

附件 15

《固体废物 苯系物的测定 顶空/气相色谱-质谱法（征求意见稿）》  
编制说明

《固体废物 苯系物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》

标准编制组

二〇一七年九月



项目名称：固体废物 苯系物的测定 顶空/气相色谱-质谱法

项目统一编号：1086

承担单位：鞍山市环境监测中心站

编制组主要成员：于亮、钟岩、田靖、丁岚

标准所技术管理负责人：朱静

环境监测司项目负责人：张宗祥



# 目 录

1	项目背景.....	1
1.1	任务来源.....	1
1.2	工作过程.....	1
2	标准制订的必要性分析.....	2
2.1	固体废物中苯系物的环境危害.....	2
2.2	相关环保标准和环保工作的需要.....	4
2.3	现行环境监测分析方法标准的实施情况.....	4
3	国内外相关分析方法研究.....	5
3.1	主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究.....	5
3.2	国内相关分析方法研究.....	10
3.3	本方法参照标准.....	13
4	标准制订的基本原则和技术路线.....	14
4.1	标准制订的基本原则.....	14
4.2	标准制订的技术路线.....	14
5	方法研究报告.....	15
5.1	方法研究的目标.....	15
5.2	方法适用范围.....	15
5.3	规范性引用文件.....	15
5.4	方法原理.....	15
5.5	试剂和材料.....	15
5.6	仪器和设备.....	16
5.7	样品.....	16
5.8	分析步骤.....	18
5.9	结果计算与表示.....	23
5.10	检出限和测定下限.....	23
5.11	精密度和准确度.....	25
5.12	质量保证和质量控制.....	37
6	方法验证.....	38
6.1	方法验证方案.....	38
6.2	方法验证过程.....	42
6.3	方法验证数据取舍.....	42
7	与开题报告的差异说明.....	42
8	标准实施建议.....	42
9	标准征求意见稿技术审查情况.....	42
10	参考文献.....	47
附 1	方法验证报告.....	48



# 《固体废物 苯系物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》

## 编制说明

### 1 项目背景

#### 1.1 任务来源

《固体废物 挥发性芳香烃的测定 封闭系统顶空或热脱附/气相色谱-质谱法》标准制（修）订项目列入环境保护部 2007 年度计划，下达计划的文件号为环办函〔2007〕544 号，由中国船舶重工集团公司第七一八研究所承担本标准的制订工作，方法名称确定为《固体废物 挥发性芳香烃的测定 热脱附/气相色谱-质谱法》，项目编号为 1086。2015 年，中国船舶重工集团公司第七一八研究所申请变更标准制修订承担单位，2015 年 7 月 3 日环境保护部科技标准司下达《关于同意变更国家环境保护标准项目承担单位并加快推进标准制修订工作的函》（环科函〔2015〕53 号），正式将此制修订项目移交给鞍山市环境监测中心站，项目编号为 1086。2015 年 11 月，环境保护部科技标准司组织召开了开题论证会，论证委员会提出将《固体废物 挥发性芳香烃的测定 热脱附/气相色谱-质谱法》改为《固体废物 苯系物的测定 顶空-气相色谱法》和《固体废物 苯系物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》两个标准方法。

#### 1.2 工作过程

##### 1.2.1 成立标准编制组

2015年4月，鞍山市环境监测中心站接到《固体废物 挥发性芳香烃的测定 封闭系统顶空或热脱附/气相色谱法》标准制（修）订项目任务后，立即成立了标准编制组。

##### 1.2.2 查询国内外相关标准和资料调研

2015年4月～2015年7月，标准编制组根据《国家环境保护标准制修订工作管理办法》（2006年，第41号公告）和《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）的相关规定，查询和收集国内外相关标准和文献资料。

##### 1.2.3 编制开题报告和标准文本初稿

2015年7月～2015年9月，编制标准开题报告和标准文本初稿。

##### 1.2.4 召开开题论证会

2015年11月，由环境保护部科技标准司在北京组织召开了开题论证会，论证委员会通过了该标准的开题论证。提出了具体修改意见和建议：

（1）将标准的名称改为《固体废物 苯系物的测定 顶空-气相色谱法》和《固体废物

苯系物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》;

(2) 完善本标准制定的必要性, 注意与已发布相关标准的衔接; 细化相关分析方法的内容; 完善加标回收率方法实验; 在项目背景中阐述清楚任务来源及标准名称变更情况; 在气相色谱法中开展干扰和消除实验;

(3) 验证方案选取有代表性的两个不同浓度的实际样品做精密度和准确度验证;

(4) 按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010) 和《国家环境污染物监测方法标准制修订工作暂行要求》(环科函〔2009〕10号) 的要求开展实验、验证工作。

### 1.2.5 开展实验工作和编制标准文本

2015年11月~2016年3月, 编制组对方法的前处理条件、仪器条件和方法准确度、精密度和检出限的确定进行了大量的试验工作, 并重新编写了方法的标准文本。

### 1.2.6 方法验证和编制标准征求意见稿及编制说明

2016年4月~9月, 组织了6家有资质的实验室进行方法验证工作, 六家实验室都具备了分析固体废物中苯系物的仪器设备和相应的前处理设备。于2016年10月底收回了全部的验证报告, 2016年10月, 进行了数据的汇总和数据的处理分析工作, 并编写完成了《固体废物 苯系物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》方法验证报告。之后编写了《固体废物 苯系物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》的标准征求意见稿及编制说明。

### 1.2.7 召开标准征求意见稿技术审查会

2017年1月, 由环境保护部环境监测司在北京组织召开了标准征求意见稿技术审查会, 专家组通过对本标准征求意见稿的技术审查, 建议按以下意见修改完成后, 公开征求意见:

- (1) 增加全程序空白样品的采集, 制备及质量控制相关内容;
- (2) 编制说明中补充实验室内高浓度固体废物样品的实验数据。
- (3) 可选用一种化合物作为替代物。

## 2 标准制订的必要性分析

### 2.1 固体废物中苯系物的环境危害

#### 2.1.1 固体废物的概念

2005年4月1日开始实施的《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》中对固体废物的定义: 固体废物, 是指在生产、生活和其他活动中产生的丧失原有利用价值或者虽未丧失利用价值但被抛弃或者放弃的固态、半固态和置于容器中的气态的物品、物质以及法律、行政



法规规定纳入固体废物管理的物品、物质。危险废物是指列入国家危险废物名录或者根据国家规定的危险废物鉴别标准和鉴别方法认定的具有危险性的固体废物。含有放射性、毒性、腐蚀性和致病性的固体废物称为危险废物。

《危险废物鉴别标准 通则》(GB 5085.7-2007)中指出,固体废物 (solid waste) 是指在生产、生活和其它活动中产生的丧失原有利用价值或者虽未丧失利用价值但被抛弃或放弃的固态、半固态和置于容器中的气态的物品、物质以及法律、行政法规规定纳入固体废物管理的物品、物质。

《工业固体废物采样制样技术规范》(HJ/T 20-1998)中指出,工业固体废物是指在工业、交通等生产活动中产生的固体废物。

美国《资源保护和回收法》(RCRA)的1004(27)条款中定义固体废物如下:任何来自废水处理厂、水供给处理厂或者污染大气控制设施产生的垃圾、废渣、污泥,以及来自工业、商业、矿业和农业生产以及团体活动产生的其它丢弃的物质,包括固态、液态、半固态或装在容器内的气态物质。

### 2.1.2 苯系物的概念

苯系物,苯及衍生物的总称,狭义上包括苯、甲苯、乙苯、二甲苯四类苯系物在内的在人类生产生活中环境中有一定分布并对人类造成危害的含苯环化合物,广义上的苯系物包括全部芳香族化合物,完全意义上的苯系物绝对数量可高达千万种以上,其中主要包括苯、甲苯、乙苯、二甲苯、三甲苯、苯乙烯、苯酚、苯胺、氯苯、硝基苯等。本标准中研究的固体废物中9种苯系物包括:苯、甲苯、乙苯、对-二甲苯、间-二甲苯、邻-二甲苯、正丙苯、异丙苯、苯乙烯,这9种苯系物是众多苯系物中最具代表性的物质。9种苯系物名称及理化性质见表2-1。

表 2-1 固体废物中苯系物名录

序号	化合物名称	分子式	分子量	熔点(℃)	沸点(℃)	外观与性状
1	苯	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	78.11	5.51	80.1	无色透明,不溶于水,有芳香气味。
2	甲苯	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub>	92.14	-95	110.8	无色易挥发的液体,有芳香气味。
3	乙苯	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	106.2	-94.9	136.2	无色液体,有芳香气味。
4	对-二甲苯	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	106.2	13.2	138.5	无色透明液体,有芳香气味。
5	间-二甲苯	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	106.2	-47.9	139.3	有芳香气味。
6	异丙苯	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub>	120.19	-96	152.4	无色液体,不溶于水,有芳香气味。

7	邻二甲苯	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	106.2	-25.5	144.4	无色透明液体，有类似甲苯的气味。
8	正丙苯	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub>	120.19	-99	159	无色液体，微溶于水，有芳香气味。
9	苯乙烯	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub>	104.14	-30.6	145.2	无色透明油状液体，不溶于水，有芳香气味。

### 2.1.3 环境危害

苯系物的来源广泛，比如工业生产、汽车尾气、建筑装修材料中有机溶剂、油漆的添加剂、日常生活中常见的胶黏剂、办公设备、人造板家具等。由于生产及生活污染，苯系物可在人类居住和生存环境中广泛检出。

苯系物有较强的挥发性，具有神经毒性（引起神经衰弱、头痛、失眠、眩晕、下肢疲惫等症状）和遗传毒性（破坏 DNA），并对人体的血液、生殖系统具有较强危害。此外，苯系物还能引起城市的光化学烟雾，产生二次污染，对人类健康危害更大。

## 2.2 相关环保标准和环保工作的需要

随着化学工业和石油工业的快速发展，产生的固体废物种类越来越多，数量越来越大，固体废物中的苯系物将通过与食品接触、直接挥发、填埋转化等途径进入大气、水体和土壤中，对人类健康和环境造成潜在危害。如何判断排放的固体废物中是否含有苯系物，其含量是多少，就必须建立固体废物中苯系物的标准分析方法。

目前，国内现行的涉及固体废物中苯系物的标准有《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》（GB 5085.3-2007）和《危险废物鉴别标准 毒性物质含量鉴别》（GB 5085.6-2007），具体限值见表 2-2 和表 2-3。

表2-2 《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》（GB 5085.3-2007）

序号	化合物名称	浸出液中危害成分浓度限值（mg/L）
1	苯	1
2	甲苯	1
3	乙苯	4
4	二甲苯	4

表2-3 《危险废物鉴别标准 毒性物质含量鉴别》（GB 5085.6-2007）

序号	标准名称	化合物名称	固体废物是危险废物
1	附录B有毒物质名录（143种）	苯乙烯	一种或一种以上有毒物质的总含量 ≥ 3%
2	附录C致癌性物质名录（63种）	苯	一种或一种以上致癌性物质的总含量 ≥ 0.1%

## 2.3 现行环境监测分析方法标准的实施情况

在国内现行的监测分析方法中，有《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》（GB 5085.3-2007）附录 O “固体废物 挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法”；《危险废物鉴别

标准 浸出毒性鉴别》(GB 5085.3-2007 )附录 P“固体废物 芳香烃及含卤挥发物的测定 气相色谱法”;《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》(GB 5085.3-2007 )附录 Q“固体废物 挥发性有机物的测定 平衡顶空法”;在国内现行的环境保护标准中,已经有《土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法》(HJ 605-2011),《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 643-2013),《土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 642-2013),《土壤和沉积物 挥发性芳香烃的测定 顶空/气相色谱法》(HJ 742-2015),《土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱法》(HJ 741-2015),而尚未制定固体废物中苯系物的监测分析方法。

### 3 国内外相关分析方法研究

#### 3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究

对于环境基质中苯系物的分析通常采用液上分析(HS)、吹扫-捕集、洗涤和提取。美国 EPA 5000 系列列出多种样品前处理方法,主要有:溶剂萃取并直接进样(高含量样品)、顶空分析(EPA 5021A)、吹扫捕集(EPA 5030B)、密闭系统吹扫捕集(EPA 5035)。但大量研究报道表明,对固体废物采用洗涤和提取手段,其样品回收率并不高,而且手工操作易造成有机溶剂的消耗,同时也易导致待测固体废物中苯系物的损失。针对上述问题,自动样品处理的顶空技术被应用到苯系物的分析中,自动操作可避免样品转移过程中待测物的损失,同时也大大降低了有机溶剂的消耗。其中 EPA 5021A 为顶空制备(GC 或 GC/MS)测定土壤或沉积物、固体废物中挥发性有机物。EPA 5035 采用封闭系统吹扫捕集(GC 或 GC/MS)测定土壤、沉积物和固体废物中挥发性有机物。

EPA 8000系列列出了测定方法,其中EPA 8015为气相色谱法测定挥发性及半挥发性非卤代烃有机化合物。EPA 8260为用气相色谱或气相色谱/质谱联机方法测定挥发性有机物。

表3-1为本方法所参照的EPA方法简介。

表3-1 国外相关分析方法介绍

序号	方法名称	方法简介
1	EPA 5021	测定土壤和其它固体基质中挥发性有机物的顶空前处理方法。
2	EPA 8260B	气相色谱-质谱法测定108种挥发性有机物。(进样方式包括直接进样、顶空、吹扫捕集和真空蒸馏。)
3	EPA 8260C	气相色谱-质谱法测定111种挥发性有机物。(进样方式包括直接进样、顶空、吹扫捕集和真空蒸馏。)
4	EPA 8021B	气相色谱法测定固体废弃物中挥发性有机物。(检测器为光离子化检测器或电导检测器。)

5	EPA 8015D	气相色谱法测定挥发性及半挥发性非卤代烃有机化合物。
---	-----------	---------------------------

(1) EPA 5021方法主要内容

适用范围：该方法是顶空前处理方法，适用于土壤、沉积物及固体废物中挥发性有机物的气相色谱法或气相色谱-质谱法，方法列出了58种化合物，其它苯系物经验证也适用于本方法。当采用EPA 8260方法分析时，检出限范围为0.1~3.4 μg/kg，检测浓度范围为10~200 μg/kg。

样品采集和制备：方法规定测定样品为鲜样，每个监测点位采集3~4个平行样品，每个样品量为2.0 g，另外采集一瓶样品用于水分测定和高含量样品测定（如果需要）。

EPA 5021 方法中规定了一是现场加入饱和氯化钠溶液、内标及替代物，二是采集样品后实验室加饱和氯化钠溶液、内标和替代物两种采样方法。

样品保存：样品在分析之前在4℃条件下保存，样品保存时间为14 d。

样品水分测定：方法规定从测定水分的采用瓶中取出5~10 g样品，在105℃下恒重，计算样品干重量。

高含量样品制备：方法规定如果采集的样品超出检测范围，需要进行高含量样品制备。制备方法从用于测定高浓度的样品瓶中称取2.0 g样品于22 ml顶空瓶中，加入10 ml甲醇，在室温下振荡10 min，移取2 ml上清液至样品瓶中密封。从样品瓶中移取10 μl加入至事先装有10 ml饱和氯化钠溶液的顶空瓶中，然后加入内标和替代物，待测。

EPA 5021方法中规定样品分析方法：采用EPA 8260B（GC/MS）、EPA 8015（GC/FID）和EPA 8021（GC/PIDELCD）。

(2) EPA 8260B方法主要内容

适用范围：该方法适用于各种样品中沸点在200℃以下大部分挥发性有机物的测定。适合于以吹扫捕集为前处理方法的EPA 5030和5035、用正己烷稀释后直接进样的EPA 3585、以顶空为前处理方法的EPA 5021。EPA 8260B方法列出了108种化合物，其中7种是内标或替代物，适合于顶空分析的挥发性有机物为47种，其中苯系物除正丙苯未提到，其余8种都有介绍。

