

附件 2

HJ

# 中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-20□□

---

## 水质 萘酚的测定 高效液相色谱法

Water quality—Determination of naphthol

—High performance liquid chromatography

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□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 干扰和消除.....	1
5 试剂和材料.....	2
6 仪器和设备.....	2
7 样品.....	3
8 分析步骤.....	3
9 结果计算与表示.....	5
10 精密度和准确度.....	6
11 质量保证和质量控制.....	8
12 废物处理.....	8
附录 A（资料性附录） 方法精密度数据汇总.....	9
附录 B（资料性附录） 方法准确度数据汇总.....	10

# 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》，保护生态环境，保障人体健康，规范水中萘酚的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中1-萘酚（ $\alpha$ -萘酚）和2-萘酚（ $\beta$ -萘酚）的高效液相色谱法。

本标准的附录A和附录B为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准起草单位：辽宁北方环境检测技术有限公司。

本标准验证单位：辽宁省环境监测实验中心、青岛市环境监测中心站、沈阳市环境监测中心站、鞍山市环境监测中心站、辽阳市环境监测站和沈阳泽尔检测有限公司。

本标准生态环境部20□□年□□月□□日批准。

本标准自20□□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

# 水质 萘酚的测定 高效液相色谱法

警告：实验中使用的标准物质和有机溶剂均具有一定的毒性，试剂配制和样品前处理过程应在通风橱内进行，操作时应按要求佩戴防护器具，避免直接接触皮肤和衣物。

## 1 适用范围

本标准规定了测定水中萘酚的高效液相色谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中 1-萘酚（ $\alpha$ -萘酚）和 2-萘酚（ $\beta$ -萘酚）的测定。

当取样体积为 10.0 ml，洗脱液体积为 10.0 ml，进样体积为 10.0  $\mu$ l 时，在发射波长 425 nm 处，本标准测定 1-萘酚和 2-萘酚的方法检出限均为 2  $\mu$ g/L，测定下限均为 8  $\mu$ g/L；在发射波长 360 nm 处，本标准测定 2-萘酚的方法检出限为 0.2  $\mu$ g/L，测定下限为 0.8  $\mu$ g/L。

当取样体积为 50 ml，洗脱液体积为 10.0 ml，进样体积为 10.0  $\mu$ l 时，在发射波长 425 nm 处，本标准测定 1-萘酚和 2-萘酚的方法检出限均为 0.3  $\mu$ g/L，测定下限均为 1.2  $\mu$ g/L；在发射波长 360 nm 处，本标准测定 2-萘酚的方法检出限为 0.06  $\mu$ g/L，测定下限为 0.24  $\mu$ g/L。

## 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 442 近岸海域环境监测规范
- HJ 494 水质 采样技术指导
- HJ 495 水质 采样方案设计技术规定
- 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

取一定量酸化后的样品（pH=1~2），用 C<sub>18</sub> 固相萃取柱萃取，甲醇洗脱，洗脱液中的萘酚经液相色谱分离后，用荧光检测器检测。根据保留时间定性，外标法定量。

## 4 干扰和消除

4.1 样品中的萘胺类等碱性有机化合物，在酸性条件下（pH=1~2）固相萃取，以盐离子的形式存在于水相中，不被 C<sub>18</sub> 固相萃取柱吸附，不干扰萘酚的测定。

