的测定结果相对偏差应在 30%以内。

若加标回收率达不到要求，而加标平行符合要求，则说明样品存在基体效应，在结果中注明。

## 11 注意事项

### 11.1 校准曲线范围

校准曲线浓度范围可根据实际样品浓度作适当调整。低浓度曲线可用标准使用液(4.13)配制。

### 11.2 实际样品

对于样品中超过校准曲线上限的目标化合物，可进行稀释或减少取样量重新分析。

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，直至空白试验结果满足质控要求后才能分析下一个样品。

必要时可用 30 m × 0.25 mm ×0.25 μm, 50%苯基 50%甲基聚硅氧烷（中等极性）毛细管柱做辅助定性确认，也可用质谱做进一步确认。辅助定性色谱柱的色谱参考条件见 7.1，色谱图见附录 D。

## 12 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  
(规范性附录)  
方法检出限和测定下限

附表 A 方法的检出限和测定下限

| 序号    | 组分名称                           | 固体废物浸出液       |                | 固体废物           |                 |
|-------|--------------------------------|---------------|----------------|----------------|-----------------|
|       |                                | 检出限<br>(mg/L) | 测定下限<br>(mg/L) | 检出限<br>(mg/kg) | 测定下限<br>(mg/kg) |
| 1     | 苯酚                             | 0.004         | 0.016          | 0.04           | 0.16            |
| 2     | 2-氯酚                           | 0.003         | 0.012          | 0.04           | 0.16            |
| 3     | 邻-甲酚                           | 0.003         | 0.012          | 0.04           | 0.16            |
| 4/5   | 对/间-甲酚                         | 0.002         | 0.008          | 0.03           | 0.12            |
| 6     | 2-硝基酚                          | 0.002         | 0.008          | 0.02           | 0.08            |
| 7     | 2,4-二甲酚                        | 0.002         | 0.008          | 0.03           | 0.12            |
| 8     | 2,4-二氯酚                        | 0.002         | 0.008          | 0.03           | 0.12            |
| 9     | 2,6-二氯酚                        | 0.003         | 0.012          | 0.03           | 0.12            |
| 10    | 4-氯-3-甲酚                       | 0.003         | 0.012          | 0.02           | 0.08            |
| 11    | 2,4,6-三氯酚                      | 0.003         | 0.012          | 0.03           | 0.12            |
| 12    | 2,4,5-三氯酚                      | 0.002         | 0.008          | 0.03           | 0.12            |
| 13    | 2,4-二硝基酚                       | 0.006         | 0.024          | 0.08           | 0.32            |
| 14    | 4-硝基酚                          | 0.004         | 0.016          | 0.33           | 1.32            |
| 15    | 2,3,4,6-四氯酚                    | 0.002         | 0.008          | 0.03           | 0.12            |
| 16/17 | 2,3,4,5-四氯酚/2,3,5,6-四氯酚        | 0.005         | 0.020          | 0.05           | 0.20            |
| 18    | 2-甲基-4,6-二硝基酚                  | 0.003         | 0.012          | 0.12           | 0.48            |
| 19    | 五氯酚                            | 0.005         | 0.020          | 0.07           | 0.28            |
| 20    | 2-(1-甲基-正丙基)-4,6-二硝基酚<br>(地乐酚) | 0.003         | 0.012          | 0.03           | 0.12            |
| 21    | 2-环己基-4,6-二硝基酚                 | 0.004         | 0.016          | 0.05           | 0.20            |