内标和替代物：内标推荐使用氟苯、氯苯-d<sub>5</sub>和1,4-二氯苯-d<sub>4</sub>，三种。替代物推荐使用1,2-二氯乙烷-d<sub>4</sub>、4-溴氟苯、甲苯-d<sub>8</sub>和二溴氟甲烷四种。也可使用其它化合物代替。标准溶液贮存条件为在甲醇中零下10℃以下保存。

色谱柱：美国EPA 8260B方法提供了4种色谱柱，第一种柱：60 m × 0.75 mm × 1.5 μm，

VOCOL；第二种柱：30-75 m × 0.53 mm × 3.0 μm，DB-624、Rt<sub>x</sub>-502.2或VOCOL；第三种柱：30 m × 0.25- 0.32 mm × 1.0 μm，DB-5、Rt<sub>x</sub>-5、SPB-5或等效柱型；第四种柱：60 m × 0.32 mm × 1.8 μm，DB-624或等效柱型。

仪器扫描范围：35~300 amu。

性能检验：在分析样品前，必须对质谱进行调谐。直接导入 5~50 ng 的 4-溴氟苯（BFB）于 GC 中，得到的 BFB 质谱在扣除背景后，其 m/z 应满足表 3-2 的要求，否则要重新调谐质谱仪直至符合要求。

表3-2 苯系物测定方法的BFB标准

质荷比 (m/z)	相对丰度指标
50	质量 95 的 15%~40%
75	质量 95 的 30%~60%
95	基峰，100%相对丰度
96	质量 95 的 5%~9%
173	小于质量 174 的 2%
174	大于质量 95 的 50%
175	质量 174 的 5%~9%
176	质量 174 的 95%~101%
177	质量 176 的 5%~9%

色谱条件：进样口温度 200~225 °C；质谱接口温度 250~300 °C；载气流量 1.5 ml/min；程序升温条件为 35 °C (2 min)  $\xrightarrow{4\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  50 °C  $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  220 °C 直至所有色谱峰流出。分流比为 100: 1。

初始校准：质量范围 35~260 amu；扫描时间 0.6~2 sec/scan。初始校准首先应满足表 3-2 的指标要求。

系统性能检查化合物（SPCCs）：SPCC 用于校正后和样品分析前对系统性能检查。普遍认为这类化合物对活性点和仪器污染敏感。氯甲烷、1,1 二氯乙烷及溴仿的相对响应因子 RRF 值不应小于 0.10，氯苯及 1,1,2,2-四氯乙烷 RRF 值不应小于 0.30。

校正检查化合物（CCCs）：在系统性能检查后，应进行校正检查。要求一条至少 5 点的曲线。为了呈现校准曲线的线性，所有目标化合物的相对响应因子的相对标准偏差必须小于等于 15%。如果超过 15%，必须用其它合适的曲线代替平均相对响应因子。设计了 6 种校准检查化合物（CCC）：氯乙烯、1,1 二氯乙烯、氯仿、乙苯、甲苯以及 1,2-二氯丙烷，其 RRF 的相对标准偏差（RSD）应小于等于 30%，否则仪器需要维护。

GC/MS 每 12 小时的校正确认：GC/MS 的性能必须每 12 小时重新评定一次。最重要的要求如下：

A. BFB 调谐必须重新检查，并通过最初的调谐要求；分析一个接近校准曲线中间点的样品，以确认：每个 SPCC 都符合其最小的相对响应因子；

B. 每个校准检查化合物的百分比偏差（当前与起始的响应）必须小于 20%；每个内标的保留时间漂移不能超过 30 秒，面积相比不能改变 2 倍以上。必须运行方法空白，以证明没有交叉污染或系统污染。

内标化合物保留时间：内标化合物的保留时间变化不能超过 30 s。

内标化合物响应值：内标化合物的选择离子响应值与初始校准曲线中间点响应值相比，变化范围不能超过 -50%~100%。

样品分析：首先使用 BFB 进行调谐，所有样品和标准溶液在分析之前必须达到室温，设置仪器条件进行测定。样品需要备份，以备将来分析，直至得到确定的结果。高含量样品应进行稀释。采用吹扫捕集前处理方法进行样品测定。

定性分析：采用保留时间和质谱图比较。用扣除背景后的实际样品质谱图与扣除背景后的校准确认样品质谱图比较。校准确认样品质谱图中特征离子在样品质谱图中要存在，并且实际样品目标化合物质谱图中特征离子的相对丰度变化要在校准确认样品质谱图特征离子丰度的±30%之内。（特征离子指三个相对丰度最大的离子，若校准确认样品质谱图中没有三个这样的离子时，则指相对丰度超过 30%的所有离子）。

样品中目标化合物的相对保留时间（RRT）与相关的内标化合物的相对保留时间（RRT）在±0.06 RRT 单位内。

定量分析：目标化合物经定性鉴别后，根据定量离子的峰面积，用内标法计算。当样品中目标化合物的定量离子有干扰时，允许使用辅助离子定量。采用与目标化合物保留时间最接近的内标物进行定量。响应因子的相对标准偏差（RSD）低于 15%，使用平均响应因子（ $\overline{RRF}$ ）进行定量。

质量控制：每个实验室应建立质量保证程序，实验室应保留实验数据产生的原始记录。质谱 BFB 调谐应满足表 3-2 的要求。

### （3）EPA 8260C方法主要内容

方法8260C叙述了采用不同的样品前处理和样品导入方法，用于分析沸点在200℃以下大部分VOC的定量分析，列出了111种化合物，其中7种是内标或代用品。适合于顶空分析的挥发性有机物为52种，其中苯系物除正丙苯未提到，其余8种都有介绍。

内标和替代物：推荐使用氟苯、氯苯-d<sub>5</sub>和 1,4-二氯苯-d<sub>4</sub>作为内标，1,2-二氯乙烷-d<sub>4</sub>、

4-溴氟苯和甲苯-d<sub>8</sub> 作为替代物。也可使用其它化合物代替。标准溶液贮存条件为避光 6 °C 以下保存或参照制造商推荐。

使用自动进样器自动稀释制备校准曲线时，替代物浓度值相同时，用平均响应因子计算。

色谱柱：美国EPA方法8260C提供了5种色谱柱，第一种柱：60 m × 0.32 mm × 1.5 μm，RTX-Volatiles；第二种柱：30-75 m × 0.53 mm × 3.0 μm，DB-624、Rt<sub>x</sub>-502.2或VOCOL；第三种柱：30 m × 0.25- 0.32 mm × 1.0 μm，DB-5、Rt<sub>x</sub>-5、SPB-5或等效柱型；第四种柱：60 m × 0.32 mm × 1.8 μm，Agilent-VOC或等效柱型；第五种柱：20 m × 0.18 mm × 1.0 μm，DB-VRX。

色谱条件：进样口温度 200~275 °C；质谱接口温度 200~300 °C；载气流量 1.0 ml/min。

调谐要求：在分析样品前，必须对质谱进行调谐，具体规定同 8260B。扫描范围建议 35~270 m/z。

取消了系统性能检查化合物，推荐了部分化合物的最小响应因子。

校正要求：方法 8260 要求一条至少 5 点的曲线。若目标化合物 RRF 的 RSD 小于等于 20%，可以用平均响应因子来定量；若目标化合物 RRF 的 RSD 超过 20%，则此目标化合物需用线性或非线性拟合曲线进行校准，其相关系数应大于等于 0.99。若 10%以上的目标化合物 RRF 的 RSD 超过 20%并且其相关系数小于 0.99，需调整水分控制参数，更换捕集管或色谱柱，然后重新分析校准曲线。

若小于 10%的目标化合物 RRF 的 RSD 超过 20%并且其相关系数小于 0.99，这些化合物值应为估计值。

GC/MS 每 12 小时位移的校正确认：PT/GC/MS 的性能必须每 12 小时重新评定一次。最重要的要求如下：

A、BFB 调谐必须重新检查，并通过最初的调谐要求。

B、必须用 PT 导入分析一个接近校准曲线中间点的样品，以确认：每个目标化合物都符合其最小的相对响应因子。80%以上的化合物的百分比偏差（当前与起始的响应）必须小于 20%。每个内标的保留时间与初始校准曲线中间点内标的漂移不能超过 10 秒，面积与起始校准曲线中间点相比不能改变 2 倍以上（50%~200%）。必须运行方法空白，以证明没有交叉污染或系统污染。

#### （4）EPA 8021B 方法主要内容

方法 EPA 8021B 应用于各种固体废弃物中挥发性有机物的测定。可以测定 70 种化合物，其中适用于顶空分析方法的化合物有 55 种，其中苯系物除正丙苯未提到，其余 8 种都有介绍。采用吹扫捕集前处理，方法检出限为 0.1~200 μg/L。土壤、沉积物和固体废弃物分析

方法的评价定量限分别为 1 µg/kg、0.1 mg/kg。EPA 8021B 前处理方法为 EPA 3585 直接进样、EPA 5030/5035 吹扫捕集、EPA 5021 顶空、EPA 5032 真空蒸馏。采用的检测器有光离子化检测器 (PID) 或电导检测器 (HECD)。采用保留时间定性, 内标法定量。

色谱柱: 60 m × 0.75 mm × 1.5 µm 及 60 m × 0.53 mm × 3.0 µm SPB-624 (Supelco)。

色谱条件: 载气 (He) 流速: 6 ml/min; 程序升温条件为 10 °C (8 min)  $\xrightarrow{4\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  180 °C 直至所有色谱峰流出。

### (5) EPA 8015D 方法主要内容

方法 EPA 8015D 应用于挥发性和半挥发性非卤代化合物的测定。可以测定 34 化合物, 其中适用于顶空分析方法的化合物有 21 种, 其中苯系物除正丙苯和苯乙烯未提到, 其余 7 种都有介绍。该方法适合的前处理方法为 EPA 5030/5035 吹扫捕集、EPA 5021 顶空、EPA 5032 真空蒸馏、EPA 5031 共沸蒸馏、液体样品直接进样及 EPA 3500 系列。采用的检测器为火焰离子化检测器 (FID)。采用保留时间定性, 内标法定量。

色谱柱: 美国 EPA8015D 提供了 5 种色谱柱, 柱 1: 8 英尺 × 0.1 英寸不锈钢或玻璃填充柱, 固定液 SP-1000 载体 Carboapak-B 60/80 目或等效柱; 柱 2: 6 英尺 × 0.1 英寸不锈钢或玻璃填充柱, 固定液 n-octane 载体 Porasil-C 100/120 目或等效柱; 柱 3: 30 m × 0.53 mm × 1 µm 毛细柱, DB-Wax 或等效柱; 柱 4: 30 m × 0.53 mm × 1.5 µm DB-5, SPB-5, RTx 或等效柱; 柱 5: 30 m × 0.53 mm × 1 µm 毛细柱, HP Basic Wax 或等效柱 (分析三乙胺)。

色谱条件: 推荐了六种程序升温条件。1: 45 °C (3 min)  $\xrightarrow{8\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  220 °C (15 min); 2: 50 °C (3 min)  $\xrightarrow{6\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  170 °C (4 min); 3: 45 °C (4 min)  $\xrightarrow{12\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  220 °C (3 min); 4: 45 °C (3 min)  $\xrightarrow{12\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  275 °C (12 min); 5: 45 °C (1 min)  $\xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  100 °C (3 min)  $\xrightarrow{8\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  275 °C (5 min); 6: 110 °C  $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  1750 °C (3 min)。

## 3. 2 国内相关分析方法研究

国内与固体废物中苯系物测定相关的的分析方法见表 3-3:

表3-3 国内相关分析方法介绍

序号	方法名称	方法简介
1	《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》(GB 5085.3-2007) 附录 O	气相色谱-质谱测定固体废物中挥发性有机物的方法。
2	《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》(GB 5085.3-2007) 附录 P	气相色谱测定固体废物中挥发性芳香烃及卤代烃的方法。



序号	方法名称	方法简介
3	《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》(GB 5085.3-2007) 附录 Q	测定固体废物中挥发性有机物的平衡顶空法。
4	《固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法》(HJ/T 300-2007)	本方法规定了浸出毒性浸出方法, 浸提剂为醋酸缓冲溶液。
5	《固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法》(HJ/T 299-2007)	本方法规定了浸出毒性浸出方法, 浸提剂为水。
6	《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 643-2013)	顶空/气相色谱-质谱测定固体废物及其浸出液中挥发性有机物的方法。
7	《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空-气相色谱法》(HJ 760-2015)	顶空-气相色谱测定固体废物及其浸出液中挥发性有机物的方法。

(1) 《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》(GB 5085.3-2007) 附录 O: “固体废物挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法”使用顶空前处理或吹扫捕集前处理, 毛细柱/GC/MS 分析目标化合物。本方法适用于固体废物中几乎所有苯系物的测定, 废弃物样品检出限为 0.5 mg/kg。

(2) 《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》(GB 5085.3-2007) 附录 P: “固体废物芳香烃及含卤挥发物的测定 气相色谱法”采用顶空或直接进样法前处理, 毛细柱/GC/(PID) 或 (HECD) 法分析目标化合物。本方法适用于固体废物中几乎所有苯系物的测定, 对于固体废物的定量极限评估值为 0.1 mg/kg。

(3) 《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》(GB 5085.3-2007) 附录 Q: “固体废物挥发性有机物的测定 平衡顶空法”采用自动顶空前处理方法处理样品。本方法适用于固体废物中挥发性有机物的气相色谱法或气相色谱-质谱法, 方法列出了 58 中化合物, 检测浓度范围为 10~200  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

(4) 《固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法》(HJ/T 300-2007), 规定了浸出毒性浸出方法, 浸提剂为冰醋酸-氢氧化钠溶液。

原理: 该方法以醋酸缓冲溶液为浸提剂, 模拟工业废物在进入卫生填埋场后, 其中的有害组分在填埋场渗滤液的影响下, 从废物中浸出的过程。

挥发性有机物的浸出步骤:

将样品冷却至 4℃, 称取干基质量为 20~25 g 的样品, 快速转入零顶空提取器 (ZHE)。安装好 ZHE, 缓慢加压以排除顶空。

样品含有初始液相时, 将浸出液采集装置与 ZHE 连接, 缓慢升压至不再有滤液流出, 收集初始液相, 冷藏保存。

如果样品中干固体百分率小于 5%，所得到的初始液相即为浸出液，直接进行分析；干固体百分率大于或等于总样品量 5%的，继续进行以下浸出步骤，并将所得到的浸出液与初始液相混合后进行分析。

根据样品的含水率，按液固比为20:1 (L/kg)计算出所需浸提剂的体积。

将 ZHE 固定在翻转式振荡装置上，调节转速为  $30\pm 2$  r/min，于  $23\pm 2$  °C 下振荡  $18\pm 2$  h。振荡停止后取下 ZHE，检查装置是否漏气（如果 ZHE 装置漏气，应重新取样进行浸出），用收集有初始液相的同一个浸出液采集装置收集浸出液，冷藏保存待分析。样品从野外采集到浸出最大保留时间 14 d，从预处理到定量分析最大保留时间 14 d。

（5）《固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法》（HJ/T 299-2007）规定了浸出毒性浸出方法，浸提剂为蒸馏水。

原理：方法以硝酸/硫酸混合溶液（或水）为浸提剂，模拟废物在不规范填埋处置、堆存、或经无害化处理后废物的土地利用时，其中的有害组分在酸性降水的影响下，从废物中浸出而进入环境的过程。

挥发性有机物的浸出步骤：

将样品冷却至 4°C，称取干基质量为 40~50 g 的样品，快速转入 ZHE。安装好 ZHE，缓慢加压以排除顶空。

样品含有初始液相时，将浸出液采集装置与 ZHE 连接，缓慢升压至不再有滤液流出，收集初始液相，冷藏保存。

如果样品中干固体百分率小于或等于 9%，所得到的初始液相即为浸出液，直接进行分析；干固体百分率大于总样品量 9%的，继续进行以下浸出步骤，并将所得到的浸出液与初始液相混合后进行分析。

