

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 909-2017

水质 多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法

Water quality—Determination of polybrominated diphenyl ethers
—Gas chromatography mass spectrometry

(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。

2017-12-29 发布

2018-04-01 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.....	4
8 结果计算与表示.....	5
9 精密度和准确度.....	6
10 质量保证和质量控制.....	7
11 废物处理.....	7
12 注意事项.....	7
附录 A（规范性附录）方法检出限和测定下限.....	9
附录 B（资料性附录）质谱参考条件.....	10
附录 C（资料性附录）方法的精密度和准确度.....	11

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中多溴二苯醚的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、工业废水和生活污水中多溴二苯醚的气相色谱-质谱法。

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：国家环境分析测试中心、环境保护部环境保护对外合作中心。

本标准验证单位：湖北省环境监测中心站、广东省环境监测中心、浙江省环境监测中心、宁波国科监测技术有限公司、中国环境科学研究院环境基准与风险评估国家重点实验室和岛津企业管理（中国）有限公司北京分析中心。

本标准环境保护部2017年12月29日批准。

本标准自2018年4月1日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法

警告：实验中所使用的内标及标准样品均为有毒有害化合物，其溶液配制应在通风柜中进行，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

本标准规定了测定水中多溴二苯醚的气相色谱-质谱法。

本标准适用于地表水、地下水、工业废水和生活污水中 8 种多溴二苯醚同类物的测定。

当取样量为 1 L，最终定容体积为 1 ml 时，本标准测定的三至七溴代二苯醚的方法检出限为 0.5 ng/L~1.6 ng/L，十溴二苯醚的方法检出限为 0.02 µg/L，三至七溴代二苯醚的测定下限为 2.0 ng/L~6.4 ng/L，十溴二苯醚的测定下限为 0.08 µg/L。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。

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

用二氯甲烷萃取水样中的多溴二苯醚，萃取液经脱水、浓缩、净化、定容后，用气相色谱分离，质谱检测。根据保留时间、碎片离子质荷比及其丰度比定性，内标法定量。

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，实验用水为不含目标物的纯水。

4.1 二氯甲烷 (CH₂Cl₂)：农残级。

4.2 正己烷 (C₆H₁₄)：农残级。

4.3 甲醇 (CH₃OH)：农残级。

4.4 硫酸 (H₂SO₄)： ρ (H₂SO₄) = 1.84 g/ml。

4.5 盐酸 (HCl)： ρ (HCl) = 1.19 g/ml。

4.6 硫代硫酸钠 (Na₂S₂O₃)：优级纯。

4.7 多溴二苯醚混合标准溶液： ρ = 20.0 mg/L，包括 BDE-28、BDE-47、BDE-99、BDE-100、BDE-153、BDE-154 和 BDE-183 (BDE-209 的浓度为 200 mg/L)。以正己烷为溶剂，用标准物质配制，4℃以下密封避光保存半年。也可直接购买有证标准溶液，保存时间参见标准溶液证书的相关说明。

4.8 净化内标溶液： $\rho=2.00$ mg/L，包括 ^{13}C -BDE-28、 ^{13}C -BDE-47、 ^{13}C -BDE-99、 ^{13}C -BDE-100、 ^{13}C -BDE-153、 ^{13}C -BDE-154 和 ^{13}C -BDE-183 (^{13}C -BDE-209 浓度为 20 mg/L)。市售有证标准溶液，溶剂为壬烷。

4.9 进样内标贮备液： $\rho=50.0$ mg/L， ^{13}C -PCB-209，市售有证标准溶液，溶剂为壬烷。

4.10 多溴二苯醚混合标准使用液 I： $\rho=2.00$ mg/L ($\rho_{\text{BDE-209}}=20$ mg/L)。

移取 1.00 ml 多溴二苯醚混合标准溶液 (4.7) 至 10 ml 棕色容量瓶中，用正己烷 (4.2) 定容至标线，混匀。4℃ 以下密封保存 3 个月。

4.11 多溴二苯醚混合标准使用液 II： $\rho=200$ $\mu\text{g/L}$ ($\rho_{\text{BDE-209}}=2000$ $\mu\text{g/L}$)。