附录 B  
(资料性附录)  
目标化合物及保留时间

附表 B 酚类化合物在非极性色谱柱上的参考保留时间

| 序号    | 组分名称                            | 英文名称  | 保留时间 (min) |
|-------|---------------------------------|---|------------|
| 1     | 苯酚                              | Phenol  | 4.76       |
| 2     | 2-氯酚                            | 2-Chlorophenol  | 5.05       |
| 3     | 邻-甲酚                            | 2-Methylphenol  | 5.7        |
| 4/5   | 对-甲酚/间-甲酚                       | 4-Methylphenol/3-Methylphenol                           | 6.05       |
| 6     | 2-硝基酚                           | 2-Nitrophenol   | 6.8        |
| 7     | 2,4-二甲酚                         | 2,4-Dimethylphenol                                      | 6.99       |
| 8     | 2,4-二氯酚                         | 2,4-Dichlorophenol                                      | 7.38       |
| 9     | 2,6-二氯酚                         | 2,6-Dichlorophenol                                      | 7.82       |
| 10    | 4-氯-3-甲酚                        | 4-Chloro-3-methylphenol                                 | 8.89       |
| 11    | 2,4,6-三氯酚                       | 2,4,6-Trichlorophenol                                   | 9.89       |
| 12    | 2,4,5-三氯酚                       | 2,4,5-Trichlorophenol                                   | 9.98       |
| 13    | 2,4-二硝基酚                        | 2,4-Dinitrophenol                                       | 11.43      |
| 14    | 4-硝基酚                           | 4-Nitrophenol   | 11.82      |
| 15    | 2,3,4,6-四氯酚                     | 2,3,4,6-Tetrachlorophenol                               | 12.05      |
| 16/17 | 2,3,4,5-四氯酚/<br>2,3,5,6-四氯酚     | 2,3,4,5-Tetrachlorophenol/<br>2,3,5,6-Tetrachlorophenol | 12.52      |
| 18    | 2-甲基-4,6-二硝基酚                   | 2-Methyl-4,6-dinitrophenol                              | 13.03      |
| 19    | 五氯酚                             | Pentachlorophenol                                       | 14.95      |
| 20    | 2-(1-甲基-正丙基)-4,6-二硝基<br>酚 (地乐酚) | 2-sec-butyl-4,6-dinitrophenol<br>(Dinoseb)              | 15.49      |
| 21    | 2-环己基-4,6-二硝基酚                  | 2-Cyclohexyl-4,6-dinitrophenol                          | 19.18      |

附录 C  
(资料性附录)

方法精密度和准确度

附表 C. 1 固体废物浸出液的方法精密度和准确度

| 序号  | 名称       | 加标浓度<br>(mg/L) | 实验室内相对<br>标准偏差 (%) | 实验室间相对<br>标准偏差 (%) | 重复性限r<br>(mg/L) | 再现性限R<br>(mg/L) | 浸出液加标回收率<br>$P \pm 2S_p$<br>(%) |
|-----|----------|----------------|--------------------|--------------------|-----------------|-----------------|---------------------------------|
| 1   | 苯酚       | 0.05           | 1.6~13.2           | 12.4               | 0.01            | 0.02            | 72.7±16.2                       |
|     |          | 0.20           | 2.3~15.2           | 10.9               | 0.04            | 0.06            | 81.2±17.9                       |
| 2   | 2-氯酚     | 0.05           | 2.3~12.4           | 8.4                | 0.01            | 0.01            | 85.2±14.4                       |
|     |          | 0.20           | 3.8~16.6           | 7.2                | 0.04            | 0.06            | 94.6±13.9                       |
| 3   | 邻-甲酚     | 0.05           | 1.2~15.7           | 15.9               | 0.01            | 0.02            | 76.8±24.5                       |
|     |          | 0.20           | 2.7~9.1            | 17.2               | 0.03            | 0.09            | 86.0±29.5                       |
| 4/5 | 对/间-甲酚   | 0.10           | 6.4~12.4           | 29.3               | 0.03            | 0.11            | 82.6±32.9                       |
|     |          | 0.40           | 2.8~8.4            | 26.7               | 0.06            | 0.28            | 86.4±32.1                       |
| 6   | 2-硝基酚    | 0.05           | 1.5~16.9           | 44.2               | 0.02            | 0.06            | 83.3±25.6                       |
|     |          | 0.20           | 3.3~9.8            | 47.4               | 0.05            | 0.29            | 91.7±38.4                       |
| 7   | 2,4-二甲酚  | 0.05           | 3.8~15.3           | 7.1                | 0.01            | 0.01            | 63.1±8.7                        |
|     |          | 0.20           | 2.4~6.4            | 15.3               | 0.02            | 0.06            | 72.0±22.1                       |
| 8   | 2,4-二氯酚  | 0.05           | 1.1~16.9           | 10.3               | 0.01            | 0.02            | 85.4±17.6                       |
|     |          | 0.20           | 2.9~10.9           | 9.5                | 0.04            | 0.06            | 94.3±17.9                       |
| 9   | 2,6-二氯酚  | 0.05           | 1.3~16.2           | 11.0               | 0.01            | 0.02            | 85.9±19.0                       |
|     |          | 0.20           | 2.7~18.6           | 12.8               | 0.04            | 0.08            | 93.9±24.2                       |
| 10  | 4-氯-3-甲酚 | 0.05           | 1.8~17.2           | 13.2               | 0.01            | 0.02            | 80.5±21.5                       |
|     |          | 0.20           | 3.1~12.5           | 11.5               | 0.04            | 0.07            | 90.9±21.0                       |