根据样品的含水率，按液固比为 10:1 (L/kg) 计算出所需浸提剂的体积。

将 ZHE 固定在翻转式振荡装置上，调节转速为  $30\pm 2$  r/min，于  $23\pm 2$  °C 下振荡  $18\pm 2$  h。振荡停止后取下 ZHE，检查装置是否漏气（如果 ZHE 装置漏气，应重新取样进行浸出），用收集有初始液相的同一个浸出液采集装置收集浸出液，冷藏保存待分析。样品从野外采集到浸出最大保留时间 14 d，从预处理到定量分析最大保留时间 14 d。

（6）《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》（HJ 643-2013）规定了固体废物中挥发性有机物的测定方法。

方法原理：在一定的温度条件下，顶空瓶内样品中挥发性有机物向液上空间挥发，产生蒸汽压，在气液固三相达到热力学动态平衡。气相中的挥发性有机物进入气相色谱分离后，

用质谱仪进行检测。通过与标准物质保留时间和质谱图相比较进行定性，内标法定量。

方法检出限：固体废物样品量为 2 g 时，36 种目标物的方法检出限为 0.8  $\mu\text{g}/\text{kg}$  ~4  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，测定下限为 3.2  $\mu\text{g}/\text{kg}$  ~16  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。固体废物浸出液为 10 ml 时，36 种目标物的方法检出限为 0.1  $\mu\text{g}/\text{L}$  ~0.3  $\mu\text{g}/\text{L}$ ，测定下限为 0.4  $\mu\text{g}/\text{L}$  ~1.2  $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

(7)《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空-气相色谱法》(HJ 760-2015)规定了固体废物中挥发性有机物的测定方法。

方法原理：在一定的温度条件下，顶空瓶内样品中挥发性有机物向液上空间挥发，产生蒸汽压，在气液固三相达到热力学动态平衡。气相中的挥发性有机物进入气相色谱分离后，用火焰离子化检测器进行检测。以保留时间定性，外标法定量。

方法步骤及检出限：固体废物样品量为 2 g (精确至 0.01 g) 置于顶空瓶 (22 ml) 中，迅速加入 10.0 ml 饱和氯化钠溶液，立即密封，在往复式振荡器上以 150 次/min 的频次震荡 10 min，进行测定分析。37 种目标物的方法检出限为 0.003 mg/kg ~0.04 mg/kg，测定下限为 0.012 mg/kg ~0.16 mg/kg。固体废物浸出液为 10 ml 时，37 种目标物的方法检出限为 0.6  $\mu\text{g}/\text{L}$  ~10.2  $\mu\text{g}/\text{L}$ ，测定下限为 2.4  $\mu\text{g}/\text{L}$  ~40.8  $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

### 3.3 本方法参照标准

固体废物中苯系物的测定样品采集和保存主要参照《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 643-2013)和《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空-气相色谱法》(HJ 760-2015)。顶空自动进样器前处理条件参照 EPA 5021、《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 643-2013)和《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空-气相色谱法》(HJ 760-2015)。仪器分析条件主要参照 EPA 8260B、EPA 8260C、《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 643-2013)等标准方法。

固体废物浸出液中苯系物测定主要参照《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 643-2013)、《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空-气相色谱法》(HJ 760-2015)、《固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法》(HJ/T 300-2007)和《固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法》(HJ/T 299-2007)等标准方法。

《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 643-2013)标准中采用 DB-624 色谱柱，其中间-二甲苯和对二甲苯为一对难完全分离的物质，本方法中采用 VF-WAXms 石英毛细管柱 (30 m  $\times$  0.25 mm  $\times$  0.25  $\mu\text{m}$ ) 将间-二甲苯和对二甲苯完全分离，实现分别定量。此外，参照《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 643-2013)标准中测定的物质，加入了异丙苯和正丙苯两种常见物质的测定。

## 4 标准制订的基本原则和技术路线

### 4.1 标准制订的基本原则

- (1) 方法的检出限和测定范围满足相关环保标准和环保工作的要求。
- (2) 方法准确可靠，满足各项方法特性指标的要求。
- (3) 方法具有普遍适用性，随着不断加强监测能力建设，各级监测部门仪器装备水平有了显著提高，基本上配备了气相色谱质谱和顶空仪器，方法易于推广使用。

### 4.2 标准制订的技术路线

#### 4.2.1 技术路线图

固体废物中苯系物分析方法技术路线涉及前处理和检测分析，技术路线见图 4-1。

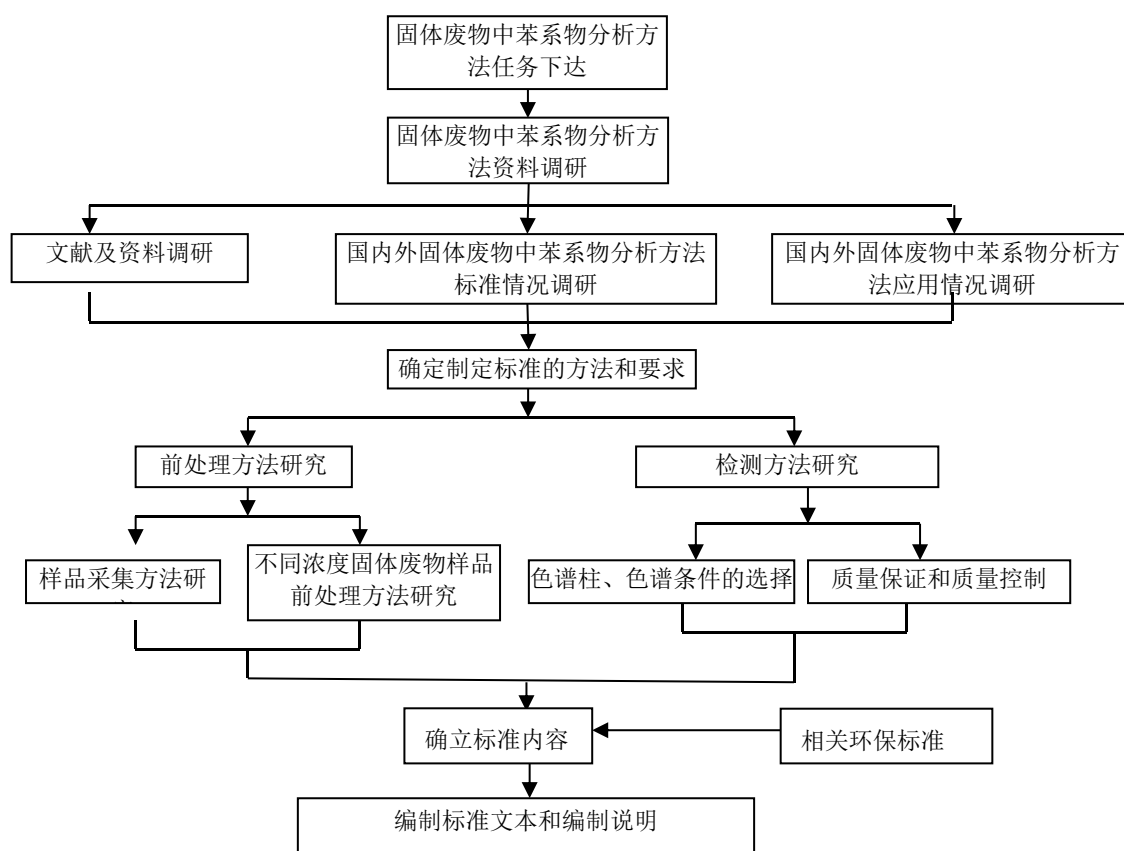


图4-1 本标准制定的技术路线图

#### 4.2.2 技术难点

色谱柱和色谱条件的选择、饱和氯化钠溶液的筛选、前处理条件选择、质量措施的保证都是实验中遇到的技术难点，通过分析并进行大量的实验研究，最终形成本方法。

## 5 方法研究报告

### 5.1 方法研究的目标

(1) 方法标准适用于固体废物和固体废物浸出液中 9 种苯系物的测定。

根据《水质 苯系物的测定 气相色谱法》(GB 11890-89)标准,结合中国船舶重工集团公司第七一八研究所制修订本标准时的开题论证报告,将目标化合物确定为苯、甲苯、乙苯、对-二甲苯、间-二甲苯、邻-二甲苯、正丙苯、异丙苯和苯乙烯 9 种苯系物。

(2) 方法标准测定的特性指标包括确定方法的检出限、测定下限、精密度(相对标准偏差)和准确度(加标回收率)等参数。

### 5.2 方法适用范围

本方法的适用范围借鉴 EPA 5021、EPA 8260B,规定了固体废物中苯系物测定的顶空/气相色谱-质谱法。适用范围主要为 9 种苯系物。涵盖相关质量标准和排放标准中规定的适合于顶空分析的化合物。方法的检出限满足相关标准的要求。

### 5.3 规范性引用文件

本标准在样品采集中只是对于采集到的样品如何放到顶空瓶中进行了规定,对于样品的采集方法引用了《工业固体废物采样制样技术规范》(HJ/T 20)和《危险废物鉴别技术规范》(HJ/T 298)中的相关规定。固体废物样品浸出液的制备方法引用了《固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸醋酸法》(HJ/T 299)和《固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法》(HJ/T 300)两个标准文件。

### 5.4 方法原理

参照顶空仪器原理,借鉴 EPA 5021、EPA 8260B、EPA 8260C 和 HJ 643-2013 对于原理的描述。

在一定的温度条件下,顶空瓶内样品中苯系物向液上空间挥发,产生蒸汽压,达到热力学动态平衡。气相中的苯系物经气相色谱分离后,用质谱仪进行检测。通过与标准物质保留时间和标准质谱图相比较进行定性,内标法定量。

### 5.5 试剂和材料

(1) 本方法规定了实验用水的制备方法及控制指标。在 EPA 8260C 中规定所有的试剂都应符合美国化学协会分析试剂委员会的说明,美国商业实验室无有机物的水是将自来水通

过活性炭过滤制取的。我国实验室中无有机物的水主要是通过上述方式取得的，经过多年的实验证明满足使用要求，而且获得方便。

(2) 饱和氯化钠溶液的配制方法主要借鉴了 EPA 5021 的配制方法。

(3) 标准贮备液、内标贮备液及替代物等均为购置市售有证标准物质。

## 5.6 仪器和设备

仪器和设备参照 EPA 5021、EPA 8260B、EPA 8260C 三个方法和 HJ/T 299、HJ/T 300 等方法。采样设备参照 HJ/T 20 和 HJ/T 298。

本标准采用美国 PE 公司的 TurboMatrix 40Trap 自动顶空进样器，顶空瓶体积为 22 ml，因此，标准使用的顶空瓶体积为 22 ml。

## 5.7 样品

### 5.7.1 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采集和保存。因为固体废物样品均匀性差，所以采集 3 份代表性样品，保证监测数据更具有代表性。

使用铁铲或不锈钢药勺而不使用塑料材质的采样工具是为了防止塑料中的有机物干扰测定。采样瓶装满样品，密封，置于便携式冷藏箱内是为了保证样品完整性，减少损失。

美国 EPA 5021 方法规定样品放在不含有机试剂的地方 4℃ 温度下保存可以保存 14 d；《固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸醋酸法》(HJ/T 299) 和《固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法》(HJ/T 300) 两个标准中规定样品 4℃ 保存，保存期为 14 d。参照上述方法的规定，本标准样品保存时间确定为 14 d。

美国 EPA 5021 方法规定了高浓度固体废物试样制备中，提取液的保存条件为 4℃ 以下，保存期为 14 d。因此，标准规定高浓度固体废物试样提取液可置于冷藏箱内 4℃ 下保存，保存期为 14 d。

### 5.7.2 试样的制备

参照 EPA 5021 方法中规定的样品量为 2.0 g，为了保证样品的代表性，每个监测点位采集 3~4 个样品。本方规定了 2.0 g 样品量，每个监测点位采集 3 个代表性样品。

EPA 5021 方法中规定了两种采样方法，一是现场加入饱和氯化钠溶液、内标及替代物，二是采集样品后实验室加入饱和氯化钠溶液、内标及替代物。本方法参照第二种采样方法，该方法可以使固体废物全量和浸出液监测同时进行，保证数据具有可比性，操作方便，减小误差。

固体废物分析试样制备参照 EPA 5021 方法,浸出液制备引用 HJ/T 299 和 HJ/T 300 方法。

#### 5.7.2.1 固体废物低含量试样

实验室内取出采样瓶,待恢复至室温后,称取 2.0 g(精确至 0.01 g)样品置于顶空瓶(22 ml)中,迅速向顶空瓶(22 ml)中加入 10.0 ml 饱和氯化钠溶液,加入 2.0  $\mu\text{l}$  浓度为 250 mg/L 的内标使用液和 1.0  $\mu\text{l}$  浓度为 200 mg/L 的替代物使用液,立即密封,在往复式振荡器上以 150 次/min 的频率振荡 10 min,待测。

#### 5.7.2.2 固体废物高含量试样

如果现场初步筛选苯系物含量测定结果大于 1 000  $\mu\text{g}/\text{kg}$  时应视为高含量试样。高含量试样制备如下:取出用于高含量样品测试的采样瓶,使其恢复至室温。称取 2.0 g(精确至 0.01 g)样品置于顶空瓶(22 ml)中,迅速加入 10.0 ml 甲醇,密封,在往复式振荡器上以 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移取约 1 ml 提取液至 2 ml 棕色玻璃瓶中。该提取液可置于冷藏箱内 4 $^{\circ}\text{C}$  下保存,保存期为 14 d。

在分析之前将提取液恢复到室温后,向空的顶空瓶(22 ml)中加入 2.0 g(精确至 0.01 g)石英砂、10.0 ml 饱和氯化钠溶液和 10~100  $\mu\text{l}$  甲醇提取液,加入 2.0  $\mu\text{l}$  浓度为 250 mg/L 的内标使用液和 1.0  $\mu\text{l}$  浓度为 200 mg/L 的替代物使用液,立即密封,在往复式振荡器上以 150 次/min 的频率振荡 10 min,待测。若提取液中苯系物浓度较高,可使用甲醇进行适当稀释。

本方法选取的高浓度固体废物样品(回收焦油渣)及其浸出液的测定结果见表 5-1。

表 5-1 高浓度固体废物样品(回收焦油渣)测定结果

序号	化合物名称	固体废物 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	固体废物水浸出液 ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	固体废物醋酸浸出液 ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )
1	苯	$3.56\times 10^5$	$4.18\times 10^4$	$2.42\times 10^4$
2	甲苯	$2.88\times 10^5$	$3.39\times 10^4$	$1.93\times 10^4$
3	乙苯	$2.89\times 10^3$	310	192
4	对-二甲苯	$3.47\times 10^4$	$4.02\times 10^3$	$2.40\times 10^3$
5	间-二甲苯	$1.24\times 10^4$	$1.45\times 10^3$	838
6	异丙苯	—	—	—
7	邻-二甲苯	$1.15\times 10^5$	$1.33\times 10^4$	$7.98\times 10^3$
8	正丙苯	—	—	—
9	苯乙烯	$1.32\times 10^5$	$1.45\times 10^4$	$8.13\times 10^3$

注:“—”表示化合物浓度小于 1 000  $\mu\text{g}/\text{kg}$  或小于检出限。

#### 5.7.2.3 固体废物浸出液试样

浸出执行 HJ/T 299 或 HJ/T 300 的方法制备固体废物浸出液试样。取 10.0 ml 浸出液移入顶空瓶（22 ml）中，加入 2.0  $\mu\text{l}$  浓度为 250 mg/L 的内标使用液，立即密封，待测。