分别移取 100 μl 多溴二苯醚混合标准使用液 I (4.10) 和 900 μl 正己烷 (4.2) 至 1.5 ml 棕色样品瓶中，混匀。临用现配。

4.12 进样内标使用液： $\rho=5.00$ mg/L。

移取 1.00 ml 进样内标贮备液 (4.9) 至 10 ml 棕色容量瓶中，用正己烷 (4.2) 定容至标线，混匀。4℃ 以下密封保存 3 个月。

4.13 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)：优级纯。

在 400℃ 下灼烧 4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器中保存。

4.14 石英棉：使用前在 350℃ 下灼烧 2 h，密封保存。

4.15 氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH})=0.05$ g/ml。

取 50 g 氢氧化钠 (优级纯) 溶于少量水中，稀释至 1 L。

4.16 硅胶：75 μm ~180 μm 左右 (80 目~200 目) 层析填充柱用硅胶。

在烧杯中依次用甲醇 (4.3) 和二氯甲烷 (4.1) 洗净，挥发完全后，在蒸发皿中摊开，厚度小于 10 mm。130℃ 下干燥 16 h，然后放入干燥器冷却 30 min，装入锥形瓶，保存于干燥器中。

4.17 层析硅酸镁：75 μm ~180 μm 左右 (80 目~200 目)。

在烧杯中依次用甲醇 (4.3) 和二氯甲烷 (4.1) 洗净，挥发完全后，在蒸发皿中摊开，厚度小于 10 mm。130℃ 下干燥 16 h，然后放入干燥器冷却 30 min，装入锥形瓶，保存于干燥器中。

4.18 碱性硅胶。

称取 98 g 硅胶 (4.16)，加入 40 ml 氢氧化钠溶液 (4.15)，充分振荡后变成粉末状。所制成的硅胶含有 2% (w/w) 的氢氧化钠，将其装入锥形瓶，保存于干燥器中。

4.19 酸性硅胶。

称取 56 g 硅胶 (4.16)，加入 44 g 硫酸 (4.4)，充分震荡后变成粉末状。所制成的硅胶含有 44% 的硫酸，将其装入锥形瓶，保存于干燥器中。

4.20 复合硅胶柱：可采用以下方法装填，也可购买市售产品。

在层析柱 (5.4) 底部垫一小团石英棉 (4.14)，加入 40 ml 正己烷 (4.2)。依次装填 1 g 无水硫酸钠 (4.13)、1 g 硅胶 (4.16)、2 g 层析硅酸镁 (4.17)、1 g 硅胶 (4.16)、3 g 碱性硅胶 (4.18)、1 g 硅胶 (4.16)、8 g 酸性硅胶 (4.19)、1 g 硅胶 (4.16)、1 g 无水硫酸钠 (4.13)。放出正己烷，使其液面刚好与硅胶柱上层无水硫酸钠齐平，待用。

4.21 二氯甲烷-正己烷混合溶剂：1+4。

量取 1 份体积的二氯甲烷（4.1）和 4 份体积的正己烷（4.2）配制。

4.22 盐酸溶液：1+1。

4.23 载气：氦气，纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5 仪器和设备

5.1 采样瓶：1~4 L，聚四氟乙烯内衬旋盖棕色细口玻璃瓶。

5.2 气相色谱质谱仪（GC-MS）：具毛细管柱和脉冲高压的分流/不分流进样口，可程序升温，质谱带 EI 源。

5.3 色谱柱：固定相为 5% 苯基-甲基聚硅氧烷，15 m \times 0.25 mm \times 0.1 μ m，或选用其他同等效果的色谱柱。

5.4 层析柱：内径 8 mm，长 200 mm 的玻璃管柱。

5.5 浓缩装置：旋转蒸发装置、K-D 浓缩器或氮吹浓缩仪等浓缩装置。

5.6 分液漏斗：2 L，具聚四氟乙烯旋塞。

5.7 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 91 和 HJ/T 164 的相关规定进行水样的采集和保存。用采样瓶（5.1）采集样品，每升水加入 80 mg 硫代硫酸钠（4.6）于 4℃ 保存，14 d 内完成萃取。

