



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 1079-2019

代替 HJ/T 39-1999, HJ/T 66-2001

固定污染源废气

氯苯类化合物的测定 气相色谱法

Stationary source emission—Determination of chlorobenzenes

—Gas chromatography

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版集团出版的正式标准文本为准。

2019-12-31 发布

2020-06-30 实施

生态环境部 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.....	5
8 结果计算与表示.....	6
9 精密度和准确度.....	7
10 质量保证和质量控制.....	7
11 废物处理.....	8
附录 A（规范性附录） 方法的检出限和测定下限.....	9
附录 B（资料性附录） 方法的精密度和准确度.....	10
附录 C（资料性附录） 色谱分析柱的选择.....	12

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国大气污染防治法》，保护生态环境，保障人体健康，规范固定污染源废气和无组织排放监控点空气中氯苯类化合物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固定污染源废气和无组织排放监控点空气中氯苯、2-氯甲苯、3-氯甲苯、4-氯甲苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2-二氯苯、1,3,5-三氯苯、1,2,4-三氯苯、1,2,3-三氯苯等 10 种氯苯类化合物的气相色谱方法。

本标准是对《固定污染源排气中氯苯类的测定 气相色谱法》(HJ/T 39-1999)和《大气固定污染源 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》(HJ/T 66-2001)的修订。

《固定污染源排气中氯苯类的测定 气相色谱法》(HJ/T 39-1999)发布于 1999 年，原标准起草单位为中国科学院上海有机化学研究所；《大气固定污染源 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》(HJ/T 66-2001)发布于 2001 年，原标准起草单位为沈阳市环境监测中心站。

本标准是对上述两个标准的第一次修订，修订的主要内容如下：

- 标准名称修改为《固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》；
- 增加了目标化合物，氯苯类化合物由 3 种增加至 10 种；
- 修订了方法的检出限；
- 增加了活性炭吸附采样方法；
- 增加了固定污染源废气采样系统装置图；
- 增加了质量保证和质量控制要求。

自本标准实施之日起，《固定污染源排气中氯苯类的测定 气相色谱法》(HJ/T 39-1999)和《大气固定污染源 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》(HJ/T 66-2001)同时废止。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织修订。

本标准起草单位：浙江省环境监测中心。

本标准验证单位：杭州市环境监测中心站、宁波市环境监测中心、绍兴市环境监测中心站、湖州市环境保护监测中心站、嘉兴市环境保护监测站和杭州市萧山区环境监测站。

本标准生态环境部 2019 年 12 月 31 日批准。

本标准自 2020 年 6 月 30 日起实施。

本标准由生态环境部解释。

固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法

警告：实验中所使用的氯苯类化合物、二硫化碳等均具有一定的毒性。样品前处理和溶液配制应在通风柜中进行，操作时应按要求佩戴防护器具，避免直接接触皮肤和衣物。气相色谱氢火焰离子化检测器燃烧产生的废气应通过排风罩排至室外。

1 适用范围

本标准规定了测定固定污染源废气和无组织排放监控点空气中氯苯类化合物的气相色谱法。

本标准适用于固定污染源废气和无组织排放监控点空气中氯苯、2-氯甲苯、3-氯甲苯、4-氯甲苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2-二氯苯、1,3,5-三氯苯、1,2,4-三氯苯、1,2,3-三氯苯等 10 种氯苯类化合物的测定。

当固定污染源废气采样体积为 10 L（标准状态）、解吸液体积 2.00 ml 时，方法检出限为 0.02 mg/m³~0.04 mg/m³，测定下限为 0.08 mg/m³~0.16 mg/m³；当无组织排放监控点空气采样体积为 30 L（标准状态）、解吸液体积 1.00 ml 时，方法检出限为 0.007 mg/m³~0.01 mg/m³，测定下限为 0.028 mg/m³~0.04 mg/m³；详见附录 A。

2 规范性引用文件

本标准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。

GB/T 16157 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法

HJ/T 47 烟气采样器技术条件

HJ/T 55 大气污染物无组织排放监测技术导则

HJ/T 373 固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范（试行）

HJ/T 375 环境空气采样器技术要求及检测方法

HJ/T 397 固定源废气监测技术规范

3 方法原理

固定污染源废气和无组织排放监控点空气中氯苯类化合物经 GDX-103 吸附剂（苯乙烯-二乙烯基苯聚合物）或活性炭吸附剂富集后，用二硫化碳解吸，解吸液经毛细管气相色谱分离，以氢火焰离子化检测器检测，根据保留时间定性，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试剂，实验用水为新制备不含目标化合物的纯水。