### 5.7.3 空白试样的制备

#### 5.7.3.1 全程序空白试样

采样前在实验室将 10.0 ml 饱和氯化钠溶液和 2 g（精确至 0.01 g）石英砂放入顶空瓶（22 ml）中，加入 2.0  $\mu\text{l}$  内标使用液密封，将其带到采样现场后开封，再密封，随样品运回实验室，在往复式振荡器上以 150 次/min 的频率振荡 10 min，待测。

#### 5.7.3.2 实验室空白试样

##### （1）固体废物低含量空白试样

称取 2.0 g（精确至 0.01 g）石英砂代替低含量样品，按照 5.7.2.1 步骤制备低含量空白试样。

##### （2）固体废物高含量空白试样

称取 2.0 g（精确至 0.01 g）石英砂代替高含量样品，按照 5.7.2.2 步骤制备高含量空白试样。

##### （3）固体废物浸出液空白试样

按照 HJ/T 299 或 HJ/T 300 浸提方法，取 10.0 ml 浸提剂置于顶空瓶中，加入 2.0  $\mu\text{l}$  浓度为 250 mg/L 的内标使用液，立即密封，待测。

## 5.8 分析步骤

本方法对固体废物中苯系物的分析研究采用 HS/GC/MS 方法。固体废物中复杂的组成成份往往对其中的痕量苯系物的分析产生严重干扰，因此对固体废物样品的前处理工作就相当重要。前处理采用的静态顶空技术是将样品置于顶空瓶内，样品中的苯系物就会向容器的液上空间挥发，产生蒸气压，在一定条件下，达到热力学动态平衡时，取气相样品进行色谱分析。用液上空间法制备样品，实质上是把存在于水相中的目标化合物转移至气相，通过对液上空间气体的分析，从而完成对样品的测定。

### 5.8.1 顶空进样器条件的确定

顶空优化条件实验均采用顶空-气相色谱法（FID）对 9 种苯系物进行测定。

#### 5.8.1.1 顶空密封垫的选择

用测定浓度为 100  $\mu\text{g/L}$  的苯系物标准溶液对四种不同材料的顶空瓶密封垫进行选择，四种密封垫分别是丁基橡胶、铝/硅氧烷、PTFE/硅氧烷、PTFE/丁基橡胶，各种顶空密封垫特性指标见表 5-2，苯系物的响应值见图 5-1。



表 5-2 各种顶空密封垫特性指标

密封垫类型	最高使用温度℃	惰性比较	价格
丁基橡胶	100	不好	低
铝/硅氧烷	200	好	中
PTFE/硅氧烷	210	好	中
PTFE/丁基橡胶	100	好	中

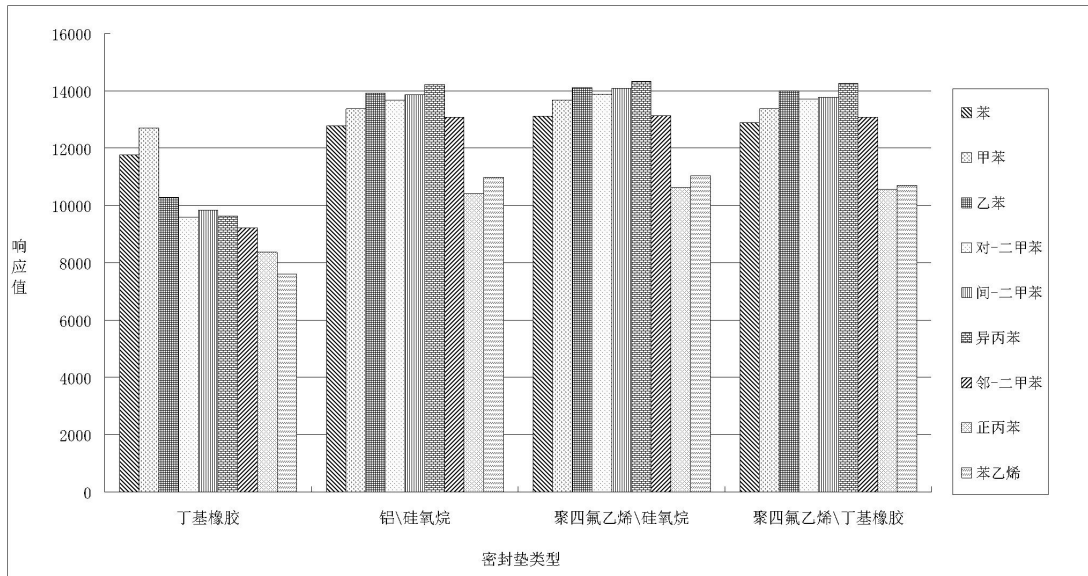


图 5-1 顶空密封垫的选择实验

使用铝/硅氧烷、PTFE/硅氧烷、PTFE/丁基橡胶三种密封垫的苯系物响应值明显高于丁基橡胶。由此可见，后三种密封垫密封效果明显好于丁基材料。结合 EPA 5021 推荐条件（EPA5021 推荐 PTFE 材质的密封垫），本方法选择 PTFE/硅氧烷密封垫。

#### 5.8.1.2 顶空加热平衡温度的选择

温度是影响气液平衡的重要因素之一。提高顶空瓶温度，瓶内蒸气压随之升高，易挥发物质的溶出量增加。但是，平衡温度过高，气相中水分含量也会急剧升高，样品中水分对色谱柱寿命有影响。其它条件相同时，本方法考察了不同平衡温度（40℃、50℃、60℃、70℃、85℃和 90℃）时 100 μg/L 的 9 种苯系物的响应值变化情况，测定结果见图 5-2。

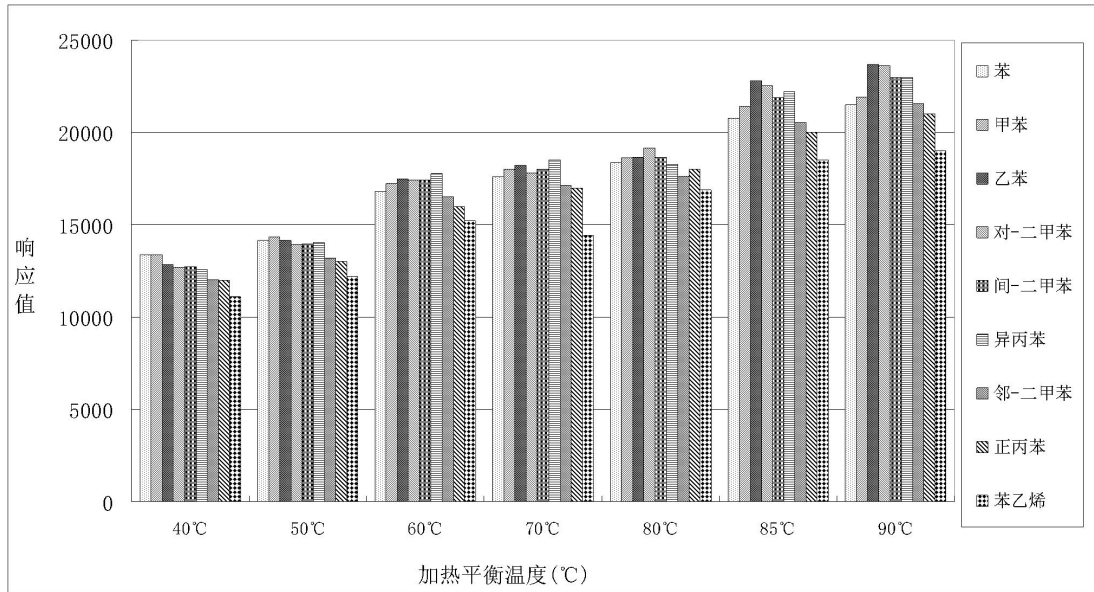


图 5-2 顶空加热平衡温度的确定

可见，随着平衡温度的提高，目标物的响应值相应增大，90℃达到最大，但考虑到该温度接近水的沸点，确定加热平衡温度为 85℃。

### 5.8.1.3 顶空平衡时间的选择

平衡时间是在一定的平衡温度下达到气液平衡所需的时间，本质上取决于被测组分分子从样品基质到气相的扩散速度。由于样品的性质千差万别，所以平衡时间很难预测。其它条件相同时，本方法考察了在不同加热平衡时间（10 min、20 min、30 min、40 min、50 min、60 min 和 70 min）时 100 μg/L 的 9 种苯系物响应值变化情况，测定结果见图 5-3。

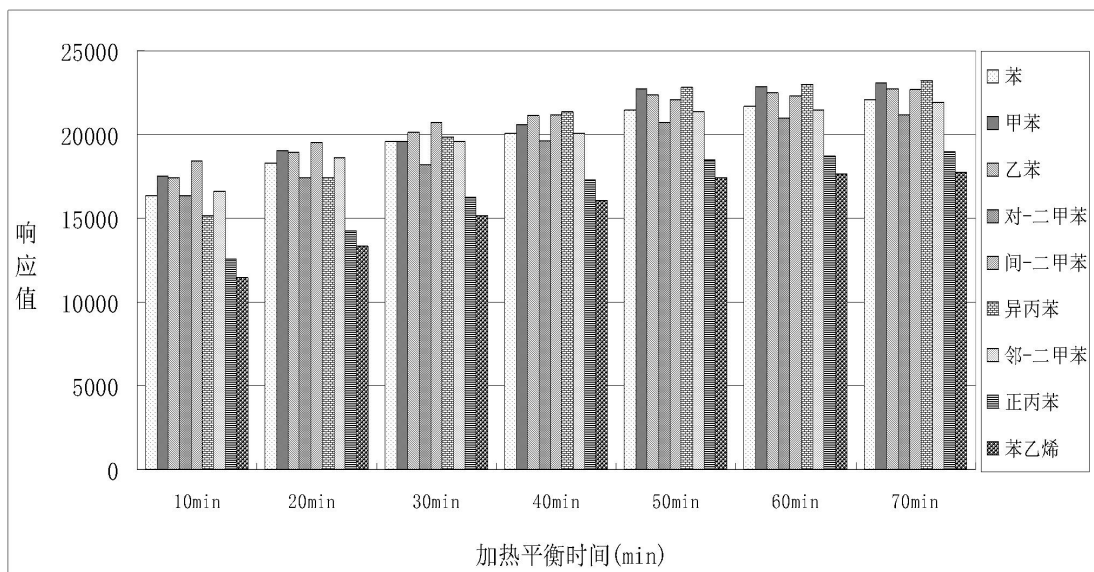


图 5-3 顶空加热平衡时间的确定

可见，随着平衡时间的延长，目标物的响应值先增加然后变化趋于稳定。所以，根据实

验测定结果，确定加热平衡时间为 50 min。

#### 5.8.1.4 采样针温度的确定

采样针温度高于热平衡温度 10~20 °C 即可，实验用采样针温度为 100 °C。

#### 5.8.1.5 传输线温度和类型的确定

传输线温度高于采样针温度 10~20 °C，以防止样品吸附和冷凝，实验用采样针温度为 110 °C。传输线类型为经过去活处理，内径为 0.32 mm 的石英毛细管柱。

#### 5.8.1.6 压力化平衡时间

一般压力化平衡时间为 1~3 min，本实验选择 1 min。

### 5.8.2 气相色谱分析条件的确定

根据美国 EPA 8260B 提供的色谱柱信息，及国内分析苯系物常用的色谱柱，本方法推荐使用 VF-WAXms 毛细柱 (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)。VF-WAXms 色谱柱具有更低的流失性，对质谱灵敏度影响较小。其他色谱条件参照 EPA 8260B 和 EPA 8260C。

气相色谱仪参考条件：

程序升温：40 °C (保持 6 min)  $\xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  110 °C (保持 1 min)  $\xrightarrow{6\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  200 °C (保持 3 min)；进样口温度：250 °C；接口温度：230 °C；载气：氦气；进样方式：分流进样，分流比：5：1。

### 5.8.3 质谱的条件选择

美国 EPA 8260B 中质谱范围为 35 amu – 260 amu。《水和废水监测分析方法》(第四版)《挥发性有机物的测定 吹脱捕集 气相色谱-质谱法 (P&T-GC-MS)》为 35 amu -300 amu。本标准推荐参考条件为 35 amu-300 amu。

质谱仪参考条件：

扫描速度为 1 sec/scan；离子化能量为 70 eV；离子源温度：230 °C；四级杆温度：150 °C；扫描方式：全扫描 (SCAN) 或选择离子扫描 (SIM)。

### 5.8.4 工作曲线的制备

本实验曲线的配制方式主要参考美国 EPA 8260B 和国内相关分析方法。美国 EPA 8260B 中 5 点工作曲线梯度为 20.0 μg/L、50.0 μg/L、100 μg/L、150 μg/L 和 200 μg/L。EPA 524.2 规定曲线最低点应为目标化合物检出限浓度的 2 倍~10 倍。可以根据分析仪器的性能不同而改变工作曲线范围，但最高点浓度值不能使检测器饱和或者系统有残留，即随后分析空白样不得检出目标化合物。综上所述以及经试验验证，本标准规定曲线浓度点为 5 个，依次为 0.05 μg、0.10 μg、0.20 μg、0.50 μg 和 1.00 μg，曲线 5 个校准点标准色谱图见图 5-4。工作曲线相对响应因子见表 5-3，目标物的保留时间和相关系数见表 5-4。

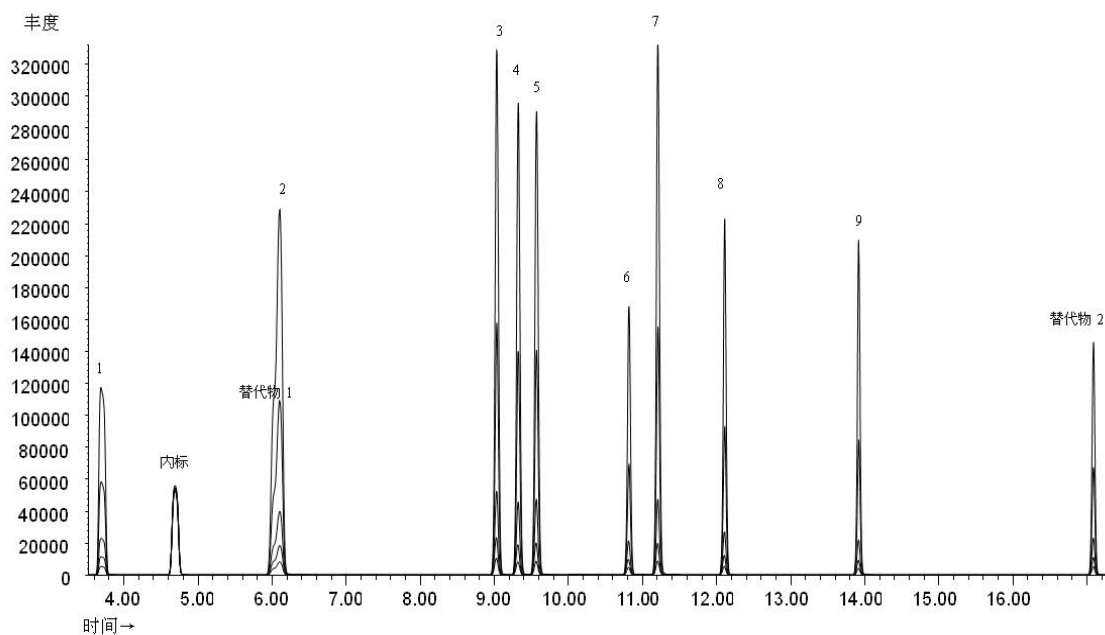


图 5-4 9 种苯系物曲线 5 个校准点标准色谱图

1—苯；内标—氟苯；替代物 1—甲苯-d<sub>8</sub>；2—甲苯；3—乙苯；4—对-二甲苯；5—间-二甲苯；6—异丙苯；7—邻-二甲苯；8—正丙苯；9—苯乙烯；替代物 2—4-溴氟苯