4.2 样品中的多环芳烃类，在本标准规定的条件下，其响应值很低，一般情况下不会干扰萘酚的测定。

4.3 其他在荧光检测器上有响应的酸性和中性有机化合物可能会干扰萘酚的测定，可通过

改变流动相的比例改善分离度，也可选择在相对无干扰的检测波长下测定避免干扰。

## 5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准分析纯试剂，实验用水为不含目标化合物的二次蒸馏水或用纯水设备制备的水。

5.1 乙腈（ $\text{CH}_3\text{CN}$ ）：液相色谱纯。

5.2 甲醇（ $\text{CH}_3\text{OH}$ ）：液相色谱纯。

5.3 盐酸： $\rho(\text{HCl}) = 1.18 \text{ g/ml}$ 。

5.4 抗坏血酸（ $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ）。

5.5 1-萘酚： $w(\text{C}_{10}\text{H}_7\text{OH}) \geq 99.5\%$ 。

5.6 2-萘酚： $w(\text{C}_{10}\text{H}_7\text{OH}) \geq 99.5\%$ 。

5.7 萘酚混合标准贮备液： $\rho \approx 1000 \text{ mg/L}$ 。

分别称取0.10 g（准确至0.0001 g）1-萘酚（5.5）和2-萘酚（5.6）于100 ml烧杯中，加入100 mg抗坏血酸（5.4），用少量甲醇（5.2）溶解，转移至100 ml容量瓶中，用甲醇（5.2）稀释至标线，混匀。分装于棕色样品瓶（6.4）中，密封，4℃以下避光冷藏，可保存3个月。也可购买市售有证标准溶液，按标准溶液证书要求保存。

5.8 萘酚混合标准使用液 I： $\rho = 100 \text{ mg/L}$ ；

量取适量萘酚混合标准贮备液（5.7）于10 ml容量瓶中，用甲醇（5.2）定容，混匀。分装于棕色样品瓶（6.4）中，密封，4℃以下避光冷藏，可保存3个月。

5.9 萘酚混合标准使用液 II： $\rho = 10.0 \text{ mg/L}$ ；

量取1.00 ml萘酚混合标准使用液 I（5.8）于10 ml容量瓶中，用甲醇（5.2）定容，混匀。于棕色样品瓶（6.4）中，密封，4℃以下避光冷藏，可保存3个月。

5.10 盐酸溶液：1+1。

5.11 盐酸溶液： $c(\text{HCl}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

量取1.8 ml盐酸溶液（5.10），用水稀释至1000 ml。

5.12  $\text{C}_{18}$ 固相萃取柱：填料为十八烷基键合硅胶，500 mg/6 ml。

5.13 微孔滤膜：0.45  $\mu\text{m}$ ，有机相。

## 6 仪器和设备

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的A级玻璃量器。

6.1 高效液相色谱仪：配有多通道荧光检测器。

6.2 色谱柱：250 mm（长） $\times$  4.6 mm（内径） $\times$  5  $\mu\text{m}$ （粒径），填料为十八烷基键合硅胶（ $\text{C}_{18}$ ）或其他等效液相色谱柱。

6.3 棕色采样瓶：250 ml 或 500 ml 带聚四氟乙烯衬垫的螺旋盖玻璃瓶或磨口瓶。

6.4 棕色样品瓶：2 ml、10 ml 或 50 ml 带聚四氟乙烯衬垫的螺旋盖玻璃瓶。

6.5 气密性玻璃注射器：5 ml 或 10 ml，与微孔滤膜（5.13）配合使用。

6.6 固相萃取装置。

6.7 一般实验室常用仪器设备。

## 7 样品

### 7.1 样品采集和保存

按照 HJ/T 91、HJ/T 164、HJ 494、HJ 495 和 HJ 442 的相关规定进行样品的采集。将样品采集到棕色采样瓶（6.3）中，于每升样品中加入 0.5 g 抗坏血酸（5.4），待溶解完全后，用盐酸溶液（5.10）调节样品 pH=1~2，密封。于 4℃ 以下避光冷藏运输和保存。14 d 内完成分析。

### 7.2 试样的制备

将C<sub>18</sub>固相萃取柱（5.12）固定在固相萃取装置（6.7）上，依次用9 ml甲醇（5.2）和9 ml盐酸溶液（5.11）活化固相萃取柱，始终保持柱头浸润。将样品（7.1）平衡至室温，摇匀，量取10.0 ml~50.0 ml样品（可根据样品中目标化合物含量，适当增加或减少取样量）于样品瓶（6.5）中，然后使样品以3~4 ml/min流速通过萃取柱。在柱填料刚好暴露于空气之前，用5 ml水，分2次冲洗样品瓶，洗涤液一并转移至柱上，弃去流出液，加压挤出或抽干萃取柱中的水分。用10.0 ml甲醇（5.2）洗脱，接收洗脱液，待初始洗脱液流出后，关闭活塞，浸泡固相萃取柱至少5 min。打开活塞，收集全部洗脱液于10 ml棕色样品瓶（6.5）中，摇匀，用微孔滤膜（5.13）过滤，待测。