- 4.1 二硫化碳 (CS₂)：色谱纯，在气相色谱参考分析条件 (7.1) 下检验无干扰峰，或其中目标化合物浓度低于方法检出限。
- 4.2 二氯甲烷 (CH₂Cl₂)：色谱纯。
- 4.3 丙酮 (C₃H₆O)：色谱纯。
- 4.4 丙酮-二氯甲烷混合溶液：1+9，临用现配。
- 4.5 标准贮备溶液： $\rho=1000 \mu\text{g/ml}$ 。

直接购买市售有证氯苯类化合物标准溶液 (二硫化碳介质)，按照标准溶液证书要求保存，也可使用氯苯类化合物标准品自行配制。标准贮备溶液开启后，于具聚四氟乙烯衬垫螺旋盖的棕色密实瓶 (5.5) 内低温冷冻保存，保存期为 3 个月。

- 4.6 标准使用溶液： $\rho=100 \mu\text{g/ml}$ 。

移取氯苯类化合物标准贮备溶液 (4.5)，用二硫化碳 (4.1) 稀释、混匀定容。标准使用溶液于具聚四氟乙烯衬垫螺旋盖的棕色密实瓶 (5.5) 内低温冷冻保存，保存期为 1 个月。

- 4.7 吸附采样管。

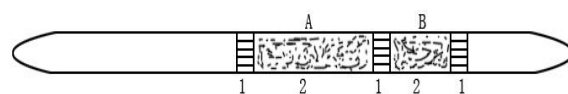
- 4.7.1 GDX-103 吸附采样管。

采样管为玻璃材质，规格 $\Phi 6 \times (80 \sim 120) \text{ mm}$ ，内装两段粒径 $250 \mu\text{m} \sim 380 \mu\text{m}$ (60 目 \sim 40 目) GDX-103 吸附剂 (苯乙烯-二乙烯基苯聚合物)，其中 A 段 (采样段) 100 mg，B 段 (指示段) 50 mg，详见图 1。可购买市售商品化采样管。

GDX-103 吸附剂使用前用二氯甲烷 (4.2) 回流提取 16 h，再用丙酮-二氯甲烷混合溶液 (4.4) 继续回流提取 16 h，然后放置在通风柜中将溶剂挥发干 (或采用 50°C 真空干燥 8 h)，于广口玻璃瓶中密封保存。

- 4.7.2 活性炭吸附采样管。

采样管为玻璃材质，规格 $\Phi 6 \times (80 \sim 120) \text{ mm}$ ，内装两段粒径 $380 \mu\text{m} \sim 830 \mu\text{m}$ (40 目 \sim 20 目) 椰壳活性炭，其中 A 段 (采样段) 100 mg，B 段 (指示段) 50 mg，详见图 1。可购买市售商品化采样管。



1—玻璃棉；2—GDX-103 或活性炭；

A—100 mg GDX-103 或活性炭；B—50 mg GDX-103 或活性炭。

图1 GDX-103或活性炭吸附采样管

- 4.8 高纯氮气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。
- 4.9 氢气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5 仪器和设备

- 5.1 空气采样器：采样流量范围 $0.1 \text{ L/min} \sim 1.0 \text{ L/min}$ ，精度 $\pm 5\%$ ，其他性能和技术指标应符合 HJ/T 375 的要求。

5.2 固定污染源废气采样系统：包括采样枪、制冷除湿装置、吸附（吸收）采样管、流量控制器和抽气泵等。采样流量范围 0.1 L/min~1.0 L/min，精度±5%，采样枪应具备加热和保温功能，加热温度不低于 120℃；其他性能和技术指标应符合 GB/T 16157、HJ/T 47、HJ/T 397 的有关要求。