6.2 试样的制备

6.2.1 萃取

准确量取 1000 ml 水样于 2 L 分液漏斗，加入 10.0 μ l 净化内标溶液（4.8），用氢氧化钠溶液（4.15）或盐酸溶液（4.22）调节 pH 值至中性。加入 50 ml 二氯甲烷（4.1），摇动萃取 5 min（注意放气），静置 5 min，待两相分层，收集下层有机相。重复上述操作一次。合并萃取液，将萃取液通过无水硫酸钠（4.13）脱水。

注：用二氯甲烷萃取时注意放气；若萃取时出现乳化现象，可采用盐析、搅动、离心、冷冻或用玻璃棉过滤等方法破乳。

6.2.2 净化

用约 100 ml 二氯甲烷-正己烷混合溶剂（4.21）淋洗复合硅胶柱（4.20），弃去淋洗液。将萃取液浓缩至 1~2 ml 后完全转移到复合硅胶柱（4.20）上，用 120 ml 二氯甲烷-正己烷混合溶剂（4.21）洗脱，调节洗脱速度约为 2.5 ml/min（大约 1 滴/s），用茄形瓶收集洗脱液。

注：地下水及背景干扰低的地表水等样品的萃取液一般不需净化。

6.2.3 浓缩

用浓缩装置（5.5）浓缩萃取液（6.2.1）或净化后的洗脱液（6.2.2），浓缩过程中转换溶剂为正己烷，浓缩至约 1 ml，加入 20.0 μl 进样内标使用液（4.12），待测。

注：如果浓缩液不能及时进行测定，应在 4℃ 下避光保存，28 d 内完成分析。

6.3 空白试样的制备

用实验用水按照与试样的制备（6.2）相同的步骤进行实验室空白试样的制备。

7 分析步骤

7.1 测量条件

7.1.1 气相色谱参考条件

进样口温度：270℃，脉冲或高压（120 kPa，1 min）不分流进样；载气流速：2.0 ml/min；进样体积：1.0 μl ；柱箱温度：60℃（保持 1 min），以 30℃/min 升至 200℃（保持 1 min），再以 10℃/min 升至 260℃，再以 20℃/min 升至 320℃（保持 3 min）。

7.1.2 质谱参考条件

离子源温度：230℃；四极杆温度：150℃；传输线温度：270℃；离子化能量：70 eV。数据采集方式：选择离子监测。多溴二苯醚的定量和定性离子基于全扫描获取的目标物质谱图确定，参见附录 B。

7.2 仪器性能检查

7.2.1 质谱系统调谐

仪器使用前用全氟三丁胺对质谱仪系统进行调谐。样品分析前且每运行 12 h，需注入 1.0 μl 十氟三苯基膦（DFTPP，50 $\mu\text{g/ml}$ ），对仪器整个系统进行检查。DFTPP 的关键离子丰度应符合表 1 要求。

表 1 DFTPP 关键离子及离子丰度标准

质量离子/m/z	丰度标准	质量离子/m/z	丰度标准
51	基峰的 10%~80%	199	198 峰的 5%~9%
68	小于 69 峰的 2%	275	基峰的 10%~60%
70	小于 69 峰的 2%	365	大于 198 峰的 1%
127	基峰的 10%~80%	441	存在且小于 442 峰 24%
197	小于 198 峰的 2%	442	基峰,或大于 198 峰的 50%
198	基峰,或大于 442 峰的 50%	443	442 峰的 15%~24%

7.2.2 气相色谱系统检查

样品分析前且每运行 12 h，应对气相色谱质谱系统进行检查，注入 1.0 μl *p,p'*-DDT（5.0 $\mu\text{g/ml}$ ），使用全扫描方式测定，按公式（1）计算其降解率。

$$\text{滴滴涕的降解率} = \frac{(\text{p,p'-DDE} + \text{p,p'-DDD}) \text{的峰面积}}{(\text{p,p'-DDE} + \text{p,p'-DDD} + \text{p,p'-DDT}) \text{的峰面积}} \times 100\% \quad (1)$$