注1：为避免固相萃取柱穿透，样品中目标化合物总含量一般不应超过 200 μg。否则，应将样品适当稀释后再萃取或适当减少取样量。

注2：对于基体复杂、有机物含量未知的样品，为避免穿透，可以分别用两根固相萃取柱萃取不同体积的同一个样品。例如，分别萃取 10.0 ml 和 20.0 ml，当后者的测定结果低于前者的 20%时，即说明后者的吸附容量已达到饱和，需适当减少取样量或将样品稀释后再固相萃取。

注3：对于清洁的样品，也可用微孔滤膜（5.13）过滤后，直接进样。

### 7.3 空白试样的制备

用实验用水代替样品，按照与试样的制备（7.2）相同的步骤进行实验室空白试样的制备。

## 8 分析步骤

### 8.1 仪器参考条件

流动相：乙腈/水（含 0.2%甲醇）=47/53；流量：1.2 ml/min；进样体积：10.0 μl；

柱温：35℃；检测器：荧光检测器；激发波长：228 nm；

发射波长：同时测定 1-萘酚和 2-萘酚时，选 425 nm、435 nm 或 450 nm；只测定 2-萘酚时，选 360 nm、350 nm。将其中一个波长作为检测波长，另一个作为辅助定性波长。

注：对于基体复杂的样品，应采用梯度洗脱。梯度洗脱参考程序见表 1。

表 1 梯度洗脱参考程序

时间/min	乙腈/%	水（含 0.2%甲醇）/%
0.00~12.00	47	53
14.00	97	3
14.00~24.00	97	3
26.00	47	53
26.00~30.00	47	53

## 8.2 校准

### 8.2.1 标准系列的配制

分别取适量萘酚标准使用液 II（5.9）或标准使用液 I（5.8）于 10 ml 棕色容量瓶中，以甲醇（5.2）定容，配制能覆盖样品浓度范围的至少包含 5 个浓度点的标准系列。标准系列溶液配制及其参考浓度见表 2。

表 2 标准系列溶液配制及其参考浓度

系列编号		1	2	3	4	5	6
低浓度	标准使用液 II（ $\mu\text{l}$ ）	0.50 <sup>a</sup>	2.00	10.0	100	250	500
	萘酚浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）	0.50 <sup>a</sup>	2.00	10.0	100	250	500
高浓度	标准使用液 I（ $\mu\text{l}$ ）	50.0	100	200	300	500	1000 <sup>b</sup>
	萘酚浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）	500	1000	2000	3000	5000	10000 <sup>b</sup>

<sup>a</sup> 在 360 nm 处测定 2-萘酚时，增加该浓度点。  
<sup>b</sup> 在 360 nm 处测定 2-萘酚时，取消该浓度点。

### 8.2.2 标准曲线的建立

按照仪器参考条件（8.1），由低浓度到高浓度对标准系列溶液（8.2.1）依次进样，分离、检测目标化合物，记录保留时间和峰高。以各标准系列溶液中目标化合物的质量浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）为横坐标，以其对应的峰高为纵坐标，建立标准曲线。

### 8.2.3 标准样品的色谱图

图 1 为仪器参考条件下（425 nm）1-萘酚和 2-萘酚标准样品（500  $\mu\text{g/L}$ ）梯度洗脱的色谱图。图 2 为仪器参考条件下（360 nm）2-萘酚标准样品（1.00  $\text{mg/L}$ ）梯度洗脱的色谱图。