5.3 气相色谱仪：具有分流/不分流进样口、程序升温功能和氢火焰离子化检测器。

5.4 色谱柱：石英毛细管色谱柱，固定相为 14%氰丙基苯基-86%二甲基聚硅氧烷，30 m×0.25 mm×0.25 μm；或其他等效色谱柱。

5.5 棕色密实瓶：2 ml、4 ml，具聚四氟乙烯衬垫和实芯螺旋盖。

5.6 超声清洗仪：功率 200W。

5.7 一般实验室常用仪器和设备。

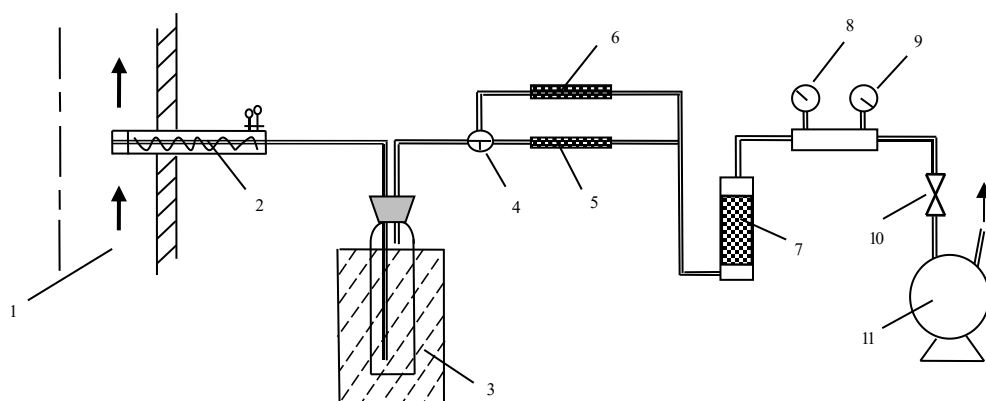
6 样品

6.1 样品采集

6.1.1 固定污染源废气采样

固定污染源废气采样位置与采样点、采样频次和采样时间的确定，排气参数的测定和采样操作执行 GB/T 16157、HJ/T 373 和 HJ/T 397 的相关规定。

固定污染源废气采样系统如图 2 所示。



1—排气管道；2—采样枪；3—制冷除湿装置；4—三通阀；5—吸附采样管；6—旁路吸附管；
7—干燥器；8—温度计；9—压力表；10—流量控制器；11—抽气泵。

图2 固定污染源废气采样系统示意图

在采样现场，除去吸附采样管两端封口，按照图 2 所示与固定污染源废气采样系统(5.2)相连，检查采样系统的气密性，调节采样装置流量，此采样管仅作为调节流量用。

采样时，除去 GDX-103 吸附采样管 (4.7.1) 或活性炭吸附采样管 (4.7.2) 两端封口，用硅橡胶管将吸附采样管 B 端与干燥器相连接，吸附采样管 A 端与制冷除湿装置连接，待采样枪加热到 120℃后插入污染源排气管道中心附近位置，将采样枪温度保持在 120℃ (有

防爆安全要求的除外），以 0.5 L/min 流量至少采集废气样品 10 min（可根据废气浓度适当调整采样时间），同时记录采样流量、采样时间、采样系统内气体的温度和气压，以及生产工况等信息。采样结束后立即用胶帽密封吸附采样管两端，避光保存。

6.1.2 无组织排放监控点空气采样

无组织排放监控点位布设、监控点数目、采样频次、采样时间，以及采样操作执行 HJ/T 55 的相关规定。

采样时，除去 GDX-103 吸附采样管（4.7.1）或活性炭吸附采样管（4.7.2）两端封口，用硅橡胶管将吸附采样管 B 端与空气采样器（5.1）连接，吸附采样管垂直放置并固定在采样位置，以 0.5 L/min~1.0 L/min 流量采集空气样品，同时记录采样流量、采样时间及采样点的环境温度和大气压。采样结束后立即用胶帽密封吸附采样管两端，避光保存。

6.1.3 全程序空白样品

每次采样时应至少带 1 支同一批次的 GDX-103 吸附采样管（4.7.1）或活性炭吸附采样管（4.7.2）作为全程序空白样品，在采样现场除去吸附采样管两端封口后，与采样器连接但不启动采样器，采样结束后取下吸附采样管，立即用胶帽密封，避光保存。与样品一起送回实验室。

6.2 样品的保存

样品应避光保存，4℃下冷藏可保存 7 d。冷藏保存的样品在预处理前应恢复至室温。

6.3 试样的制备

6.3.1 固定污染源废气样品

将采集固定污染源废气样品的 GDX-103 吸附采样管或活性炭吸附采样管，去掉两端密封胶帽，A 段、B 段吸附剂分别转移至 5 ml 具塞玻璃试管中，在每个试管中各加入 2.00 ml 二硫化碳（4.1），密封，于超声清洗仪（5.6）中超声解吸 1 min，静置约 30 min，待测。

6.3.2 无组织排放监控点空气样品

将采集无组织排放监控点空气样品的 GDX-103 吸附采样管或活性炭吸附采样管，去掉两端密封胶帽，A 段、B 段吸附剂分别转移至 5 ml 具塞玻璃试管中，在每个试管中各加入 1.00 ml 二硫化碳（4.1），密封，于超声清洗仪（5.6）中超声解吸 1 min，静置约 30 min，待测。