| 序号    | 名称                      | 加标浓度<br>(mg/L) | 实验室相对<br>标准偏差 (%) | 实验室间相对<br>标准偏差 (%) | 重复性限r<br>(mg/L) | 再现性限R<br>(mg/L) | 浸出液加标回收率<br>$P \pm 2S_p$<br>(%) |
|-------|-------------------------|----------------|-------------------|--------------------|-----------------|-----------------|---------------------------------|
| 11    | 2,4,6-三氯酚               | 0.05           | 3.5~11.2          | 9.9                | 0.02            | 0.03            | 88.4±23.7                       |
|       |                         | 0.20           | 2.7~12.3          | 7.3                | 0.04            | 0.06            | 97.7±12.1                       |
| 12    | 2,4,5-三氯酚               | 0.05           | 2.6~13.2          | 11.3               | 0.01            | 0.02            | 85.5±17.4                       |
|       |                         | 0.20           | 3.2~13.5          | 4.5                | 0.04            | 0.04            | 94.8±7.6                        |
| 13    | 2,4-二硝基酚                | 0.05           | 13.1~25.6         | 27.2               | 0.02            | 0.04            | 92.5±39.3                       |
|       |                         | 0.20           | 3.7~13.7          | 7.8                | 0.04            | 0.06            | 90.5±14.6                       |
| 14    | 4-硝基酚                   | 0.05           | 6.6~13.6          | 33.6               | 0.02            | 0.05            | 84.6±31.1                       |
|       |                         | 0.20           | 3.1~16.0          | 11.4               | 0.04            | 0.07            | 88.7±16.6                       |
| 15    | 2,3,4,6-四氯酚             | 0.05           | 1.6~15.5          | 8.2                | 0.01            | 0.02            | 84.3±16.6                       |
|       |                         | 0.20           | 3.0~7.9           | 3.1                | 0.03            | 0.03            | 92.3±9.9                        |
| 16/17 | 2,3,4,5-四氯酚/2,3,5,6-四氯酚 | 0.10           | 2.9~15.7          | 24.2               | 0.02            | 0.06            | 88.7±11.7                       |
|       |                         | 0.40           | 3.6~6.9           | 23.0               | 0.05            | 0.23            | 93.9±14.3                       |
| 18    | 2-甲基-4,6-二硝基酚           | 0.05           | 7.9~18.7          | 6.9                | 0.02            | 0.02            | 88.3±10.0                       |
|       |                         | 0.20           | 2.5~12.3          | 4.8                | 0.03            | 0.04            | 93.7±10.3                       |
| 19    | 五氯酚                     | 0.05           | 2.3~14.0          | 11.4               | 0.02            | 0.03            | 101.1±17.8                      |
|       |                         | 0.20           | 4.8~17.3          | 6.6                | 0.05            | 0.06            | 92.4±10.9                       |
| 20    | 地乐酚                     | 0.05           | 5.9~16.8          | 6.5                | 0.01            | 0.02            | 86.2±11.4                       |
|       |                         | 0.20           | 2.8~18.8          | 7.0                | 0.04            | 0.05            | 93.0±13.2                       |
| 21    | 2-环己基-4,6-二硝基酚          | 0.05           | 7.1~21.4          | 16.8               | 0.02            | 0.03            | 96.6±32.8                       |
|       |                         | 0.20           | 3.9~9.2           | 9.4                | 0.04            | 0.06            | 101.8±18.9                      |