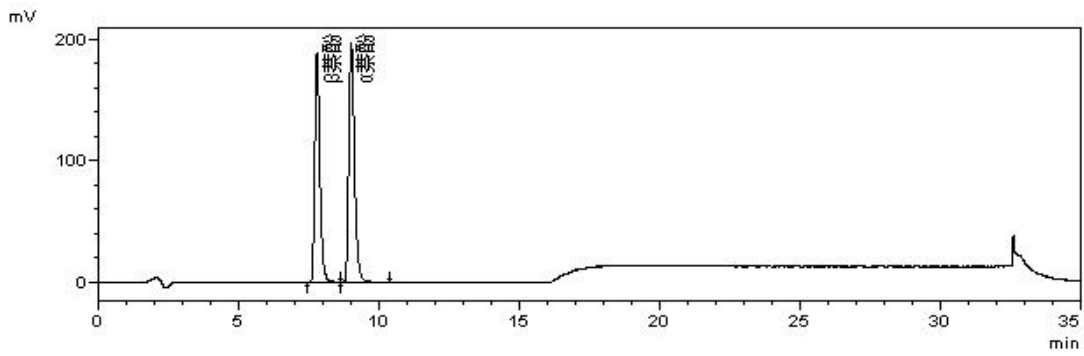


图 1 萘酚标准样品梯度洗脱色谱图（425 nm）

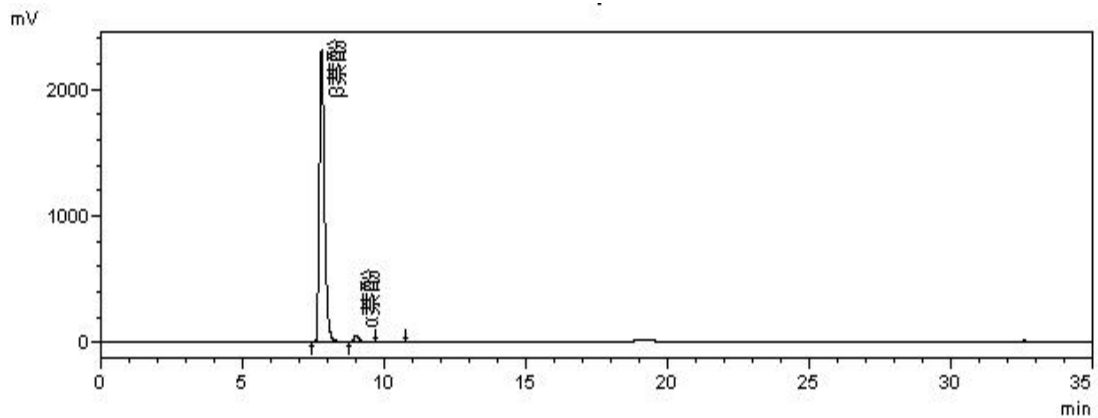


图 2 萘酚标准样品梯度洗脱色谱图（360 nm）

### 8.3 试样的测定

按照与标准曲线的建立（8.2.2）相同的仪器条件进行试样（7.2）的测定。

### 8.4 空白试验

按照与试样测定（8.3）相同的仪器条件进行实验室空白试样（7.3）的测定。

## 9 结果计算与表示

### 9.1 定性分析

根据保留时间定性，也可根据试样中目标化合物在不同发射波长下的峰高比与标准样品比较（其相对偏差应 $\leq 5\%$ ）辅助定性。必要时，可用液相色谱-质谱法确认。

### 9.2 定量分析

用外标法定量。试样中目标化合物的响应值不应超过标准曲线的上限。否则，应将样品



适当稀释后再萃取或适当减少取样量，计算时乘以稀释倍数。

### 9.3 结果计算

样品中某目标化合物的质量浓度（ $\mu\text{g/L}$ ），按照公式（1）计算：

$$\rho_l = \frac{\rho_i \times V_2}{V_1} \times D \quad (1)$$

式中： $\rho_l$ ——样品中某目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$\rho_i$ ——由标准曲线得到的试样中某目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