6.3.3 全程序空白样品

将全程序空白样品（6.1.3）按照与试样制备（6.3.1）或（6.3.2）相同的步骤制备全程序空白试样。

6.4 空白试样的制备

取同批次的 GDX-103 吸附采样管（4.7.1）或活性炭吸附采样管（4.7.2），按照与试样制

备（6.3.1）或（6.3.2）相同的步骤制备空白试样。

7 分析步骤

7.1 气相色谱参考分析条件

进样口：260℃；不分流进样，0.75 min 开启分流，流量 45 ml/min；进样量 1.0 μ l。

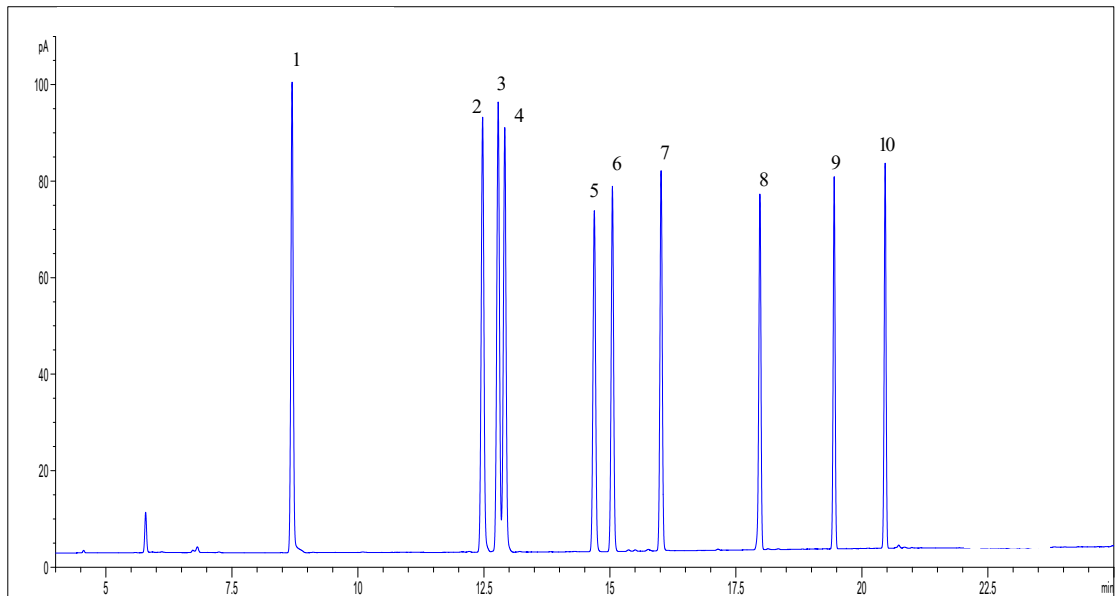
柱温：40℃保持 4 min，以 4℃/min 升至 80℃，再以 8℃/min 升至 240℃保持 1 min；载气：高纯氮气（4.8），柱流量 1.8 ml/min。

检测器：氢火焰离子化检测器（FID），300℃；燃烧气：氢气（4.9），流量 40 ml/min；助燃气：空气，流量 350 ml/min；尾吹气：高纯氮气（4.8），流量 25 ml/min。

7.2 标准曲线的建立

移取氯苯类化合物标准使用溶液（4.6），用二硫化碳（4.1）配制成质量浓度分别为 1.00 μ g/ml、2.00 μ g/ml、5.00 μ g/ml、10.0 μ g/ml、20.0 μ g/ml 的标准系列溶液（此为参考浓度）。按照气相色谱参考分析条件（7.1），从低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进样测定，以目标化合物的质量浓度为横坐标，与其对应的峰面积（或峰高）为纵坐标，建立氯苯类化合物的标准曲线。

在本标准推荐的气相色谱参考分析条件（7.1）下，10 种氯苯类化合物气相色谱图如图 3 所示。



1—氯苯；2—2-氯甲苯；3—3-氯甲苯；4—4-氯甲苯；5—1,3-二氯苯；
6—1,4-二氯苯；7—1,2-二氯苯；8—1,3,5-三氯苯；9—1,2,4-三氯苯；10—1,2,3-三氯苯。

图3 氯苯类化合物标准色谱图 ($\rho=10.0 \mu\text{g/ml}$)

7.3 试样的测定

按照与标准曲线建立（7.2）相同的条件，对固定污染源废气试样（6.3.1）、无组织排放

监控点空气试样（6.3.2）、全程序空白试样（6.3.3）进行测定。当试样中氯苯类化合物的浓度超出标准曲线上限时，应对试样进行稀释后再测定。

7.4 空白试验

按照与试样的测定（7.3）相同的分析条件，进行空白试样（6.4）的测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