若滴滴涕的降解率 $\geq 15\%$ ，则应对进样口和色谱柱进行维护，系统检查合格后方可进行测定。

7.3 校准曲线的建立

7.3.1 标准系列（CS）的配制

取 5 个 1.5 ml 棕色气相色谱进样小瓶，分别使用正己烷（4.2）、多溴二苯醚混合标准使用液 I（4.10）、多溴二苯醚混合标准使用液 II（4.11）、净化内标溶液（4.8）和进样内标使用液（4.12），按表 2 配制成五个不同浓度的标准系列。

表 2 多溴二苯醚标准系列溶液的配制

标准系列	CS-1	CS-2	CS-3	CS-4	CS-5
多溴二苯醚标准系列溶液浓度/ng/ml	2.00	10.0	50.0	200	500
BDE-209 浓度/ng/ml	20.0	100	500	2000	5000
正己烷体积/ μl	960	920	945	870	720
多溴二苯醚混合标准使用液 I 体积/ μl	—	—	25.0	100	250
多溴二苯醚混合标准使用液 II 体积/ μl	10.0	50.0	—	—	—
净化内标溶液体积/ μl	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
进样内标使用液体积/ μl	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0

7.3.2 标准曲线

按照仪器参考分析条件（7.1），由低浓度到高浓度依次进行 GC-MS 测定。以标准系列溶液中目标物的质量浓度与内标物浓度比值为横坐标，以目标物对应的色谱峰峰面积与内标物峰面积的比值为纵坐标，建立校准曲线。

7.4 试样测定

按照与校准曲线的建立（7.3）相同的仪器条件进行试样（6.2）的测定。

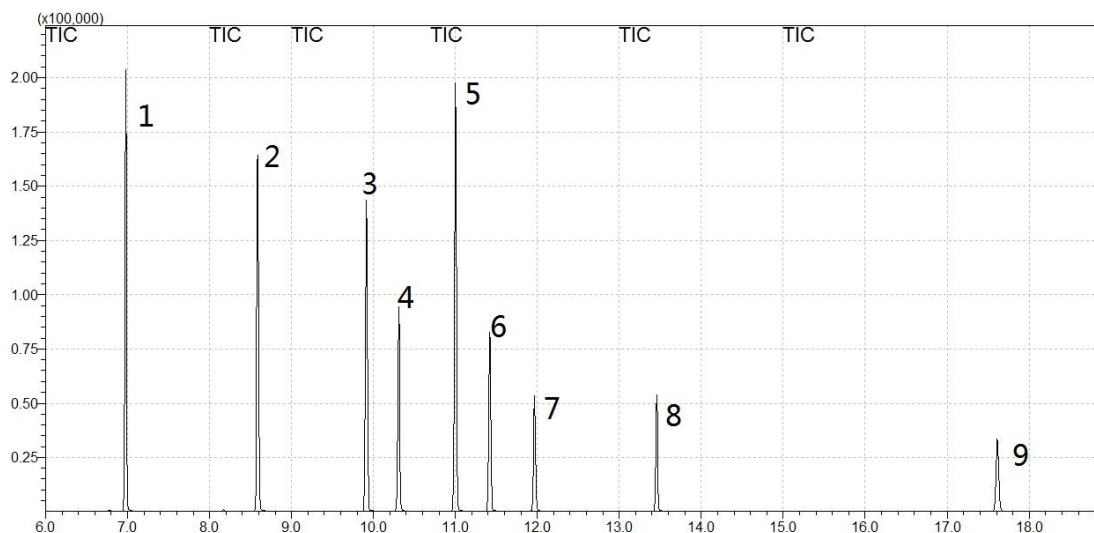
7.5 空白试验

按照与试样测定（7.4）相同的步骤进行空白试样（6.3）的测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

根据目标物和其同位素物质的保留时间、碎片离子质荷比及其丰度比定性。样品中目标物的保留时间与标准品的保留时间差值在 20 s 以内，且定性离子相对于定量离子的相对丰度与最近获得的标准样品的相对丰度比较，其相对偏差应 $< 20\%$ 。多溴二苯醚的总离子流色谱图见图 1。