$V_1$ ——取样体积，ml；

$V_2$ ——试样（洗脱液）体积，ml；

$D$ ——样品稀释倍数。

### 9.4 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致，最多保留三位有效数字。

## 10 精密度和准确度

### 10.1 精密度

六家实验室对含 1-萘酚和 2-萘酚浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、100  $\mu\text{g/L}$  和 1.00  $\text{mg/L}$  的统一空白加标样品，进行了 6 次重复测定（取样体积为 50.0 ml）：测定 1-萘酚的实验室内相对标准偏差范围分别为 1.6%~5.9%、0.7%~7.0%和 0.7%~6.2%；实验室间相对标准偏差分别为 9.2%和 9.2%和 3.2%；重复性限（ $r$ ）分别为 0.2  $\mu\text{g/L}$  和 8.9  $\mu\text{g/L}$  和 0.089  $\text{mg/L}$ ；再现性限（ $R$ ）分别为 0.6  $\mu\text{g/L}$ 、28  $\mu\text{g/L}$  和 0.13  $\text{mg/L}$ 。测定 2-萘酚的实验室内相对标准偏差范围分别为 1.9%~4.1%、0.7%~8.5%和 0.8%~6.1%；实验室间相对标准偏差分别为 5.1%、7.6%和 5.5%；重复性限（ $r$ ）分别为 0.18  $\mu\text{g/L}$ 、10  $\mu\text{g/L}$ 、和 0.088  $\text{mg/L}$ ；再现性限（ $R$ ）分别为 0.33  $\mu\text{g/L}$ 、23  $\mu\text{g/L}$  和 0.18  $\text{mg/L}$ 。

六家实验室对含 1-萘酚和 2-萘酚浓度为 10.0  $\mu\text{g/L}$ 、500  $\mu\text{g/L}$  和 9.00  $\text{mg/L}$  的统一空白加标样品，进行了 6 次重复测定（取样体积为 10.0 ml）：测定 1-萘酚的实验室内相对标准偏差范围分别为 0.7%~9.4%、0.5%~8.9%和 0.6%~3.4%；实验室间相对标准偏差分别为 10%、5.3%和 6.9%；重复性限（ $r$ ）分别为 2  $\mu\text{g/L}$ 、54  $\mu\text{g/L}$  和 0.41  $\text{mg/L}$ ；再现性限（ $R$ ）分别为 3  $\mu\text{g/L}$ 、89  $\mu\text{g/L}$  和 1.7  $\text{mg/L}$ 。测定 2-萘酚的实验室内相对标准偏差范围分别为 1.4%~15%、0.4%~7.1%和 0.5%~5.1%；实验室间相对标准偏差分别为 8.5%、3.1%和 7.4%；重复性限（ $r$ ）分别为 2  $\mu\text{g/L}$ 、43  $\mu\text{g/L}$  和 0.52  $\text{mg/L}$ ；再现性限（ $R$ ）分别为 3  $\mu\text{g/L}$ 、60  $\mu\text{g/L}$  和 1.8  $\text{mg/L}$ 。

六家实验室对含 1-萘酚平均浓度为 48.4  $\mu\text{g/L}$ 、45.7  $\mu\text{g/L}$  和 0.541  $\text{mg/L}$  的三种类型的工业废水样品，进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差范围分别为 1.8%~11%、1.5%~5.5%和 1.2%~4.3%；实验室间相对标准偏差分别为 22%、19%和 11%。

六家实验室对含 2-萘酚平均浓度为 0.950  $\text{mg/L}$ 、2.52  $\text{mg/L}$  和 153  $\mu\text{g/L}$  的三种类型的工业废水样品，进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差范围分别为 0.6%~2.4%、0.9%~

5.6%和 0.7%~8.1%；实验室间相对标准偏差分别为 8.0%、10%和 15%。

方法精密度汇总数据参见附录 A。

## 10.2 准确度

六家实验室对含 1-萘酚和 2-萘酚浓度为 10.0  $\mu\text{g/L}$ 、500  $\mu\text{g/L}$  和 9.00  $\text{mg/L}$  的统一空白加标样品，进行了 6 次重复测定（取样体积为 10.0 ml）：测定 1-萘酚的实验室内相对误差范围分别为 -14%~11%、-12%~2.0%和 -17%~0.1%；相对误差最终值分别为 -5.5% $\pm$ 19%、-4.9% $\pm$ 10%和 -6.5% $\pm$ 13%。测定 2-萘酚的实验室内相对误差范围分别为 -12%~6.0%、-8.6%~-1.0%和 -18%~2.0%；相对误差最终值分别为 -4.3% $\pm$ 16%、-4.1% $\pm$ 6.0%和 -5.3% $\pm$ 14%。