根据目标化合物的保留时间定性。必要时，可采用附录 C 中另一根不同极性的毛细管色谱柱进行辅助定性或使用气相色谱/质谱法进行确认。

8.2 结果计算

8.2.1 固定污染源废气

固定污染源废气样品中氯苯类目标化合物的质量浓度（ ρ_i ）按公式（1）计算：

$$\rho_i = \frac{(\rho_A + \rho_B) \times V}{V_{nd}} \quad (1)$$

式中： ρ_i ——固定污染源废气样品中目标化合物的质量浓度， mg/m^3 ；

ρ_A 、 ρ_B ——由标准曲线所得采样管 A、B 段试样中目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

V ——解吸溶剂体积， ml ；

V_{nd} ——固定污染源废气标准状态下（273.15 K，1013.25 hPa）干气采样体积，L。

8.2.2 无组织排放监控点空气

无组织排放监控点空气样品中氯苯类目标化合物的质量浓度（ ρ_j ）按公式（2）计算：

$$\rho_j = \frac{(\rho_A + \rho_B) \times V}{V_r} \quad (2)$$

式中： ρ_j ——无组织排放监控点空气样品中目标化合物的质量浓度， mg/m^3 ；

ρ_A 、 ρ_B ——由标准曲线所得采样管 A、B 段试样中目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

V ——解吸溶剂体积， ml ；

V_r ——无组织排放监控点空气标准状态下（273.15 K，1013.25 hPa）采样体积，L。

8.3 结果表示

测定结果的小数点后位数与方法检出限一致，最多保留三位有效数字。如需计算氯苯类化合物总量，应按照国家环境标准《环境空气质量标准》和《大气污染物排放（控制）标准》规定的组分进行加和，未检出组分不计入总量。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

六家实验室分别对氯苯类化合物加标浓度为 0.100 mg/m³、2.50 mg/m³ 的 6 组 GDX-103 吸附采样管, 模拟无组织排放监控点空气采样后测定, 实验室内相对标准偏差分别为 0.5%~7.4%、1.3%~5.9%, 实验室间相对标准偏差分别为 2.0%~12%、2.5%~4.8%, 重复性限分别为 0.01 mg/m³、0.26 mg/m³~0.31 mg/m³, 再现性限分别为 0.01 mg/m³~0.04 mg/m³、0.31 mg/m³~0.41 mg/m³。详见附表 B.1。

六家实验室分别对氯苯类化合物加标浓度为 0.100 mg/m³、5.00 mg/m³ 的 6 组活性炭吸附采样管, 模拟无组织排放监控点空气采样后测定, 实验室内相对标准偏差分别为 2.0%~8.7%、0.42%~4.7%, 实验室间相对标准偏差分别为 4.9%~10%、1.6%~9.7%, 重复性限分别为 0.01 mg/m³~0.02 mg/m³、0.21 mg/m³~0.31 mg/m³, 再现性限分别为 0.02 mg/m³~0.03 mg/m³、0.35 mg/m³~1.3 mg/m³。详见附表 B.2。

9.2 准确度

六家实验室分别对氯苯类化合物加标浓度为 0.100 mg/m³、2.50 mg/m³ 的 6 组 GDX-103 吸附采样管, 模拟无组织排放监控点空气采样后测定, 各组分的平均加标回收率分别为 97.8%~107%、95.3%~98.3%, 详见附表 B.1。

六家实验室分别对氯苯类化合物加标浓度为 0.100 mg/m³、5.00 mg/m³ 的 6 组活性炭吸附采样管, 模拟无组织排放监控点空气采样后测定, 各组分的平均加标回收率分别为 89.0%~106%、82.0%~99.4%, 详见附表 B.2。

10 质量保证和质量控制

10.1 采样仪器校正

大气采样器等仪器应按照 GB/T 16157 进行流量校准, 采样前应按 HJ/T 375 和 HJ/T 47 的要求检查采样系统的气密性。

10.2 空白

每测定 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批) 应测定 1 个全程序空白和 1 个实验室空白样品, 空白样品中目标化合物浓度应低于方法检出限。

10.3 校准

每批样品应建立标准曲线, 标准曲线的线性相关系数应 ≥ 0.995 。

每测定 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批) 应分析 1 次标准曲线的中间浓度点标准溶液, 其测定结果与标准值间的相对误差应在 $\pm 10\%$ 以内, 否则, 应重新建立标准曲线。