附表 C. 2 固体废物的方法精密度和准确度

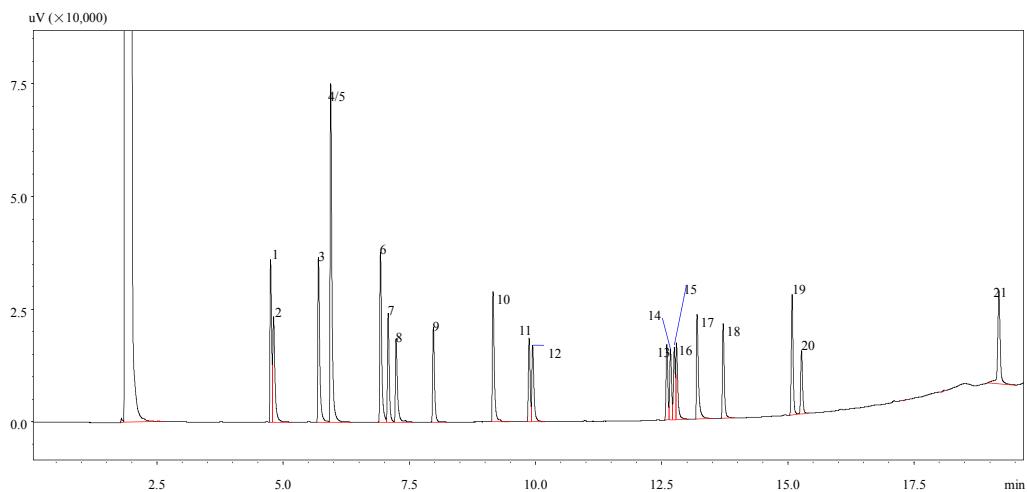
| 名称                          | 加标浓度<br>(mg/kg) | 实验室内相对<br>标准偏差 (%) | 实验室间相对<br>标准偏差 (%) | 重复性限r<br>(mg/kg) | 再现性限R<br>(mg/kg) | 固体废物加标回收<br>率<br>$P \pm 2S_p$<br>(%) |
|-----------------------------|-----------------|--------------------|--------------------|------------------|------------------|--------------------------------------|
| 苯酚                          | 10.0            | 1.1~15.4           | 13.0               | 1.84             | 7.09             | 95.9±42.2                            |
| 2-氯酚                        | 10.0            | 0.9~15.0           | 9.7                | 1.33             | 4.98             | 96.3±35.9                            |
| 邻-甲酚                        | 10.0            | 1.4~12.9           | 11.5               | 1.43             | 6.19             | 97.7±39.1                            |
| 对/间-甲酚                      | 20.0            | 1.1~8.7            | 29.7               | 3.17             | 28.5             | 105.9±59.2                           |
| 2-硝基酚                       | 10.0            | 1.0~16.3           | 9.9                | 1.70             | 5.51             | 97.4±39.2                            |
| 2,4-二甲酚                     | 10.0            | 1.1~20.2           | 9.3                | 2.00             | 5.19             | 92.4±39.0                            |
| 2,4-二氯酚                     | 10.0            | 1.4~9.0            | 9.6                | 1.37             | 3.22             | 92.7±32.0                            |
| 2,6-二氯酚                     | 10.0            | 1.2~15.6           | 8.8                | 1.91             | 2.84             | 87.5±16.1                            |
| 4-氯-3-甲酚                    | 10.0            | 1.2~13.8           | 9.6                | 1.48             | 5.80             | 92.6±37.8                            |
| 2,4,6-三氯酚                   | 10.0            | 1.2~14.2           | 9.1                | 1.67             | 3.87             | 90.7±25.3                            |
| 2,4,5-三氯酚                   | 10.0            | 1.9~12.7           | 8.7                | 1.73             | 3.41             | 84.3±23.7                            |
| 2,4-二硝基酚                    | 10.0            | 2.2~18.2           | 6.3                | 1.98             | 8.03             | 62.9±56.1                            |
| 4-硝基酚                       | 10.0            | 2.7~15.6           | 6.2                | 1.26             | 3.04             | 62.3±20.0                            |
| 2,3,4,6-四氯酚                 | 10.0            | 1.8~15.8           | 8.0                | 2.18             | 4.78             | 76.3±24.5                            |
| 2,3,4,5-四氯酚/2,3,5,6-四<br>氯酚 | 20.0            | 3.9~15.8           | 16.5               | 3.34             | 11.2             | 82.6±18.2                            |
| 2-甲基-4,6-二硝基酚               | 10.0            | 1.5~16.5           | 6.9                | 1.72             | 5.14             | 69.4±34.8                            |
| 五氯酚                         | 10.0            | 2.2~16.5           | 9.2                | 2.12             | 4.50             | 91.6±29.1                            |
| 地乐酚                         | 10.0            | 2.7~15.1           | 8.7                | 1.78             | 3.11             | 85.4±22.2                            |
| 2-环己基-4,6-二硝基酚              | 10.0            | 1.2~14.4           | 7.0                | 1.71             | 2.96             | 70.1±17.9                            |

## 附录 D

### (资料性附录)

### 辅助定性参考色谱图

按照气相色谱参考条件(7.1), 使用50%苯基50%甲基聚硅氧烷(中等极性)毛细管柱分离21种酚类化合物的参考色谱图如下图。



出峰顺序及保留时间: 1—苯酚 (4.75min)、 2—2-氯酚 (4.81min); 3—邻-甲酚 (5.7min)、 4/5—对/间-甲酚 (5.94min)、 6—2,4-二甲酚 (7.08min)、 7—2-硝基酚 (6.93min)、 8—2,4-二氯酚 (7.24min)、 9—2,6-二氯酚 (7.98min)、 10—4-氯-3-甲酚 (9.16min)、 11—2,4,6-三氯酚 (9.88min)、 12—2,4,5-三氯酚 (9.95min)、 13—2,3,4,6-四氯酚 (12.8min)、 14—2,3,4,5-四氯酚 (13.2min)、 15—2,3,5,6-四氯酚 (12.60min)、 16—2,4-二硝基酚 (12.68min)、 17—4-硝基酚 (12.75min)、 18—2-甲基-4,6-二硝基酚 (13.72min)、 19—2-(1-甲基-正丙基)-4,6-二硝基酚(地乐酚) (15.27min)、 20—五氯酚 (15.08min)、 21—2-环己基-4,6-二硝基酚 (19.26min)

图 D. 1 21 种酚类化合物参考色谱图 (辅助定性)