六家实验室对含 1-萘酚和 2-萘酚浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$ 、100  $\mu\text{g/L}$  和 1.00  $\text{mg/L}$  的统一空白加标样品，进行了 6 次重复测定（取样体积为 50.0 ml）：测定 1-萘酚的实验室内相对误差范围分别为 -13%~11%、-3.0%~21%和 -2.9%~4.0%；相对误差最终值分别为 -3.4% $\pm$ 18%、2.0% $\pm$ 19%和 1.6% $\pm$ 6.6%。测定 2-萘酚的室内相对误差范围分别为 -7.0%~7.0%、-20%~0.8%和 -7.5%~8.0%；相对误差最终值分别为 -2.2% $\pm$ 10%、-5.8% $\pm$ 15%和 1.9% $\pm$ 11%。

六家实验室对 1-萘酚加标浓度为 2.00  $\mu\text{g/L}$  和 100  $\mu\text{g/L}$  地表水样品，进行了 6 次重复测定（取样体积为 50 ml）：实验室内加标回收率范围分别为 91.0%~116%和 91.9%~117%；加标回收率最终值分别为 101% $\pm$ 17.4%和 100% $\pm$ 17.2%。

六家实验室分别对 2-萘酚加标浓度为 0.10  $\mu\text{g/L}$ 、2.00  $\mu\text{g/L}$  和 100  $\mu\text{g/L}$  的地表水样品，进行了 6 次重复测定（取样体积为 50.0 ml）：实验室内加标回收率范围分别为 83.5%~114%、86.4%~121%和 94.8%~119%；加标回收率最终值分别为 95.9% $\pm$ 22.4%、100% $\pm$ 22.8%和 101% $\pm$ 18.0%。

六家实验室对 1-萘酚加标浓度为 10.0  $\mu\text{g/L}$  和 500  $\mu\text{g/L}$  的地表水样品，进行了 6 次重复测定（取样体积为 10.0 ml）：实验室内加标回收率范围分别为 87.7%~99.5%和 89.0%~103%；加标回收率最终值分别为 93.6% $\pm$ 11.0%和 97.5% $\pm$ 9.4%。

六家实验室对 2-萘酚加标浓度为 0.40  $\mu\text{g/L}$ 、10.0  $\mu\text{g/L}$  和 500  $\mu\text{g/L}$  地表水样品，进行了 6 次重复测定（取样体积为 10.0 ml）：实验室内加标回收率范围分别为 91.1%~100%、84.7%~101%和 95.6%~103%；加标回收率最终值分别为 95.0% $\pm$ 7.4%、94.1% $\pm$ 12.0%和 99.5% $\pm$ 5.0%。

六家实验室对含 1-萘酚平均浓度为 48.4  $\mu\text{g/L}$ 、45.7  $\mu\text{g/L}$  和 540  $\mu\text{g/L}$ ，加标浓度分别为 50.0  $\mu\text{g/L}$ 、50.0  $\mu\text{g/L}$  和 400  $\mu\text{g/L}$  的三种类型的工业废水样品进行了 6 次重复加标测定：加标回收率范围分别为 80.0%~101%、82.4%~116%和 90.3%~109%；加标回收率最终值分别为 91.4% $\pm$ 17.8%、98.8% $\pm$ 23.2%和 98.8% $\pm$ 13.6%。