10.4 空白加标试验

每批样品至少进行 1 个空白加标回收试验，各组分的加标回收率应在 70%~120%之间。

10.5 穿透试验

如果 GDX-103 吸附采样管或活性炭吸附采样管中 B 段待测物的量大于等于 A 段待测物量的 25%，表明吸附剂穿透，应适当减少采样体积重新采样测定。

11 废物处理

实验过程中产生的废液及分析后的样品应分类收集，按要求安全处理或委托有资质的单位处置。

附录 A
(规范性附录)
方法的检出限和测定下限

当固定污染源废气采样体积为 10 L (标准状态干气体)、解吸液体积 2.00 ml, 无组织排放监控点空气采样体积为 30 L (标准状态)、解吸液体积 1.00 ml 时, 本方法 10 种目标化合物的方法检出限和测定下限见表 A.1。

表 A.1 氯苯类化合物的检出限和测定下限

化合物	CAS 号	方法检出限 (mg/m ³)		测定下限 (mg/m ³)	
		污染源废气	无组织 监控点空气	污染源废气	无组织 监控点空气
氯苯	108-90-7	0.03	0.008	0.12	0.032
2-氯甲苯	95-49-8	0.03	0.009	0.12	0.036
3-氯甲苯	108-41-8	0.03	0.008	0.12	0.032
4-氯甲苯	106-43-4	0.03	0.008	0.12	0.032
1,3-二氯苯	95-50-1	0.03	0.008	0.12	0.032
1,4-二氯苯	541-73-1	0.03	0.008	0.12	0.032
1,2-二氯苯	106-46-7	0.04	0.01	0.16	0.04
1,3,5-三氯苯	120-82-1	0.03	0.008	0.12	0.032
1,2,4-三氯苯	108-70-3	0.02	0.007	0.08	0.028
1,2,3-三氯苯	87-61-6	0.03	0.008	0.12	0.032

附录 B
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

在 GDX-103 吸附采样管或活性炭吸附采样管中定量加入不同浓度的氯苯类化合物标准溶液，模拟无组织排放监控点空气采样后测定，方法的重复性、再现性和加标回收率等精密度和准确度数据见表 B.1~B.2。

表 B.1 方法精密度和准确度 (GDX-103 吸附采样管)

序号	化合物	加标浓度 (mg/m ³)	测定均值 (mg/m ³)	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/m ³)	再现性限 R (mg/m ³)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
1	氯苯	0.100	0.097	0.7~5.2	2.0	0.01	0.01	97.8±7.2
		2.50	2.38	2.9~5.5	3.4	0.29	0.35	95.3±6.6
2	2-氯甲 苯	0.100	0.098	1.2~5.8	2.8	0.01	0.01	100±11
		2.50	2.46	2.6~4.3	3.2	0.26	0.32	98.3±6.4
3	3-氯甲 苯	0.100	0.104	1.4~6.2	2.5	0.01	0.01	106±6.8
		2.50	2.46	2.6~5.6	3.8	0.28	0.36	98.3±7.4
4	4-氯甲 苯	0.100	0.100	1.7~5.1	3.4	0.01	0.01	102±9.8
		2.50	2.46	2.1~5.0	2.5	0.28	0.31	98.3±5.0
5	1,3-二 氯苯	0.100	0.103	0.9~5.9	4.2	0.01	0.02	99.4±13
		2.50	2.42	1.9~5.0	4.8	0.29	0.42	97.1±9.6
6	1,4-二 氯苯	0.100	0.107	1.0~5.5	4.5	0.01	0.02	107±9.2
		2.50	2.44	1.9~5.0	4.0	0.28	0.38	97.6±7.6
7	1,2-二 氯苯	0.100	0.102	1.7~6.5	12	0.01	0.04	98.6±10
		2.50	2.45	2.2~5.9	3.2	0.29	0.34	97.8±6.0
8	1,3,5-三 氯苯	0.100	0.098	1.2~5.9	4.2	0.01	0.02	98.4±8.2
		2.50	2.40	1.4~5.8	3.7	0.29	0.36	95.9±7.0
9	1,2,4-三 氯苯	0.100	0.104	1.0~5.3	5.0	0.01	0.02	103±14
		2.50	2.44	1.3~5.7	4.2	0.30	0.40	97.6±8.0
10	1,2,3-三 氯苯	0.100	0.105	0.5~7.4	4.6	0.01	0.02	103±12
		2.50	2.46	1.5~6.2	4.2	0.31	0.41	98.1±8.0