表 5-3 校准曲线相对响应因子

序号	化合物名称	RRF <sub>0.50</sub>	RRF <sub>0.10</sub>	RRF <sub>0.20</sub>	RRF <sub>0.50</sub>	RRF <sub>1.00</sub>	RRF 均值	RSD (%)
1	苯	1.05	1.10	1.11	1.15	1.09	1.05	3.5
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	0.76	0.73	0.77	0.86	0.87	0.76	7.8
3	甲苯	0.93	0.94	1.02	1.15	1.13	0.93	9.9
4	乙苯	1.04	1.01	1.12	1.32	1.31	1.04	13
5	对-二甲苯	0.46	0.39	0.45	0.51	0.51	0.46	11
6	间-二甲苯	0.40	0.37	0.43	0.51	0.51	0.40	15
7	异丙苯	0.42	0.54	0.52	0.51	0.50	0.42	9.2
8	邻-二甲苯	0.37	0.38	0.43	0.46	0.41	0.37	8.7
9	正丙苯	0.68	0.66	0.65	0.74	0.68	0.68	5.3
10	苯乙烯	0.51	0.49	0.38	0.55	0.62	0.51	17
11	*4-溴氟苯	0.20	0.20	0.21	0.25	0.25	0.20	12

表 5-4 目标物的保留时间和相关系数

序号	化合物名称	英文名称	保留时间 (min)	线性方程	相关系数
1	苯	benzene	3.69	y=1.092x+0.0101	0.9994
2	甲苯-d <sub>8</sub>	Toluene-d <sub>8</sub>	6.02	y=0.8868x-0.0311	0.9998
3	甲苯	toluene	6.10	y=1.156x-0.0354	0.9997
4	乙苯	ethylbenzene	9.03	y=1.348x-0.0600	0.9997
5	对-二甲苯	m-xylene	9.32	y=0.5216x-0.0284	0.9995

序号	化合物名称	英文名称	保留时间 (min)	线性方程	相关系数
6	间-二甲苯	p-xylene	9.56	y=0.5230x-0.0258	0.9996
7	异丙苯	Isopropylbenzene	10.81	y=0.5169x-0.0273	0.9994
8	邻-二甲苯	o-xylene	11.21	y=0.4274x-0.0142	0.9972
9	正丙苯	n-Propylbenzene	12.10	y=0.7021x-0.0260	0.9976
10	苯乙烯	styrene	13.91	y=0.6347x-0.0511	0.9970
11	4-溴氟苯	4-Bromofluorobenzene	17.09	y=0.2597x-0.0114	0.9997

### 5.8.5 内标和替代物

美国EPA 8260B中规定内标为氟苯、氯苯-d<sub>5</sub>和1,4-二氯苯-d<sub>4</sub>三种,其分析目标化合物108种,本标准根据分析化合物的实际情况,确定内标为氟苯。内标标液浓度250 mg/L。

美国EPA 8260B中规定替代物1,2-二氯乙烷-d<sub>4</sub>、4-溴氟苯、甲苯-d<sub>8</sub>和二溴氟甲烷,本方法采用4-溴氟苯和甲苯-d<sub>8</sub>,替代物标液浓度为200 mg/L。

### 5.9 结果计算与表示

本标准按照HJ 168的规定,规定了结果的计算公式和结果表示内容,包括高含量和低含量固体废物和固体废物浸出液的结果计算和表示内容。化合物的定性定量引用了EPA 8260B的部分内容。

### 5.10 检出限和测定下限

按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010)的相关规定,连续分析7个方法检出限2~5倍的实验室空白加标样品,计算其标准偏差S。用公式:MDL=t<sub>(n-1,0.99)</sub>×S(连续分析7个样品,置信度为99%时t值为3.143)进行计算。测定下限为4倍检出限。

测定含量为10.0 μg/kg的实验室固体废物空白加标样品,剔除离群值后将各自的7次测定结果计算标准偏差S,方法检出限和测定下限见表5-5。

表 5-5 测定固体废物的方法检出限和测定下限

单位: (μg/kg)

序号	组分名称	测定值							均值	S	检出限	测定下限
		1	2	3	4	5	6	7				
1	苯	7.90	10.0	9.60	7.60	8.80	8.80	6.20	8.41	1.29	4.1	16.4
2	甲苯	13.4	12.8	12.6	11.0	11.6	10.6	13.6	12.2	1.17	3.7	14.8
3	乙苯	8.80	8.40	8.00	7.60	8.40	7.00	5.80	7.71	1.03	3.2	12.8
4	对-二甲苯	10.2	10.8	11.8	13.4	13.8	12.0	12.2	12.0	1.29	4.0	16.0
5	间-二甲苯	11.6	11.4	12.0	10.2	10.8	13.8	9.00	11.3	1.50	4.7	18.8

序号	组分名称	测定值							均值	S	检出限	测定下限
		1	2	3	4	5	6	7				
6	异丙苯	11.6	10.8	13.2	10.4	10.2	11.0	11.6	11.3	1.01	3.2	12.8
7	邻-二甲苯	8.00	7.60	7.00	6.80	7.40	5.80	4.80	6.77	1.12	3.5	14.0
8	正丙苯	12.3	11.0	11.2	10.2	14.0	9.40	9.80	11.1	1.59	5.0	20.0
9	苯乙烯	11.2	10.6	8.20	8.30	8.00	8.60	7.60	8.93	1.39	4.4	17.6

表 5-5 表明，固体废物检出限在 3.2 ~5.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  之间，测定下限在 12.8~20.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  之间。

测定含量为 2.00  $\mu\text{g}/\text{L}$  的实验室固体废物水浸出液和醋酸浸出液空白加标样品，剔除离群值后将各自的 7 次测定结果计算标准偏差 S，方法检出限和测定下限见表 5-6 和表 5-7。

表 5-6 测定固体废物醋酸浸出液的检出限和测定下限 单位： $(\mu\text{g}/\text{L})$

序号	组分名称	测定值							均值	S	检出限	测定下限
		1	2	3	4	5	6	7				
1	苯	2.28	1.48	1.64	1.96	1.28	1.68	2.08	1.77	0.352	1.1	4.4
2	甲苯	2.00	1.72	2.24	2.16	2.24	1.96	2.44	2.11	0.235	0.7	2.8
3	乙苯	2.04	1.88	2.04	2.12	2.12	1.96	2.24	2.06	0.117	0.4	1.6
4	对-二甲苯	2.00	1.92	2.04	2.08	2.12	1.84	2.16	2.02	0.113	0.4	1.6
5	间-二甲苯	2.36	2.22	2.38	2.40	2.42	2.34	2.48	2.37	0.081	0.3	1.2
6	异丙苯	2.36	1.82	2.38	1.60	2.42	2.34	2.48	2.20	0.344	1.1	4.4
7	邻-二甲苯	2.64	2.24	3.12	2.92	3.04	2.76	2.92	2.81	0.297	0.9	3.6
8	正丙苯	2.36	1.82	2.38	2.52	2.42	1.94	1.68	2.16	0.337	1.1	4.4
9	苯乙烯	1.84	1.32	1.92	1.68	2.44	2.60	1.60	1.91	0.458	1.4	5.6

表 5-6 表明，固体废物醋酸浸出液检出限在 0.3~1.4  $\mu\text{g}/\text{L}$  之间，测定下限在 1.2 ~5.6  $\mu\text{g}/\text{L}$  之间。

表 5-7 测定固体废物水浸出液的检出限和测定下限 单位： $(\mu\text{g}/\text{L})$

序号	组分名称	测定值							均值	S	检出限	测定下限
		1	2	3	4	5	6	7				
1	苯	2.08	2.36	1.96	2.12	1.44	2.16	1.28	1.91	0.400	1.3	5.2
2	甲苯	2.08	2.04	2.28	1.36	2.28	1.48	1.76	1.90	0.372	1.2	4.8
3	乙苯	1.84	1.84	1.80	1.96	1.96	2.04	1.88	1.90	0.086	0.3	1.2
4	对-二甲苯	1.94	1.98	1.90	2.08	2.08	2.18	2.08	2.03	0.098	0.3	1.2
5	间-二甲苯	1.88	2.36	1.40	2.08	1.68	1.64	2.04	1.87	0.322	1.0	4.0
6	异丙苯	1.24	1.44	1.64	1.48	2.20	2.36	1.36	1.67	0.434	1.4	5.6
7	邻-二甲苯	1.64	1.84	1.76	1.88	1.80	2.36	1.76	1.86	0.232	0.7	2.8
8	正丙苯	2.40	2.08	1.68	1.44	2.24	1.60	1.88	1.90	0.353	1.1	4.4

序号	组分名称	测定值							均值	S	检出限	测定下限
		1	2	3	4	5	6	7				
9	苯乙烯	2.00	2.08	2.08	2.24	2.24	1.68	1.92	2.03	0.195	0.6	2.4

表 5-7 表明, 固体废物水浸出液检出限在 0.3~1.4  $\mu\text{g/L}$  之间, 测定下限在 1.2~5.6  $\mu\text{g/L}$  之间。

## 5.11 精密度和准确度

### 5.11.1 测定固体废物的精密度

本课题组以石英砂为基质进行了三个浓度的空白加标精密度实验, 每个浓度做6个平行样, 得到的结果分别计算每个浓度级别6次的平均值、标准偏差、相对标准偏差, 测定结果具体见表5-8至表5-10。

表 5-8 固体废物空白加标浓度 25.0  $\mu\text{g/kg}$  的精密度测定结果

序号	组分名称	25.0 $\mu\text{g/kg}$								
		1	2	3	4	5	6	平均值 ( $\mu\text{g/kg}$ )	S ( $\mu\text{g/kg}$ )	RSD (%)
1	苯	25.7	24.7	22.4	27.1	24.1	25.3	24.9	1.60	6.4
2	*甲苯- $\text{D}_8$	25.9	24.5	24.8	25.1	24.5	25.1	24.9	0.514	2.1
3	甲苯	27.6	25.5	25.4	28.5	27.1	28.2	27.0	1.33	4.9
4	乙苯	28.3	26.4	26.4	29.6	27.8	29.6	28.0	1.44	5.1
5	对-二甲苯	28.1	26.5	26.6	29.4	28.1	29.9	28.1	1.40	5.0
6	间-二甲苯	27.1	24.7	24.6	28.0	25.9	25.0	25.9	1.39	5.4
7	异丙苯	27.1	23.1	22.0	25.8	23.2	22.1	23.8	2.09	8.8
8	邻-二甲苯	28.1	25.9	25.5	28.7	27.0	28.7	27.3	1.41	5.2
9	正丙苯	25.1	21.7	20.5	24.0	21.9	20.7	22.3	1.84	8.3
10	苯乙烯	25.1	23.5	22.2	24.3	23.3	24.8	23.9	1.07	4.5
11	*4-溴氟苯	25.1	23.4	23.2	23.6	23.1	23.5	23.6	0.718	3.0

表 5-9 固体废物空白加标浓度 100  $\mu\text{g/kg}$  的精密度测定结果

序号	组分名称	100 $\mu\text{g/kg}$								
		1	2	3	4	5	6	平均值 ( $\mu\text{g/kg}$ )	S ( $\mu\text{g/kg}$ )	RSD (%)
1	苯	105	95.7	102	108	100	97.8	102	4.76	4.7
2	*甲苯- $\text{D}_8$	92.4	95.4	92.1	96.4	96.5	95.6	94.7	1.97	2.1
3	甲苯	106	94.3	103	107	101	99.6	102	4.66	4.6
4	乙苯	107	95.5	106	109	105	107	105	4.85	4.6
5	对-二甲苯	106	95.2	105	108	103	104	103	4.39	4.2
6	间-二甲苯	113	96.1	110	106	108	101	106	6.08	5.8
7	异丙苯	109	96.3	107	111	110	108	107	5.48	5.1

序号	组分名称	100 µg/kg								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/kg)	S (µg/kg)	RSD (%)
8	邻-二甲苯	106	95.2	105	108	104	106	104	4.50	4.3
9	正丙苯	104	96.9	103	106	101	99.1	102	3.29	3.2
10	苯乙烯	105	96.5	105	107	101	103	103	3.84	3.7
11	*4-溴氟苯	92.3	97.3	92.8	91.2	98.7	98.9	95.2	3.47	3.6

表 5-10 固体废物空白加标浓度 500 µg/kg 的精密度测定结果

序号	组分名称	500 µg/kg								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/kg)	S (µg/kg)	RSD (%)
1	苯	492	486	478	516	495	478	491	14.1	2.9
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	498	501	526	515	518	473	505	18.9	3.7
3	甲苯	486	477	473	512	491	462	484	17.2	3.6
4	乙苯	465	478	467	516	506	470	484	21.9	4.5
5	对-二甲苯	468	480	467	509	502	468	482	18.8	3.9
6	间-二甲苯	497	499	495	505	481	451	488	19.8	4.0
7	异丙苯	450	478	501	499	507	523	493	25.7	5.2
8	邻-二甲苯	470	479	468	511	504	463	482	20.1	4.2
9	正丙苯	477	517	498	537	513	482	504	22.6	4.5
10	苯乙烯	490	482	464	469	477	447	471	14.9	3.2
11	*4-溴氟苯	497	512	535	519	521	478	510	20.3	4.0

表5-8至表5-10表明，三个浓度级别的固体废物空白加标精密度均在10%以内。

选取了污水厂底泥固废、化工厂底泥固废和焦油固废进行了加标浓度为25.0 µg/kg、100 µg/kg的基体加标样品测定，每个样品做6个平行样，得到的结果分别计算每个浓度级别6次的平均值、标准偏差、相对标准偏差，测定结果具体见表5-11至表5-16。

表 5-11 污水处理厂底泥加标浓度 25.0 µg/kg 的精密度测定结果

序号	组分名称	污水处理厂底泥 (25.0 µg/kg)								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/kg)	S (µg/kg)	RSD (%)
1	苯	17.8	20.6	18.3	19.1	15.1	16.6	17.9	1.90	11
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	26.5	33.2	25.4	31.2	32.5	22.8	28.6	4.27	15
3	甲苯	39.0	32.0	31.7	28.6	36.4	37.5	34.2	4.04	12
4	乙苯	41.2	49.3	49.4	47.3	44.5	46.3	46.3	3.11	6.7
5	对-二甲苯	30.6	33.2	32.0	29.8	23.0	30.1	29.8	3.56	12
6	间-二甲苯	26.0	34.2	33.1	22.9	32.0	30.2	29.7	4.41	15
7	异丙苯	25.2	23.1	24.3	17.7	22.6	27.8	23.5	3.36	14



序号	组分名称	污水处理厂底泥 (25.0 µg/kg)								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/kg)	S (µg/kg)	RSD (%)
8	邻-二甲苯	31.1	31.1	27.8	25.9	25.7	27.3	28.1	2.41	8.6
9	正丙苯	22.6	20.4	18.3	19.1	20.5	18.8	19.9	1.58	7.9
10	苯乙烯	30.8	30.6	27.9	27.5	25.6	27.0	28.2	2.06	7.3
11	*4-溴氟苯	23.8	30.2	30.8	29.4	28.0	35.7	29.7	3.87	13

表 5-12 化工厂底泥加标浓度 25.0 µg/kg 的精密度测定结果

序号	组分名称	化工厂底泥 (25.0 µg/kg)								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/kg)	S (µg/kg)	RSD (%)
1	苯	26.3	23.4	23.0	23.0	23.5	17.3	22.7	2.95	13
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	27.1	24.7	30.1	25.0	27.3	25.2	26.6	2.04	7.7
3	甲苯	29.4	32.8	32.8	27.4	27.7	23.0	28.8	3.70	13
4	乙苯	26.9	31.8	27.5	27.6	33.6	25.7	28.8	3.10	11
5	对-二甲苯	22.3	26.0	24.2	30.3	26.5	29.0	26.4	2.95	11
6	间-二甲苯	21.5	28.3	25.6	22.9	25.7	26.5	25.1	2.48	10
7	异丙苯	22.3	27.3	27.8	26.6	26.4	27.0	26.2	1.99	7.6
8	邻-二甲苯	30.0	25.9	31.8	29.2	32.4	26.1	29.2	2.76	9.4
9	正丙苯	21.9	20.7	27.3	22.2	21.0	21.9	22.5	2.42	11
10	苯乙烯	18.0	23.1	18.4	21.3	17.3	20.4	19.7	2.23	11
11	*4-溴氟苯	25.8	21.3	25.2	25.9	23.8	25.9	24.6	1.82	7.4