1—¹³C-BDE-28 和 BDE-28; 2—¹³C-BDE-47 和 BDE-47; 3—¹³C-BDE-100 和 BDE-100; 4—¹³C-BDE-99 和 BDE-99; 5—¹³C-PCB-209; 6—¹³C-BDE-154 和 BDE-154; 7—¹³C-BDE-153 和 BDE-153; 8—¹³C-BDE-183 和 BDE-183; 9—¹³C-BDE-209 和 BDE-209。

图 1 多溴二苯醚的总离子流色谱图

8.2 结果计算

当样品中多溴二苯醚的定量离子有干扰时，允许使用辅助离子定量。试样中多溴二苯醚的浓度由仪器工作站按同位素稀释法自动计算，样品中多溴二苯醚的质量浓度按公式（2）进行计算：

$$\rho = \frac{\rho_1 \times V_1}{V} \times f \quad (2)$$

式中： ρ ——样品中多溴二苯醚的质量浓度，ng/L；

ρ_1 ——由标准曲线得到的试样中多溴二苯醚的浓度，ng/L；

V_1 ——试样的体积，ml；

V ——水样体积，ml；

f ——稀释倍数。

8.3 结果表示

当测定结果 ≥ 10.0 ng/L 时，数据保留两位有效数字；当结果 < 10.0 ng/L 时，数据保留小数点后一位（当 BDE-209 测定结果 ≥ 1.0 $\mu\text{g/L}$ 时，数据保留两位有效数字；当结果 < 1.0 $\mu\text{g/L}$ 时，数据保留小数点后两位）。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

六家实验室对含多溴二苯醚浓度为 4.5 ng/L、90 ng/L、350 ng/L（BDE-209 浓度为 0.045

µg/L、0.90 µg/L、3.5 µg/L) 的实际样品进行了 6 次重复测定, 实验室内相对标准偏差分别为: 2.5%~31%、3.2%~29%、4.4%~17%; 实验室间相对标准偏差分别为: 9.4%~19%、2.8%~15%、3.7%~11%; 重复性限为: 0.4 ng/L~2.1 ng/L (BDE-209 为 0.03 µg/L)、11 ng/L~26 ng/L (BDE-209 为 0.38 µg/L)、75 ng/L~140 ng/L (BDE-209 为 1.2 µg/L); 再现性限为: 1.5 ng/L~2.6 ng/L (BDE-209 为 0.04 µg/L)、16 ng/L~38 ng/L (BDE-209 为 0.41 µg/L)、78 ng/L~160 ng/L (BDE-209 为 1.4 µg/L)。

9.2 准确度

六家实验室对含多溴二苯醚浓度为 4.5 ng/L、90 ng/L、350 ng/L (BDE-209 浓度为 0.045 µg/L、0.90 µg/L、3.5 µg/L) 的实际样品进行了加标分析测定, 加标量分别为 4.5 ng、90 ng、350 ng (BDE-209 加标量为 0.045 µg、0.90 µg、3.5 µg), 加标回收率分别为 69%~115% (BDE-209 为 111%~179%)、79%~125%、75%~125%; 加标回收率最终值: 88%±24%~95%±18% (BDE-209 为 145%±46%), 94%±12%~107%±18%, 96%±20%~113%±18%。

精密度和准确度结果参见附录 C。

10 质量保证和质量控制

10.1 每批样品 (以 20 个样品为一批次) 应至少做一个实验室空白实验, 所有空白测试结果中的目标化合物浓度应小于方法检出限。否则应及时查明原因, 直至实验室空白检验合格后才能进行样品分析。

10.2 标准曲线的相关系数应 ≥ 0.997 。每测定 20 个样品测定一个校准曲线中间点浓度的标准溶液, 测定值与该点初始浓度的相对误差应 $\leq 30\%$ 。