六家实验室对含 2-萘酚平均浓度为 0.950  $\text{mg/L}$ 、2.62  $\text{mg/L}$  和 153  $\mu\text{g/L}$ ，加标浓度分别为 1.00  $\text{mg/L}$ 、5.00  $\text{mg/L}$  和 200  $\mu\text{g/L}$  的三种类型的工业废水样品进行了 6 次重复加标测定：加标回收率范围分别为 76.5%~102%、81.6%~109%和 94.0%~122%；加标回收率最终值分别为 93.1% $\pm$ 18.2%、103% $\pm$ 29.4%和 105% $\pm$ 20.1%。

方法准确度汇总数据参见附录 B。

## 11 质量保证和质量控制

11.1 每 20 个样品或每批次样品 ( $\leq 20$  个/批) 至少做一个实验室空白, 测定结果应低于方法检出限。

11.2 分析样品之前, 应建立能够覆盖样品浓度范围的至少 5 个浓度点的标准曲线, 曲线的相关系数应大于 0.999。每 20 个样品或每批次样品 ( $\leq 20$  个/批) 应测定一个标准系列中间浓度点, 其测定结果与标准曲线该点浓度的相对误差应在  $\pm 10\%$  以内。否则, 应重新建立标准曲线。

11.3 每 20 个样品或每批次样品 ( $\leq 20$  个/批) 应至少测定 1 个平行双样。平行样的相对偏差应  $\leq 25\%$ 。

11.4 每 20 个样品或每批次样品 ( $\leq 20$  个/批) 应至少测定 1 个基体加标样品。基体加标回收率应在  $70\% \sim 130\%$  之间。

## 12 废物处理

实验中产生的废液应分类收集, 统一保管, 并做好相应标识, 委托有资质的单位进行处理。

附录 A  
(资料性附录)  
方法精密度数据汇总

表 A.1 测定统一空白加标样品的精密度 (取样体积 50.0 ml)

目标化合物	浓度单位	加标浓度	测定浓度	实验室内相对标准偏差范围 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 $r$	再现性限 $R$
1-萘酚	μg/L	2.00	1.93	1.6~5.9	9.2	0.2	0.6
	μg/L	100	102	0.7~7.0	9.2	8.9	28
	mg/L	1.00	1.02	0.7~6.2	3.2	0.089	0.13
2-萘酚	μg/L	2.00	1.96	1.9~4.1	5.1	0.18	0.33
	μg/L	100	94.2	0.7~8.5	7.6	10	23
	mg/L	1.00	1.02	0.8~6.1	5.5	0.088	0.18

表 A.2 测定统一空白加标样品的精密度 (取样体积 10.0 ml)

目标化合物	浓度单位	加标浓度	测定浓度	实验室内相对标准偏差范围 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 $r$	再现性限 $R$
1-萘酚	μg/L	10.0	9.4	0.7~9.4	10	2	3
	μg/L	500	475	0.5~8.9	5.3	54	89
	mg/L	9.00	8.42	0.6~3.4	6.9	0.41	1.7
2-萘酚	μg/L	10.0	9.6	1.4~15	8.5	2	3
	μg/L	500	480	0.4~7.1	3.1	43	60
	mg/L	9.00	8.52	0.5~5.1	7.4	0.52	1.8

表 A.3 测定工业废水样品的精密度

目标化合物	样品类型	取样体积 (ml)	浓度单位	测定浓度	实验室内相对标准偏差范围 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)
1-萘酚	废水 1#	50.0	μg/L	48.4	1.8~11	22
	废水 2#	10.0	μg/L	45.7	1.5~5.5	19
	废水 3#	50.0	mg/L	0.541	1.2~4.3	11
2-萘酚	废水 1#	50.0	mg/L	0.950	0.6~2.4	8.0
	废水 2#	10.0	mg/L	2.52	0.9~5.6	10
	废水 3#	50.0	μg/L	153	0.7~8.1	15

附录 B  
(资料性附录)  
方法准确度数据汇总

表 B.1 测定统一空白加标样品的准确度 (取样体积 10.0 ml)