表 B.2 方法精密度和准确度（活性炭吸附采样管）

序号	化合物	加标浓度 (mg/m ³)	测定均值 (mg/m ³)	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/m ³)	再现性限 R (mg/m ³)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
1	氯苯	0.100	0.104	2.5~7.0	6.4	0.01	0.02	104±9.8
		5.00	4.84	0.48~3.6	3.2	0.26	0.49	97.1±6.8
2	2-氯甲 苯	0.100	0.103	2.0~8.7	6.1	0.02	0.02	103±9.6
		5.00	4.78	0.46~4.7	4.2	0.29	0.63	96.0±9.0
3	3-氯甲 苯	0.100	0.103	2.3~6.8	5.5	0.02	0.02	102±8.2
		5.00	4.96	0.80~4.0	1.8	0.31	0.38	99.4±4.4
4	4-氯甲 苯	0.100	0.104	2.1~5.7	4.9	0.01	0.02	106±5.8
		5.00	4.80	0.46~3.0	6.5	0.24	0.90	96.1±13
5	1,3-二 氯苯	0.100	0.099	2.1~6.2	6.0	0.01	0.02	99.4±9.6
		5.00	4.70	0.42~3.0	7.1	0.21	0.95	94.0±13
6	1,4-二 氯苯	0.100	0.099	2.1~5.9	6.8	0.01	0.02	98.7±10
		5.00	4.70	0.53~3.0	9.7	0.22	1.3	94.1±13
7	1,2-二 氯苯	0.100	0.095	2.0~7.9	6.7	0.01	0.02	95.8±13
		5.00	4.55	0.63~4.1	7.4	0.29	0.97	91.2±13
8	1,3,5-三 氯苯	0.100	0.100	2.1~6.2	10	0.01	0.03	99.1±18
		5.00	4.70	0.48~3.9	1.6	0.31	0.35	94.1±4.0
9	1,2,4-三 氯苯	0.100	0.095	2.0~5.8	5.2	0.01	0.02	95.4±12
		5.00	4.32	0.48~3.6	4.8	0.22	0.61	86.7±8.6
10	1,2,3-三 氯苯	0.100	0.089	2.6~6.6	5.4	0.01	0.02	89.0±11
		5.00	4.09	0.49~3.4	2.5	0.22	0.35	82.0±4.8

附录 C
(资料性附录)
色谱分析柱的选择

根据实验室条件，除可使用（5.4）中毛细管色谱柱作为分析用柱外，也可选择以下毛细管色谱柱作为分析用柱，或用于辅助定性。

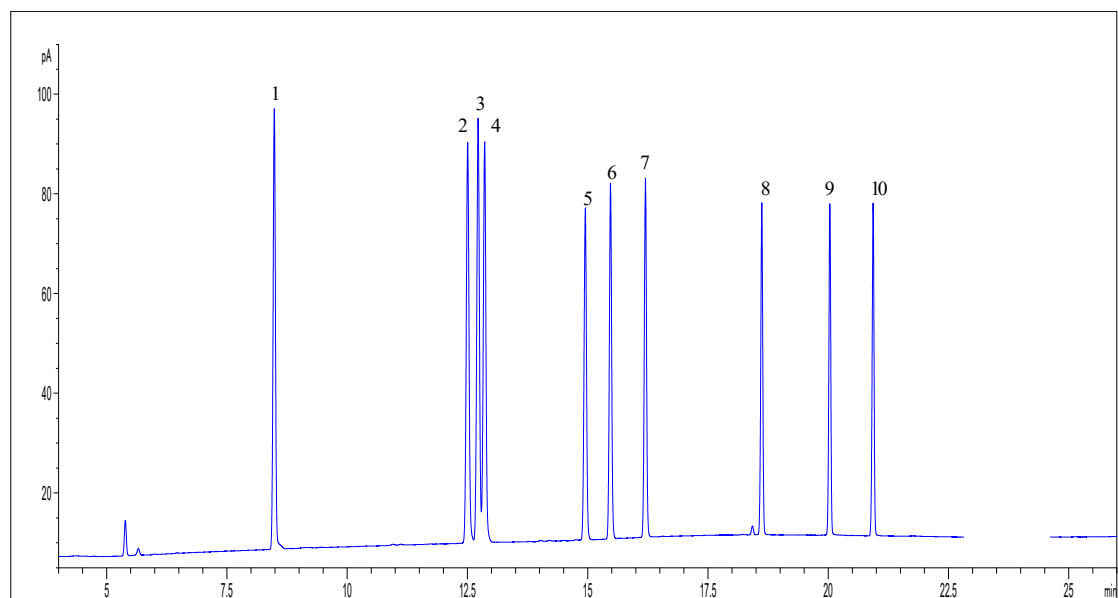
C.1 色谱柱 I：固定相为 35%苯基-65%二甲基聚硅氧烷，30 m×0.25 mm×0.25 μm。