10.3 每批样品 (最多 20 个样品) 应分析平行样, 平行样测定结果相对偏差应 $\leq 40\%$ 。

10.4 每批样品应进行不少于 10% 的空白加标回收率测定。当加标浓度 ≤ 10 倍方法检出限时, 三至七溴代二苯醚的加标回收率应在 60%~140% 之间, 十溴二苯醚应在 60%~200% 之间; 当加标浓度 > 10 倍方法检出限时, 多溴二苯醚的加标回收率应在 60%~140% 之间。样品中净化内标加标回收率应在 50%~180% 之间。

10.5 内标在样品中特征离子的峰面积与校准曲线中的峰面积偏差应在 50%~200% 以内, 内标在样品中的保留时间与在校准曲线中的保留时间偏差在 20 s 以内。

11 废物处理

实验中产生的废液应集中收集, 并做好相应标识, 如“有毒废液”, 委托有资质的单位进行处理。

12 注意事项

12.1 当测定七溴代及以下的多溴二苯醚时, 可选用柱长为 15 m~30 m、膜厚为 0.1 µm~0.25 µm 的毛细管色谱柱; 当测定含 BDE-209 的多溴二苯醚时, 必须选用柱长 ≤ 15 m 膜厚为 0.1

μm 的毛细管色谱柱，离子源可选用 EI 源或 NCI 源。

12.2 BDE-209 易分解，注意保持进样口清洁。必要时可更换气相系统的衬管和进样隔垫，并截除色谱柱进样口端 10~30 cm。

12.3 样品全程注意避光。净化前需先做实验室流出曲线。

12.4 减小最终定容体积可降低方法检出限，需注意同步减少 ^{13}C 标记内标用量。

附录 A
(规范性附录)
方法检出限和测定下限

表 A.1 方法检出限和测定下限

序号	化合物名称	化合物简称	方法检出限/ng/L	测定下限/ng/L
1	2,4,4'-三溴二苯醚	BDE-28	0.5	2.0
2	2,2',4,4'-四溴二苯醚	BDE-47	0.8	3.2
3	2,2',4,4',6-五溴二苯醚	BDE-100	1.1	4.4
4	2,2',4,4',5-五溴二苯醚	BDE-99	1.3	5.2
5	2,2',4,4',5,6'-六溴二苯醚	BDE-154	1.4	5.6
6	2,2',4,4',5,5'-六溴二苯醚	BDE-153	1.6	6.4
7	2,2',3,4,4',5',6-七溴二苯醚	BDE-183	1.6	6.4
8	十溴二苯醚	BDE-209	0.02 µg/L	0.08 µg/L

附录 B
(资料性附录)
质谱参考条件

表 B.1 化合物的定量和定性离子

序号	化合物	定量离子	定性离子 1	定性离子 2
1	BDE-28	407.8	405.8	409.8
2	¹³ C-BDE-28 (净化内标)	417.9	419.9	446.2
3	BDE-47	485.7	483.7	487.8
4	¹³ C-BDE-47 (净化内标)	497.8	499.8	495.8
5	BDE-100	563.7	565.7	403.9
6	¹³ C-BDE-100 (净化内标)	577.8	575.8	415.9
7	BDE-99	563.7	565.7	403.9
8	¹³ C-BDE-99 (净化内标)	577.8	575.8	415.9
9	BDE-154	643.6	645.6	483.8
10	¹³ C-BDE-154 (净化内标)	665.7	495.8	657.6
11	BDE-153	643.6	645.6	483.8
12	¹³ C-BDE-153 (净化内标)	665.7	495.8	657.6
13	BDE-183	721.6	561.7	563.7
14	¹³ C-BDE-183 (净化内标)	733.6	573.8	735.6
15	BDE-209	799.3	801.3	959.1
16	¹³ C-BDE-209 (净化内标)	811.3	813.3	973.1
17	¹³ C-PCB-209 (进样内标)	509.8	511.8	507.8