表 5-13 焦油固废加标浓度 25.0 µg/kg 的精密度测定结果

序号	组分名称	焦油固废 (25.0 µg/kg)								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/kg)	S (µg/kg)	RSD (%)
1	苯	67.0	77.7	74.7	78.2	63.2	75.9	72.8	6.20	8.5
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	32.9	33.8	21.2	32.1	30.0	23.5	28.9	5.31	18
3	甲苯	29.7	26.6	40.5	29.8	28.5	31.6	31.1	4.89	16
4	乙苯	83.2	92.8	67.4	89.1	70.0	96.8	83.2	12.1	15
5	对-二甲苯	27.6	25.2	29.6	28.9	24.0	24.0	26.5	2.51	9.4
6	间-二甲苯	18.6	26.8	29.8	22.8	20.4	30.1	24.7	4.87	20
7	异丙苯	31.3	30.2	22.0	20.1	23.0	23.5	25.0	4.61	18
8	邻-二甲苯	63.2	62.9	69.6	62.1	57.6	57.2	62.1	4.53	7.3
9	正丙苯	22.8	27.1	19.4	18.5	23.9	21.9	22.3	3.12	14
10	苯乙烯	41.1	50.3	34.6	37.5	49.6	50.2	43.9	7.05	16
11	*4-溴氟苯	30.7	28.4	28.9	31.4	25.6	18.6	27.3	4.71	17

表5-11至表5-13表明，固体废物基体加标浓度为25.0 µg/kg时，精密度均在20%以内。

表 5-14 污水处理厂底泥加标浓度 100 µg/kg 的精密度测定结果

序号	组分名称	污水处理厂底泥 (100 µg/kg)								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/kg)	S (µg/kg)	RSD (%)
1	苯	72.2	70.7	68.0	68.2	75.1	72.5	71.1	2.76	3.9
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	91.0	89.0	82.7	85.5	92.4	121	93.6	13.9	15
3	甲苯	107	107	106	104	116	95.8	106	6.36	6.0
4	乙苯	134	141	152	147	137	109	137	15.0	11
5	对-二甲苯	115	114	122	106	120	85.4	110	13.5	12
6	间-二甲苯	133	119	118	119	107	87.9	114	15.3	13
7	异丙苯	116	116	129	107	123	81.9	112	16.6	15
8	邻-二甲苯	116	111	103	103	100	102	106	6.31	6.0
9	正丙苯	112	116	126	114	134	98.5	117	12.1	10
10	苯乙烯	130	122	117	116	123	101	118	9.93	8.4
11	*4-溴氟苯	86.4	83.9	81.4	78.1	84.0	96.2	85.0	6.15	7.2

表 5-15 化工厂底泥加标浓度 100 µg/kg 的精密度测定结果

序号	组分名称	化工厂底泥 (100 µg/kg)								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/kg)	S (µg/kg)	RSD (%)
1	苯	76.3	76.4	79.5	89.5	76.1	82.1	80.0	5.24	6.6
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	75.4	78.9	100	105	78.1	75.9	85.6	13.3	16
3	甲苯	103	106	92.7	96.6	86.9	96.0	96.8	6.86	7.1
4	乙苯	127	139	125	114	115	128	125	9.33	7.5
5	对-二甲苯	117	104	114	115	102	82.2	106	13.1	12
6	间-二甲苯	133	119	118	119	107	87.9	114	15.3	13
7	异丙苯	95.6	79.4	89.7	108	100	72.2	90.8	13.3	15
8	邻-二甲苯	106	111	120	113	112	122	114	6.06	5.3
9	正丙苯	130	115	120	118	107	88.5	113	14.1	12
10	苯乙烯	124	123	109	105	97.0	107	111	10.6	9.6
11	*4-溴氟苯	70.6	84.1	111	117	96.7	84.8	93.9	17.4	19

表 5-16 焦油固废加标浓度 100 µg/kg 的精密度测定结果

序号	组分名称	焦油固废 (100 µg/kg)								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/kg)	S (µg/kg)	RSD (%)
1	苯	182	165	190	163	167	196	177	14.2	8.0
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	104	123	113	111	127	132	118	10.6	8.9
3	甲苯	139	126	125	161	152	145	141	14.3	10
4	乙苯	178	177	219	180	203	177	189	17.6	9.3
5	对-二甲苯	117	104	114	115	102	82.2	106	13.1	12

序号	组分名称	焦油固废 (100 µg/kg)								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/kg)	S (µg/kg)	RSD (%)
6	间-二甲苯	133	119	118	119	107	87.9	114	15.3	13
7	异丙苯	95.6	79.4	89.7	108	100	72.2	90.8	13.3	15
8	邻-二甲苯	167	152	151	155	171	144	157	10.3	6.6
9	正丙苯	115	108	103	104	113	130	112	10.1	9.0
10	苯乙烯	144	154	159	124	151	154	148	12.6	8.5
11	*4-溴氟苯	78.6	85.1	120	113	91.7	93.9	97.0	16.1	17

表5-14至表5-16表明，固体废物基体加标浓度为100 µg/kg时，精密度均在20%以内。

### 5.11.2 测定固体废物浸出液的精密度

本课题组以空白加标进行了两种浸提剂、三个浓度的精密度测定，具体见表5-17至表5-22。

表5-17 水浸提剂空白加标浓度5.00 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	5.00 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	4.32	4.50	4.10	3.76	4.00	3.47	4.03	0.373	9.3
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	4.79	4.56	4.88	4.31	4.57	4.49	4.60	0.206	4.5
3	甲苯	3.87	3.93	4.19	3.96	4.57	4.22	4.12	0.261	6.3
4	乙苯	3.98	4.00	4.28	4.09	4.61	3.92	4.15	0.259	6.3
5	对-二甲苯	3.87	3.87	4.17	3.93	4.53	3.76	4.02	0.284	7.1
6	间-二甲苯	3.95	4.07	4.16	3.95	4.74	3.83	4.12	0.326	7.9
7	异丙苯	4.17	3.84	3.90	4.30	3.79	4.06	4.01	0.201	5.0
8	邻-二甲苯	3.76	3.82	4.53	4.33	4.37	3.67	4.08	0.371	9.1
9	正丙苯	4.60	4.50	3.92	4.64	3.62	4.38	4.28	0.414	9.7
10	苯乙烯	4.38	4.61	3.75	3.61	4.01	3.88	4.04	0.384	9.5
11	*4-溴氟苯	4.56	4.56	4.76	4.23	4.47	4.37	4.49	0.182	4.0

表5-18 水浸提剂空白加标浓度20.0 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	20.0 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	21.7	20.4	21.6	18.8	19.4	20.4	20.4	1.17	5.7
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	20.4	22.5	22.3	20.4	19.6	20.3	20.9	1.22	5.8
3	甲苯	21.1	20.4	21.8	19.0	19.5	20.4	20.4	1.01	5.0
4	乙苯	23.2	24.8	24.3	20.9	22.1	22.7	23.0	1.42	6.2
5	对-二甲苯	19.4	21.4	21.4	17.9	18.3	18.4	19.5	1.57	8.1

序号	组分名称	20.0 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
6	间-二甲苯	22.7	24.3	23.5	20.4	21.3	22.1	22.4	1.42	6.3
7	异丙苯	19.9	21.2	21.0	17.5	17.7	18.4	19.3	1.64	8.5
8	邻-二甲苯	22.5	24.4	24.1	20.7	21.9	22.2	22.6	1.39	6.1
9	正丙苯	20.2	21.3	20.8	17.6	17.8	17.9	19.3	1.66	8.6
10	苯乙烯	19.9	21.2	20.4	17.8	18.7	19.3	19.6	1.21	6.2
11	*4-溴氟苯	19.6	20.4	21.3	19.1	19.3	19.2	19.8	0.881	4.4

表5-19 水浸提剂空白加标浓度100 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	100 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	101	90.3	103	98.4	106	102	100	5.46	5.4
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	99.3	103	100	105	103	112	104	4.72	4.5
3	甲苯	102	91.1	105	99.2	107	103	101	5.64	5.6
4	乙苯	97.3	89.3	105	97.7	108	106	100	7.03	7.0
5	对-二甲苯	97.5	89.8	104	97.4	106	105	100	6.26	6.3
6	间-二甲苯	100	91.1	102	98.1	106	102	100	5.05	5.1
7	异丙苯	97.8	89.2	103	95.5	98.2	99.2	97.2	4.67	4.8
8	邻-二甲苯	98.3	89.3	104	97.7	107	105	100	6.56	6.5
9	正丙苯	100	90.4	103	98.1	108	104	101	6.05	6.0
10	苯乙烯	102	91.4	104	96.2	97.2	99.0	98.2	4.35	4.4
11	*4-溴氟苯	97.2	101	97.7	105	101	112	102	5.31	5.2

表5-20 醋酸浸提剂空白加标浓度5.00 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	5.00 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	4.37	4.99	4.74	4.75	5.67	4.99	4.92	0.433	8.8
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	4.47	4.79	4.22	4.70	5.17	4.48	4.64	0.328	7.1
3	甲苯	4.38	4.67	4.39	4.31	5.29	4.99	4.67	0.395	8.4
4	乙苯	4.31	4.60	4.39	4.28	5.04	4.96	4.60	0.333	7.2
5	对-二甲苯	5.63	6.09	5.19	4.94	6.03	5.39	5.55	0.459	8.3
6	间-二甲苯	5.43	5.78	5.05	4.81	5.27	4.61	5.16	0.426	8.3
7	异丙苯	4.36	4.60	4.37	4.37	5.28	5.24	4.70	0.441	9.4
8	邻-二甲苯	4.39	4.69	4.98	4.33	5.23	5.04	4.78	0.367	7.7
9	正丙苯	5.51	5.92	5.10	4.89	5.68	5.05	5.36	0.406	7.6
10	苯乙烯	4.88	5.05	4.71	4.18	5.20	5.02	4.84	0.363	7.5
11	*4-溴氟苯	4.42	4.69	4.09	4.45	4.91	4.35	4.49	0.284	6.3

表5-21 醋酸浸提剂空白加标浓度20.0 μg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	20.0 μg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD (%)
1	苯	19.5	20.7	21.0	20.4	20.3	20.0	20.3	0.535	2.6
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	19.2	23.3	20.0	22.8	21.8	21.7	21.5	1.56	7.3
3	甲苯	18.4	20.5	20.5	19.6	19.3	20.2	19.8	0.828	4.2
4	乙苯	19.2	20.0	21.4	20.3	20.3	19.8	20.2	0.730	3.6
5	对-二甲苯	19.3	19.9	21.7	20.3	20.1	20.0	20.2	0.789	3.9
6	间-二甲苯	19.7	21.5	21.3	20.6	19.0	19.3	20.2	1.06	5.2
7	异丙苯	20.4	21.9	20.5	20.5	20.7	18.8	20.5	0.977	4.8
8	邻-二甲苯	19.5	20.4	21.5	20.3	19.9	19.8	20.2	0.694	3.4
9	正丙苯	19.4	20.1	21.5	20.7	20.4	20.2	20.4	0.722	3.5
10	苯乙烯	19.2	20.1	20.7	18.5	19.1	18.9	19.4	0.815	4.2
11	*4-溴氟苯	19.4	23.3	19.6	22.5	21.7	21.3	21.3	1.56	7.3

表5-22 醋酸浸提剂空白加标浓度100 μg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	100 μg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (μg/L)	S (μg/L)	RSD (%)
1	苯	98.3	97.1	95.6	103	99.0	90.6	97.3	4.15	4.3
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	99.5	100	105	103	113	94.6	102	6.07	5.9
3	甲苯	97.1	95.4	94.6	102	98.2	92.4	96.7	3.44	3.6
4	乙苯	92.9	95.6	93.4	103	101	94.1	96.7	4.39	4.5
5	对-二甲苯	95.2	100.0	99.4	105	96.3	91.3	97.8	4.64	4.7
6	间-二甲苯	99.0	96.6	95.5	103	97.8	91.1	97.1	3.92	4.0
7	异丙苯	94.8	103	98.1	110	101	89.2	99.3	6.99	7.0
8	邻-二甲苯	94.1	95.7	93.6	102	101	92.5	96.5	4.02	4.2
9	正丙苯	97.2	97.0	95.1	105	100	90.6	97.5	4.83	5.0
10	苯乙烯	97.9	96.4	92.7	93.7	95.4	84.5	93.4	4.75	5.1
11	*4-溴氟苯	99.4	102	107	104	114	93.5	103	6.99	6.8

表5-17至表5-22表明，水浸提剂和醋酸浸提剂空白加标精密度均在10%以内。

方法选取了污水处理厂底泥固废进行浸出液加标精密度的实验，加标浓度分别为5.00 μg/L和20.0 μg/L的基体加标样品测定，每个样品做6个平行样，得到的结果分别计算每个浓度级别6次的平均值、标准偏差、相对标准偏差，测定结果具体见表5-23至表5-26。

表5-23 醋酸浸出液加标浓度5.00 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	5.00 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	4.88	4.94	5.01	5.36	5.61	4.89	5.12	0.301	5.9
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	4.61	4.62	4.87	5.10	5.34	4.92	4.91	0.282	5.7
3	甲苯	4.76	4.62	4.85	5.21	5.54	4.96	4.99	0.335	6.7
4	乙苯	4.89	4.86	5.10	5.41	5.49	4.92	5.11	0.276	5.4
5	对-二甲苯	5.31	4.77	5.02	5.28	5.36	4.89	5.11	0.246	4.8
6	间-二甲苯	5.33	5.11	4.85	5.26	5.47	4.96	5.16	0.234	4.5
7	异丙苯	5.33	4.86	5.13	5.37	5.38	4.93	5.17	0.230	4.5
8	邻-二甲苯	5.08	5.02	5.20	5.55	5.49	4.89	5.21	0.264	5.1
9	正丙苯	4.91	4.82	5.01	5.28	5.44	4.88	5.06	0.248	4.9
10	苯乙烯	4.82	4.77	5.07	5.37	5.43	4.91	5.06	0.282	5.6
11	*4-溴氟苯	4.61	4.75	5.13	5.31	5.26	4.86	4.99	0.288	5.8

表5-24 醋酸浸出液加标浓度20.0 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	20.0 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	23.0	19.2	19.8	19.0	19.3	21.2	20.3	1.54	7.6
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	22.6	19.6	20.2	18.7	19.5	20.6	20.2	1.33	6.6
3	甲苯	22.8	20.1	20.2	19.7	19.9	21.5	20.7	1.19	5.8
4	乙苯	22.5	20.4	20.4	20.3	20.3	21.5	20.9	0.922	4.4
5	对-二甲苯	22.5	19.6	19.6	19.6	19.4	20.3	20.2	1.19	5.9
6	间-二甲苯	22.6	20.4	20.4	20.3	20.2	21.6	20.9	0.967	4.6
7	异丙苯	22.5	19.9	19.6	19.5	19.6	20.5	20.3	1.16	5.7
8	邻-二甲苯	22.6	20.3	20.4	20.2	20.1	21.5	20.9	0.994	4.8
9	正丙苯	22.6	20.0	19.7	19.7	19.7	20.6	20.4	1.15	5.6
10	苯乙烯	22.4	20.1	20.0	20.1	19.8	21.3	20.6	1.02	4.9
11	*4-溴氟苯	22.0	19.6	19.9	18.9	19.5	20.3	20.0	1.08	5.4