气相色谱参考分析条件：

进样口：260℃；不分流进样，0.75 min 开启分流，流量 45 ml/min；进样量：1.0 μl。

柱温：40℃保持 4 min，以 4℃/min 升至 80℃，再以 8℃/min 升至 240℃保持 1 min；载气：高纯氮气（4.8），柱流量 1.8 ml/min。

检测器：氢火焰离子化检测器（FID），300℃；燃烧气：氢气（4.9），流量 40 ml/min；助燃气：空气，流量 350 ml/min；尾吹气：高纯氮气（4.8），流量 25 ml/min。



1—氯苯；2—2-氯甲苯；3—3-氯甲苯；4—4-氯甲苯；5—1,3-二氯苯；
6—1,4-二氯苯；7—1,2-二氯苯；8—1,3,5-三氯苯；9—1,2,4-三氯苯；10—1,2,3-三氯苯。

图 C.1 氯苯类化合物标准色谱图 ($\rho=10.0 \mu\text{g/ml}$)

C.2 色谱柱 II：固定相为 6%氰丙基苯-94%二甲基聚硅氧烷色谱柱，30 m×0.32 mm×1.8 μm。

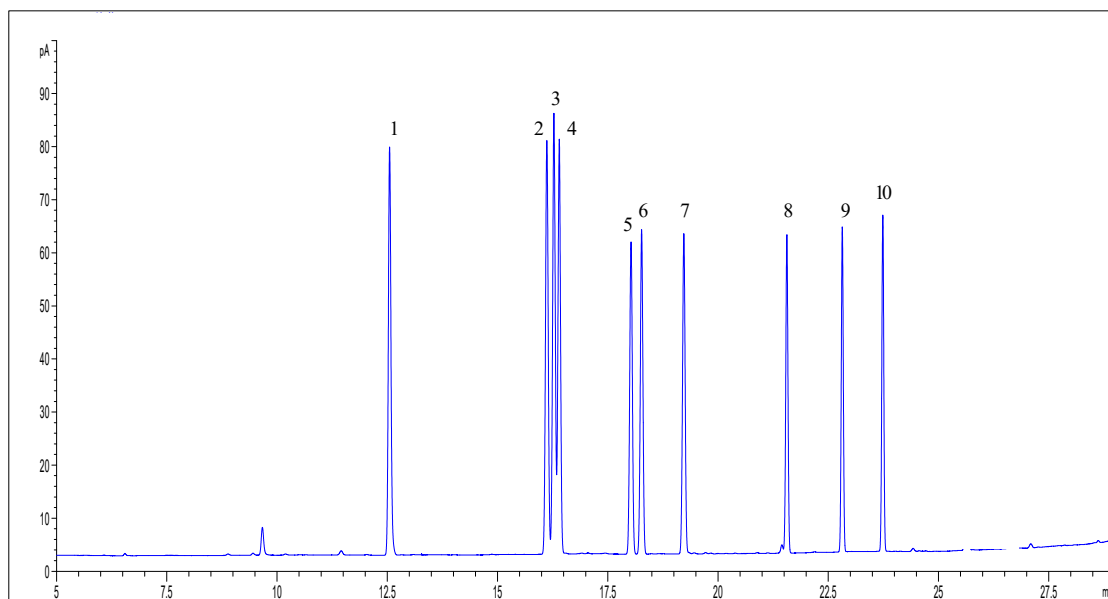
气相色谱参考分析条件：

进样口：260℃；不分流进样，0.75 min 开启分流，流量 45 ml/min；进样量：1.0 μl。

柱温：50℃保持 1 min，以 5℃/min 升至 140℃，再以 10℃/min 升至 250℃保持 2 min；载气：高纯氮气（4.8），柱流量 1.8 ml/min。

检测器：氢火焰离子化检测器（FID），300℃；燃烧气：氢气（4.9），流量 40 ml/min；

助燃气：空气，流量 350 ml/min；尾吹气：高纯氮气（4.8），流量 25 ml/min。



1—氯苯；2—2-氯甲苯；3—3-氯甲苯；4—4-氯甲苯；5—1,3-二氯苯；
6—1,4-二氯苯；7—1,2-二氯苯；8—1,3,5-三氯苯；9—1,2,4-三氯苯；10—1,2,3-三氯苯。

图 C. 2 氯苯类化合物标准色谱图 ($\rho=10.0 \mu\text{g/ml}$)