目标化合物	浓度单位	加标浓度	测定浓度	$\overline{RE}$ (%)	$S_{\overline{RE}}$ (%)	相对误差范围 (%)	相对误差最终值 (%)
1-萘酚	μg/L	10.0	9.4	-5.5	9.3	-14~11	-5.5±19
	μg/L	500	475	-4.9	5.0	-12~2.0	-4.9±10
	mg/L	9.00	8.42	-6.5	6.5	-17~0.1	-6.5±13
2-萘酚	μg/L	10.0	9.6	-4.3	8.0	-12~6.0	-4.3±16
	μg/L	500	480	-4.1	3.0	-8.6~-1.0	-4.1±6.0
	mg/L	9.00	8.52	-5.3	7.0	-18~2.0	-5.3±14

表 B.2 测定统一空白加标样品的准确度 (取样体积 50.0 ml)

目标化合物	浓度单位	加标浓度	测定浓度	$\overline{RE}$ (%)	$S_{\overline{RE}}$ (%)	相对误差范围 (%)	相对误差最终值 (%)
1-萘酚	μg/L	2.00	1.93	-3.4	8.8	-13~11	-3.4±18
	μg/L	100	102	2.0	9.3	-3.0~21	2.0±19
	mg/L	1.00	1.02	1.6	3.3	-2.9~4.0	1.6±6.6
2-萘酚	μg/L	2.00	1.96	-2.2	5.0	-7.0~7.0	-2.2±10
	μg/L	100	94.2	-5.8	7.2	-20~0.8	-5.8±15
	mg/L	1.00	1.02	1.9	5.6	-7.5~8.0	1.9±11

表 B.3 测定地表水样品的准确度 (取样体积 10.0 ml)

目标化合物	检测波长 (nm)	样品浓度 (μg/L)	加标浓度 (μg/L)	实测浓度 (μg/L)	加标回收率范围 (%)	$\overline{P}$ (%)	$S_{\overline{P}}$ (%)	加标回收率最终值 (%)
1-萘酚	425	ND	10.0	9.36	87.7~99.5	93.6	5.5	93.6±11.0
	425	ND	500	488	89.0~103	97.5	4.7	97.5±9.4
2-萘酚	360	ND	0.40	0.38	91.1~100	95.0	3.7	95.0±7.4
	425	ND	10.0	9.41	84.7~101	94.1	6.0	94.1±12.0
	425	ND	500	499	95.6~103	99.8	2.5	99.8±5.0

注：ND 表示未检出。

表 B.4 测定地表水样品的准确度 (取样体积 50.0 ml)

目标化合物	检测波长 (nm)	样品浓度 (µg/L)	加标浓度 (µg/L)	实测浓度 (µg/L)	加标回收率范围 (%)	$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	加标回收率最终值 (%)
1-萘酚	425	ND	2.00	2.02	91.0~116	101	8.7	101±17.4
	425	ND	100	100	91.9~117	100	8.6	100±17.2
2-萘酚	360	ND	0.10	0.10	83.5~114	95.9	11.2	95.9±22.4
	425	ND	2.00	2.00	86.4~121	100	11.4	100±22.8
	425	ND	100	101	94.8~119	101	9.0	101±18.0

注：ND 表示未检出。

表 B.5 测定工业废水的准确度

样品类型	目标化合物	浓度单位	样品浓度	加标浓度	测定浓度	加标回收率范围 (%)	$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$ (%)	加标回收率最终值 (%)
废水 1# 取样体积 50.0 ml	1-萘酚	µg/L	48.4	50.0	94.1	80.0~101	91.4	8.9	91.4±17.8
	2-萘酚	mg/L	0.950	1.00	1.88	76.5~102	93.1	9.1	93.1±18.2
废水 2# 取样体积 10.0 ml	1-萘酚	µg/L	45.7	50.0	95.1	82.4~116	98.8	11.6	98.8±23.2
	2-萘酚	mg/L	2.62	5.00	7.79	81.6~109	103	14.7	103±29.4
废水 3# 取样体积 50.0 ml	1-萘酚	µg/L	540	400	935	90.3~109	98.8	6.8	98.8±13.6
	2-萘酚	µg/L	153	200	363	94.0~122	105	10.1	105±20.1