表5-25 水浸出液加标浓度5.00 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	5.00 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	4.94	4.84	4.62	5.10	5.20	4.98	4.95	0.203	4.1
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	5.55	5.14	5.03	5.19	5.29	4.91	5.19	0.222	4.3
3	甲苯	5.01	4.76	4.69	4.93	5.12	4.88	4.90	0.158	3.2
4	乙苯	5.16	4.91	4.97	5.14	5.32	5.17	5.11	0.149	2.9
5	对-二甲苯	5.32	4.98	4.96	5.04	5.37	5.25	5.15	0.181	3.5

序号	组分名称	5.00 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
6	间-二甲苯	3.89	3.77	4.39	4.40	4.44	4.15	4.17	0.287	6.9
7	异丙苯	5.11	4.87	4.69	4.94	5.16	4.99	4.96	0.170	3.4
8	邻-二甲苯	4.72	4.51	4.69	4.73	4.92	4.81	4.73	0.136	2.9
9	正丙苯	5.30	4.91	4.78	4.99	5.19	5.03	5.03	0.188	3.7
10	苯乙烯	4.41	4.37	4.91	4.52	4.49	4.81	4.59	0.222	4.8
11	*4-溴氟苯	5.44	5.21	4.98	5.01	5.11	4.89	5.11	0.197	3.9

表5-26 水浸出液加标浓度20.0 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	20.0 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	20.4	21.1	21.6	21.0	20.7	19.3	20.7	0.766	3.7
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	21.3	21.3	22.0	21.3	21.8	19.5	21.2	0.872	4.1
3	甲苯	21.0	21.4	22.2	21.8	21.4	20.0	21.3	0.754	3.5
4	乙苯	21.2	21.6	22.2	22.2	21.7	20.6	21.6	0.610	2.8
5	对-二甲苯	19.7	19.9	20.0	19.8	20.3	19.3	19.8	0.336	1.7
6	间-二甲苯	21.3	21.7	22.4	22.3	21.8	20.5	21.7	0.681	3.1
7	异丙苯	20.4	21.0	21.4	21.3	21.0	19.7	20.8	0.652	3.1
8	邻-二甲苯	20.7	21.3	21.8	21.5	21.4	20.2	21.2	0.593	2.8
9	正丙苯	19.1	19.4	19.5	19.1	19.3	18.4	19.1	0.384	2.0
10	苯乙烯	20.2	20.7	20.9	16.1	20.1	18.0	19.3	1.89	9.8
11	*4-溴氟苯	20.9	21.2	21.3	20.9	21.4	19.4	20.9	0.732	3.5

表5-23至表5-26表明，水浸出液和醋酸浸出液基体加标精密度均在10%以内。

### 5.11.3 测定固体废物的准确度

方法称取2.0 g（精确到0.01 g）石英砂，置于顶空瓶中，迅速向顶空瓶中加入10.0 ml饱和氯化钠溶液，并加入替代物和内标，进行了三个浓度的空白加标回收率实验，每个浓度做6个平行样（6次测定结果见表5-8、表5-9及表5-10），计算加标回收率，测定结果具体见表5-27。

表 5-27 固体废物空白加标回收率测定结果

序号	组分名称	25.0 µg/kg			100 µg/kg			500 µg/kg		
		实际样品含量 (µg/kg)	加标后浓度 (µg/kg)	回收率 (%)	实际样品含量 (µg/kg)	加标后浓度 (µg/kg)	回收率 (%)	实际样品含量 (µg/kg)	加标后浓度 (µg/kg)	回收率 (%)
1	苯	0	24.9	99.4	0	102	102	0	491	98.1
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	0	24.9	99.8	0	94.7	94.7	0	505	101
3	甲苯	0	27.0	108	0	102	102	0	484	96.7

序号	组分名称	25.0 µg/kg			100 µg/kg			500 µg/kg		
		实际样品含量 (µg/kg)	加标后浓度 (µg/kg)	回收率 (%)	实际样品含量 (µg/kg)	加标后浓度 (µg/kg)	回收率 (%)	实际样品含量 (µg/kg)	加标后浓度 (µg/kg)	回收率 (%)
4	乙苯	0	28.0	112	0	105	105	0	484	96.7
5	对-二甲苯	0	28.1	112	0	103	103	0	482	96.5
6	间-二甲苯	0	25.9	103	0	106	106	0	488	97.6
7	异丙苯	0	23.8	95.4	0	107	107	0	493	98.6
8	邻-二甲苯	0	27.3	109	0	104	104	0	482	96.5
9	正丙苯	0	22.3	89.2	0	102	102	0	504	101
10	苯乙烯	0	23.9	95.4	0	103	103	0	471	94.3
11	*4-溴氟苯	0	23.6	94.5	0	95.2	95.2	0	510	102

表5-27表明，固体废物空白加标回收率均在80~120%之间。

方法选取了污水厂底泥固废、化工厂底泥固废和焦油固废进行了加标浓度为25.0 µg/kg、100 µg/kg的基体加标样品测定，每个样品做6个平行样（6次测定结果见表5-11至表5-16），分别计算加标回收率，测定结果具体见表5-28、表5-29。

表 5-28 固体废物加标浓度 25.0 µg/kg 的回收率测定结果

序号	化合物名称	污水处理厂底泥 (25.0 µg/kg)			化工厂底泥 (25.0 µg/kg)			焦油固废 (25.0 µg/kg)		
		实际样品含量 (µg/kg)	加标后浓度 (µg/kg)	回收率 (%)	实际样品含量 (µg/kg)	加标后浓度 (µg/kg)	回收率 (%)	实际样品含量 (µg/kg)	加标后浓度 (µg/kg)	回收率 (%)
1	苯	0	17.9	71.6	0	22.7	90.8	54.7	72.8	72.4
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	0	28.6	114	0	26.6	106	0	28.9	116
3	甲苯	12.8	34.2	85.7	7.10	28.8	86.9	15.5	31.1	62.5
4	乙苯	16.4	46.3	120	6.93	28.8	87.7	66.8	83.2	65.8
5	对-二甲苯	0	29.8	119	0	26.4	105	0	26.5	106
6	间-二甲苯	0	29.7	119	0	25.1	100	0	24.7	98.9
7	异丙苯	0	23.5	93.8	0	26.2	105	0	25.0	100
8	邻-二甲苯	0	28.1	113	0	29.2	117	31.5	62.1	122
9	正丙苯	0	19.9	79.8	0	22.5	89.9	0	22.3	89.0
10	苯乙烯	0	28.2	113	0	19.7	79.0	21.8	43.9	88.4
11	*4-溴氟苯	0	29.7	119	0	24.6	98.5	0	27.3	109



表 5-29 固体废物加标 100 µg/kg 的回收率测定结果

序号	化合物名称	污水处理厂底泥 (100 µg/kg)			化工厂底泥 (100 µg/kg)			焦油固废 (100 µg/kg)		
		实际样品含量 (µg/kg)	加标后浓度 (µg/kg)	回收率 (%)	实际样品含量 (µg/kg)	加标后浓度 (µg/kg)	回收率 (%)	实际样品含量 (µg/kg)	加标后浓度 (µg/kg)	回收率 (%)
1	苯	0	71.1	71.1	0	80.0	80.0	54.7	177	123
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	0	93.6	93.6	0	85.6	85.6	0	118	118
3	甲苯	12.8	106	93.3	7.10	96.8	89.7	15.5	141	126
4	乙苯	16.4	137	120	6.93	125	118	66.8	189	122
5	对-二甲苯	0	110	110	0	106	106	0	106	106
6	间-二甲苯	0	114	114	0	114	114	0	114	114
7	异丙苯	0	112	112	0	90.8	90.8	0	90.8	90.8
8	邻-二甲苯	0	106	106	0	114	114	31.5	157	125
9	正丙苯	0	117	117	0	113	113	0	112	112
10	苯乙烯	0	118	118	0	111	111	21.8	148	126
11	*4-溴氟苯	0	85.0	85.0	0	93.9	93.9	0	97.0	97.0

表5-28至表5-29表明，固体废物样品加标回收率均在62.5~126%之间。

#### 5.11.4 测定固体废物浸出液的准确度

本课题组以空白加标进行了两种浸提剂、三个浓度的加标回收率测定（水浸提剂空白加标6次测定结果见表5-17、表5-18及表5-19，醋酸浸提剂空白加标6次测定结果见表5-20、表5-21及表5-22），具体见表5-30、5-31。

表5-30 水浸提剂空白加标回收率测定结果

序号	化合物名称	5.00 µg/L			20.0 µg/L			100 µg/L		
		实际样品含量 (µg/L)	加标后浓度 (µg/L)	回收率 (%)	实际样品含量 (µg/L)	加标后浓度 (µg/L)	回收率 (%)	实际样品含量 (µg/L)	加标后浓度 (µg/L)	回收率 (%)
1	苯	0	4.03	80.5	0	20.4	102	0	100	100
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	0	4.60	92.0	0	20.9	105	0	104	104
3	甲苯	0	4.12	82.5	0	20.4	102	0	101	101
4	乙苯	0	4.15	82.9	0	23.0	115	0	100	100
5	对-二甲苯	0	4.02	80.4	0	19.5	97.4	0	100	100
6	间-二甲苯	0	4.12	82.3	0	22.4	112	0	100	100
7	异丙苯	0	4.01	80.2	0	19.3	96.6	0	97.2	97.2
8	邻-二甲苯	0	4.08	81.6	0	22.6	113	0	100	100
9	正丙苯	0	4.28	85.5	0	19.3	96.4	0	101	101
10	苯乙烯	0	4.04	80.8	0	19.6	97.9	0	98.2	98.2
11	*4-溴氟苯	0	4.49	89.8	0	19.8	99.0	0	102	102

表5-31 醋酸浸提剂空白加标回收率测定结果

序号	化合物名称	5.00 µg/L			20.0 µg/L			100 µg/L		
		实际样品含量 (µg/L)	加标后浓度 (µg/L)	回收率 (%)	实际样品含量 (µg/L)	加标后浓度 (µg/L)	回收率 (%)	实际样品含量 (µg/L)	加标后浓度 (µg/L)	回收率 (%)
1	苯	0	4.92	98.4	0	20.3	102	0	97.3	97.3
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	0	4.64	92.8	0	21.5	107	0	102	102
3	甲苯	0	4.67	93.4	0	19.8	98.8	0	96.7	96.7
4	乙苯	0	4.60	91.9	0	20.2	101	0	96.7	96.7
5	对-二甲苯	0	5.55	111	0	20.2	101	0	97.8	97.8
6	间-二甲苯	0	5.16	103	0	20.2	101	0	97.1	97.1
7	异丙苯	0	4.70	94.1	0	20.5	102	0	99.3	99.3
8	邻-二甲苯	0	4.78	95.5	0	20.2	101	0	96.5	96.5
9	正丙苯	0	5.36	107	0	20.4	102	0	97.5	97.5
10	苯乙烯	0	4.84	96.8	0	19.4	97.1	0	93.4	93.4
11	*4-溴氟苯	0	4.49	89.7	0	21.3	106	0	103	103

表5-30、表5-31表明，水浸提剂和醋酸浸提剂空白加标回收率均在80~120%之间。

本实验室选取污水处理厂底泥固废进行了浸出液的加标实验，加标量为5.00 µg/L及20.0 µg/L（醋酸浸出液加标6次测定结果见表5-23及表5-24，水浸出液加标6次测定结果见表5-25及表5-26），具体见表5-32和表5-33。

表5-32 醋酸浸出液加标回收率测定结果

序号	化合物名称	5.00 µg/L			20.0 µg/L		
		实际样品含量 (µg/L)	加标后浓度 (µg/L)	回收率 (%)	实际样品含量 (µg/L)	加标后浓度 (µg/L)	回收率 (%)
1	苯	0	5.12	102	0	20.3	101
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	0	4.91	98.2	0	20.2	101
3	甲苯	0.47	5.11	92.9	0.47	20.9	103
4	乙苯	0	4.99	100	0	20.7	101
5	对-二甲苯	0	5.11	102	0	20.2	102
6	间-二甲苯	0	5.16	103	0	20.9	101
7	异丙苯	0	5.17	103	0	20.3	105
8	邻-二甲苯	0	5.21	104	0	20.9	101
9	正丙苯	0	5.06	101	0	20.4	104
10	苯乙烯	0	5.06	101	0	20.6	102
11	*4-溴氟苯	0	4.99	100	0	20.0	103

表5-33 水浸出液加标回收率测定结果

序号	化合物名称	5.00 µg/L			20.0 µg/L		
		实际样品含量 (µg/L)	加标后浓度 (µg/L)	回收率 (%)	实际样品含量 (µg/L)	加标后浓度 (µg/L)	回收率 (%)
1	苯	0	4.95	98.9	0	20.7	103
2	*甲苯-D <sub>8</sub>	0	5.19	104	0	21.2	106
3	甲苯	0.70	5.11	88.2	0.70	21.6	104
4	乙苯	0	4.90	98.0	0	21.3	107
5	对-二甲苯	0	5.15	103	0	19.8	99.1
6	间-二甲苯	0	4.17	83.5	0	21.7	108
7	异丙苯	0	4.96	99.2	0	20.8	104
8	邻-二甲苯	0	4.73	94.6	0	21.2	106
9	正丙苯	0	5.03	101	0	19.1	95.7
10	苯乙烯	0	4.59	91.7	0	19.3	96.6
11	*4-溴氟苯	0	5.11	102	0	20.9	104

表5-32、表5-33表明，水浸出液和醋酸浸出液基体加标回收率均在80~120%之间。

## 5.12 质量保证和质量控制

样品空白控制指标参照 EPA 8000C。每批样品至少应采集一个全程序空白样品。其分析结果应满足空白试验的控制指标，小于方法检出限，否则需查找原因，排除干扰后重新采集样品分析。全程序空白：采样前在实验室将 10.0 ml 饱和氯化钠溶液和 2.0 g 石英砂放入顶空瓶中密封，将其带到采样现场。采样时开封后迅速密封，之后随样品运回实验室，按与样品相同的分析步骤进行实验，用于检查样品运输过程中是否受到污染。

其他质量保证和质量控制措施参照 EPA 8260B、EPA 8260C、EPA 8000C 中的部分规定及 HJ 168 的相关规定。

### 5.12.1 工作曲线

所要定量的目标物 RRF 的 RSD 应小于等于 20%，或者线性工作曲线相关系数大于 0.990，否则需重新绘制工作曲线。

### 5.12.2 校准确认

参照 EPA 8000C，每批样品分析前或 24 h 之内，利用工作曲线中间点进行校准确认，目标化合物的测定值与初始值的比值范围应在 80%~120%，否则，应重新绘制工作曲线。

配制目标化合物浓度为 0.20 µg 工作曲线中间点，进行校准确认，目标化合物校准确认数据见表 5-34。计算公式如下：

$$D = \frac{C_c}{C_1} \times 100$$

其中： $D$ ——目标化合物的测定值与初始值的比值，%；

$C_1$ ——目标化合物物的初始值， $\mu\text{g}$ ；

$C_c$ ——目标化合物测定值， $\mu\text{g}$ 。

表 5-34 校准确认数据

序号	化合物名称	$C_1$ ( $\mu\text{g}$ )	$C_c$ ( $\mu\text{g}$ )	$D$ (%)
1	苯	0.20	0.192	96.0
2	甲苯	0.20	0.194	97.0
3	乙苯	0.20	0.193	96.5
4	对-二甲苯	0.20	0.193	96.5
5	间-二甲苯	0.20	0.194	97.0
6	异丙苯	0.20	0.195	97.5
7	邻-二甲苯	0.20	0.193	96.5
8	正丙苯	0.20	0.191	95.5
9	苯乙烯	0.20	0.196	98.0