附录 C
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

表 C.1 精密度汇总表

序号	物质名称	加标浓度/ng/L	样品类型	实验室内相对标准偏差/%	实验室间相对标准偏差/%	重复性限/ng/L	再现性限/ng/L
1	BDE-28	4.5	空白水	3.4~4.0	13	0.4	1.5
			地表水	14~19	10	1.8	2.1
		90	生活污水	4.3~8.2	8.3	13	23
			工业废水	6.0~8.2	9.6	17	28
		350	工业废水	5.3~16	4.8	88	93
2	BDE-47	4.5	空白水	3.1~6.5	14	0.5	1.5
			地表水	14~20	14	1.8	2.2
		90	生活污水	3.5~6.7	6.6	12	20
			工业废水	4.3~9.9	7.1	19	25
		350	工业废水	5.6~17	6.2	90	100
3	BDE-100	4.5	空白水	3.9~31	19	1.8	2.6
			地表水	14~25	11	2.1	2.3
		90	生活污水	3.8~6.3	5.1	12	16
			工业废水	5.2~7.7	5.1	16	19
		350	工业废水	4.4~12	3.8	75	78
4	BDE-99	4.5	空白水	2.7~7.3	18	0.6	2.1
			地表水	12~20	14	1.8	2.3
		90	生活污水	3.2~11	6.3	14	20
			工业废水	5.5~13	6.9	18	23
		350	工业废水	5.0~13	3.7	80	81
5	BDE-154	4.5	空白水	2.5~6.7	15	0.5	1.8
			地表水	11~15	9.4	1.5	1.8
		90	生活污水	3.8~5.8	9.2	12	25
			工业废水	6.0~20	9.5	26	34
		350	工业废水	5.4~16	7.1	90	110
6	BDE-153	4.5	空白水	3.4~9.2	17	0.5	1.9
			地表水	13~17	12	1.8	2.2
		90	生活污水	3.2~5.4	9.4	12	26
			工业废水	6.0~20	8.5	26	33
		350	工业废水	5.0~17	11	140	160
7	BDE-183	4.5	空白水	3.2~16	17	0.9	2.0
			地表水	14~17	16	1.9	2.6
		90	生活污水	3.6~5.1	15	11	38
			工业废水	5.3~8.1	12	17	33
		350	工业废水	5.7~15	3.9	84	85
8	BDE-209	0.045	空白水	5.1~25	14	0.03	0.04
			地表水	4.1~26	16	0.03	0.04
		0.90	生活污水	8.4~29	2.8	0.38	0.38
			工业废水	5.1~28	8.2	0.38	0.41
		3.5	工业废水	4.9~17	7.8	1.2	1.4

注：BDE-209 加标浓度、重复性限和再现性限的单位为 $\mu\text{g/L}$ 。

表 C.2 准确度汇总表

序号	物质名称	加标浓度/ng/L	样品类型	加标回收率范围/%	加标回收率最终值/%
1	BDE-28	4.5	地表水	73~99	92±20
		90	生活污水	79~99	95±16
			工业废水	79~105	97±19
		350	工业废水	95~107	102±9.8
2	BDE-47	4.5	地表水	69~98	88±24
		90	生活污水	86~104	97±13
			工业废水	87~105	99±14
		350	工业废水	87~102	98±12
3	BDE-100	4.5	地表水	74~101	93±20
		90	生活污水	87~100	95±9.6
			工业废水	91~103	98±10
		350	工业废水	93~103	99±7.6
4	BDE-99	4.5	地表水	72~106	93±26
		90	生活污水	86~101	94±12
			工业废水	85~104	96±13
		350	工业废水	96~106	101±7.4
5	BDE-154	4.5	地表水	80~104	95±18
		90	生活污水	89~114	98±18
			工业废水	91~119	102±19
		350	工业废水	92~112	100±14
6	BDE-153	4.5	地表水	72~101	92±22
		90	生活污水	90~117	100±19
			工业废水	97~121	104±18
		350	工业废水	75~103	96±20
7	BDE-183	4.5	地表水	72~115	94±30
		90	生活污水	84~125	97±28
			工业废水	86~118	98±24
		350	工业废水	90~101	97±7.6
8	BDE-209	0.045	地表水	111~179	145±46
		0.90	生活污水	96~103	100±5.6
			工业废水	92~120	107±18
		3.5	工业废水	98~125	113±18

注：BDE-209 加标浓度单位为μg/L。