表 5-34 表明，目标化合物的测定值与初始值的比值范围为 96.0~98.0%，均在 80%~120%。

### 5.12.3 样品

依据《固体废弃物试验分析评价手册》(1992)，质量控制要求如下：

实验室空白和全程序空白样品中目标化合物浓度均应低于方法检出限。

每一批样品（最多 20 个）应选择一个样品进行平行分析，平行双样测定结果的相对偏差应 $\leq 20\%$ 。

每一批样品（最多 20 个）至少做一次加标回收率测定，样品中替代物加标回收率均应在 70%~120%之间，否则应重复分析该样品。若重复测定替代物回收率仍不合格，说明样品存在基体效应。此时应分析一个空白加标样品，其中的目标物回收率应在 70%~120%之间。

## 6 方法验证

### 6.1 方法验证方案

#### 6.1.1 参与方法验证的实验室、验证人员的基本情况

有实验室资质的六家单位参加了方法验证工作，具体名单如表 6-1。

表 6-1 方法验证的实验室、验证人员的基本情况

姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	参加分析 工作年限	所在单位名称	实验室 编号
赵丽娟	女	35	高级工程师	环境工程	13 年	辽宁省环境监测实验中心	1
卢迎红	女	43	高级工程师	环境化学	18 年	沈阳市环境监测中心站	2
李振国	男	44	高级工程师	化学工程	14 年	大连市环境监测中心	3
费金岩	女	34	高级工程师	环境科学	10 年	抚顺市环境监测中心站	4
李承	男	33	工程师	应用化学	7 年	辽阳市环境监测站	5
曾淼	女	35	工程师	有色金属冶金	3 年		
辛宏斌	男	36	高级工程师	环境工程	11 年	锦州市环境监测中心站	6

按照《环境监测 分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2010)的要求,组织六家有资质的实验室进行验证,编制方法验证报告,验证数据主要包括检出限、精密度以及准确度等特性指标。

### 6.1.2 分析条件

#### 6.1.2.1 顶空进样器参考条件

加热平衡温度 85 ℃; 加热平衡时间 50 min; 取样针温度 100 ℃; 传输线温度 110 ℃, 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 1 min; 进样时间 0.2 min; 拨针时间 0.4 min。

#### 6.1.2.2 气相色谱仪参考条件

程序升温: 40 ℃ (保持 6 min)  $\xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  110 ℃ (保持 1 min)  $\xrightarrow{6\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  200 ℃ (保持 3 min)。进样口温度: 250 ℃。接口温度: 230 ℃。载气: 氦气; 进样口压力: 7.1 psi。进样方式: 分流进样, 分流比: 5: 1。

#### 6.1.2.3 质谱仪参考条件

扫描范围: 35 amu~300 amu。扫描速度: 1 sec/scan。每个色谱峰至少有 5 次扫描。离子化能量: 70 eV。离子源温度: 230 ℃。四级杆温度: 150 ℃。扫描方式: 全扫描 (SCAN) 或选择离子扫描 (SIM)。

### 6.1.3 标准系列配制

#### 6.1.3.1 测定固体废物的工作曲线绘制

向 5 支顶空瓶中依次加入 2 g 石英砂 (精确至 0.01 g)、10 ml 饱和氯化钠溶液, 再向各

瓶中分别加入一定量的标准使用液和替代物，配制苯系物和替代物浓度分别为 0.05、0.10、0.20、0.50、1.00  $\mu\text{g}$  的标准系列，并各加入内标使用液，使内标浓度为 0.50  $\mu\text{g}$ ，立即密封。将配制好的标准系列样品在振荡器上以 150 次/min 的频率振荡 10 min，由低浓度到高浓度依次进样分析，建立工作曲线或计算平均响应因子。

#### 6.1.3.2 测定固体废物水浸出液的工作曲线绘制

分别向 5 支顶空瓶中加入 10.0 ml 浸提剂（水），再向各瓶中分别加入一定量的标准使用液和替代物，配制苯系物和替代物浓度分别为 5.00、10.0、20.0、50.0、100  $\mu\text{g/L}$  的标准系列，并同时加入内标使用液，立即密封。按照仪器参考条件（6.1.2），从低浓度到高浓度依次测定。建立工作曲线或计算平均响应因子。

#### 6.1.3.3 测定固体废物醋酸浸出液的工作曲线绘制

分别向 5 支顶空瓶中加入 10.0 ml 浸提剂（醋酸），再向各瓶中分别加入一定量的标准使用液和替代物，配制苯系物和替代物浓度分别为 5.00、10.0、20.0、50.0、100  $\mu\text{g/L}$  的标准系列，并同时加入内标使用液，立即密封。按照仪器参考条件（6.1.2），从低浓度到高浓度依次测定。建立工作曲线或计算平均响应因子。

#### 6.1.4 方法检出限及测定下限的确定

测定含量为 10.0  $\mu\text{g/kg}$  的实验室固体废物空白加标样品，剔除离群值后将各自的 7 次测定结果计算标准偏差  $S$ ，此时检出限  $\text{MDL} = S \times 3.143$ 。以 4 倍检出限做为目标化合物的测定下限。

测定含量为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的实验室固体废物水浸提剂空白加标样品，剔除离群值后将各自的 7 次测定结果计算标准偏差  $S$ ，确定方法检出限和测定下限。

测定含量为 2.00  $\mu\text{g/L}$  的实验室固体废物醋酸浸提剂空白加标样品，剔除离群值后将各自的 7 次测定结果计算标准偏差  $S$ ，确定方法检出限和测定下限。

最终的方法检出限为各实验室所得数据的最高值。

#### 6.1.5 方法精密度的确定

选取污水处理厂废弃的底泥做为实际固体废物样品，分别发放给 6 家验证实验室 500 g 左右。配制 6 个目标化合物含量为 25.0  $\mu\text{g/kg}$ 、100  $\mu\text{g/kg}$  和 500  $\mu\text{g/kg}$  的基体加标样品进行测定，对上述三种测定结果剔除离群值后计算平均值、标准偏差、相对标准偏差等特性指标，按照《环境监测 分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2010）的要求确定方法精密度。

选取污水处理厂废弃的底泥做为实际固体废物样品，使用水做为浸提剂制备浸出液样品，分别发放给 6 家验证实验室 500 ml 左右。配制 6 个目标化合物含量为 5.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$

和 100  $\mu\text{g/L}$  的基体加标样品进行测定，对上述三种测定结果剔除离群值后计算平均值、标准偏差、相对标准偏差等特性指标，按照《环境监测 分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2010）的要求确定固体废物水浸出液方法精密度。

选取污水处理厂废弃的底泥做为实际固体废物样品，使用醋酸缓冲溶液做为浸提剂制备浸出液样品，分别发放给 6 家验证实验室 500 ml 左右。配制 6 个目标化合物含量为 5.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 100  $\mu\text{g/L}$  的基体加标样品进行测定，对上述三种测定结果剔除离群值后计算平均值、标准偏差、相对标准偏差等特性指标，按照《环境监测 分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2010）的要求确定固体废物醋酸浸出液方法精密度。

标准编制组对各验证实验室的数据进行汇总统计分析，计算实验室间相对标准偏差、重复性限  $r$  和再现性限  $R$ 。

#### 6.1.6 方法准确度的确定

选取污水处理厂废弃的底泥做为实际固体废物样品，分别发放给 6 家验证实验室 500 g 左右。每一个样品平行测定 6 次取其平均值；再分别对加标含量为 25.0  $\mu\text{g/kg}$ 、100  $\mu\text{g/kg}$  和 500  $\mu\text{g/kg}$  的基体加标样品进行 6 次平行测定，剔除离群值后将 6 次测定结果计算加标回收率等特性指标，按照《环境监测 分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2010）的要求确定固体废物方法准确度。

选取污水处理厂废弃的底泥做为实际固体废物样品，使用水做为浸提剂制备浸出液样品，分别发放给 6 家验证实验室 500 ml 左右。每一个样品平行测定 6 次取其平均值；再分别对加标含量为 5.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 100  $\mu\text{g/L}$  的基体加标样品进行 6 次平行测定，剔除离群值后将 6 次测定结果计算加标回收率等特性指标，按照《环境监测 分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2010）的要求确定固体废物水浸出液方法准确度。

选取污水处理厂废弃的底泥做为实际固体废物样品，使用醋酸缓冲溶液做为浸提剂制备浸出液样品，分别发放给 6 家验证实验室 500 ml 左右。每一个样品平行测定 6 次取其平均值；再分别对加标含量为 5.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$  和 100  $\mu\text{g/L}$  的基体加标样品进行 6 次平行测定，剔除离群值后将 6 次测定结果计算加标回收率等特性指标，按照《环境监测 分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2010）的要求确定固体废物醋酸浸出液方法准确度。

标准编制组对各验证实验室的数据进行汇总统计分析，计算加标回收率的均值及变动范围。

#### 6.1.7 验证单位各自采集实际样品进行精密度和准确度验证

数据见附 1 《方法验证报告》。

## 6.2 方法验证过程

(1) 首先, 通过筛选确定方法验证单位。按照方法验证方案准备实验用品, 与验证单位确定验证时间。在方法验证前, 参加验证的操作人员应熟悉和掌握方法原理、操作步骤及流程。方法验证过程中所用的试剂和材料、仪器和设备及分析步骤应符合方法相关要求。

(2) 按照标准文本和《环境监测 分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2010) 的要求进行方法检出限、精密度和准确度测定和统计分析。

(3) 《方法验证报告》见附 1。

## 6.3 方法验证数据取舍

(1) 检出限: 本标准验证方案浓度为 10.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的实验室空白加标样品计算方法检出限。按照 HJ 168-2010 的要求, 对于针对多组分的分析方法, 一般要求至少有 50% 的被分析物样品浓度在 3~5 倍计算出的方法检出限的范围内, 同时, 至少 90% 的被分析物样品浓度在 1~10 倍计算出的方法检出限的范围内, 其余不多于 10% 的被分析物样品浓度不应超过 20 倍计算出的方法检出限。6 家验证单位的测定结果均满足上述条件, 将 6 家检出限中的最大值, 定为该化合物的检出限。

(2) 本课题组在进行数据统计时, 所有数据全部采用, 未进行取舍。

(3) 方法精密度和准确度统计结果能满足方法特性指标要求。

## 7 与开题报告的差异说明

2015年11月, 本方法在北京召开了开题论证会, 论证委员会提出将《固体废物 挥发性芳香烃的测定 热脱附/气相色谱-质谱法》改为《固体废物 苯系物的测定 顶空-气相色谱法》和《固体废物 苯系物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》两个标准方法; 将验证方案中一个浓度的实际样品做精密度和准确度验证改为低、中、高三个不同浓度。同时, 增加了参加验证的实验室各自采集实际样品进行精密度和准确度实验。

## 8 标准实施建议

国内现行的标准中, 没有固体废物中苯系物的质量标准和排放标准, 建议国家制订相关控制标准, 把固体废物中苯系物的限值纳入标准中。

## 9 标准征求意见稿技术审查情况

### 9.1 审查会会议纪要意见及协调处理情况

2017年1月4日, 在北京召开了标准征求意见稿技术审议会, 会议纪要见表 9-1。



表 9-1 国家环境保护标准征求意见稿技术审查会纪要

标准名称	固体废物 苯系物的测定 顶空/气相色谱-质谱法 (1086)。		
主持单位	环境保护部环境监测司		
项目承担单位	鞍山市环境监测中心站		
时 间	2017 年 1 月 4 日	地 点	北京
审查结论	通过□	不通过□	
<p>专家意见:</p> <p>专家组听取了标准主编单位关于征求意见稿的主要技术内容、编制工作过程的汇报,经质询、讨论,形成以下审查意见:</p> <p>一、标准主编单位提供的材料齐全、内容详实完整,格式规范;</p> <p>二、制定的标准具有科学性、适用性和可操作性,能满足测定需求。</p> <p>专家组通过对本标准征求意见稿的技术审查,建议按以下意见修改完成后,公开征求意见:</p> <p>1、增加全程序空白样品的采集,制备及质量控制相关内容。</p> <p>2、编制说明中补充实验室内高浓度固体废物样品的实验数据。</p> <p>3、可选用一种化合物作为替代物。</p>			

根据审查会专家提出的会议纪要修改意见,编制组对标准方法进行了完善:

第一,在标准文本“6.3.1”中增加了“全程序空白试样”制备的相关内容;在标准文本“10.3.1”中增加了全程序空白质量保证和质量控制的相关内容。

第二,在编制说明“5.7.2.2”中补充了实验室内高浓度固体废物样品(回收焦油渣)的实验数据,见表 5-1。

第三,在标准文本“4.12”中将“选用甲苯-d<sub>8</sub>和 4-溴氟苯作为替代物”修改为“选用甲苯-d<sub>8</sub>或 4-溴氟苯作为替代物”。

## 9.2 审查会其它意见及协调处理情况

审查会其它意见及协调处理情况见表9-2。

9-2 审查会其它意见及协调处理情况

序号	意见	协调处理情况
1	将文本中“警告”内容进行修改。	已修改。将“试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；应按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。”修改为“试验中所用有机溶剂和标准溶液为易挥发有毒物质，其配制和前处理过程应在通风柜中进行；操作时应按规定佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。”。
2	将“1适用范围”中9种苯系物名称详尽列出，并规范检出限和测定下限的有效位数。	已修改。将“本标准适用于固体废物和其浸出液中9种苯系物的测定。”修改为“本标准适用于固体废物和其浸出液中苯、甲苯、乙苯、对-二甲苯、间-二甲苯、异丙苯、邻-二甲苯、正丙苯和苯乙烯9种苯系物的测定。” 将“固体废物样品量为2 g时，9种目标化合物的方法检出限为2.5 μg/kg~3.6 μg/kg，测定下限10.0 μg/kg~14.4 μg/kg。”修改为“固体废物试样量为2 g时，9种目标化合物的方法检出限为3~4 μg/kg，测定下限12~16 μg/kg。”。
3	删除“3方法原理”中“在气液固三相”。	已修改。将“在气液固三相达到热力学动态平衡后”修改为“达到热力学动态平衡后”。
4	修改4.2中甲醇试剂级别。	已修改。“色谱级纯”修改为“农残级或相当级别”。
5	增加“4.4磷酸”密度。	已增加。增加“ $\rho=1.69 \text{ g/ml}$ ”内容。
6	删除“注1：以上所有标准溶液均以甲醇为溶剂，配制或开封后的标准溶液应置于密实瓶中，4℃以下避光保存，保存期一般为30 d。使用前应恢复至室温、混匀。”内容，将溶剂和保存期分别添加到4.9和4.10中。	已修改。
7	删除“4.8 浸提剂”内容。	已删除。
8	修改“4.14石英砂”单位。	已修改，将“20目~50目”修改为“0.30~0.85 mm”。
9	将“5.5往复振荡器：振荡频率150次/min，可固定顶空瓶。”中“振荡频率150次/min，可固定顶空瓶”删除。	已修改。
10	将“5.12便携式冷藏箱：容积20 L，温度4℃以下。”中“容积20 L，温度	已修改。

	4℃以下”删除。	
11	修改6.1.1内容。将“所有样品均应至少采集3份代表性样品”修改为“每个点位均应至少采集3份样品”。	已修改。
12	合并“注2：当样品中苯系物浓度大于1000 μg/kg时，视该样品为高含量样品。”和“注4：必要时，可在采样现场使用用于苯系物测定的便携式仪器对样品进行浓度高低的初筛。”内容。先叙述注4内容，再叙述注2内容。	已修改。见注1。
13	将6.2.1.2中“0.010~0.100 ml甲醇提取液”修改为“10~100 μl甲醇提取液”。	已修改。
14	在6.3中增加“全程序空白试样”内容。	已增加。见6.3.1。
15	将7.2中“校准曲线”修改为“工作曲线”。	已修改。
16	将7.3和7.4叙述内容进行修改。7.3中“按照仪器参考条件（7.1）进行测定”修改为“按照与绘制工作曲线相同的仪器条件进行测定”；7.4中“按照仪器参考条件（7.1）进行测定”修改为“按照与试样测定相同的仪器条件进行测定”。	已修改。
17	规范9.1中重复性限和再现性限的小数位数。	已修改。重复性限和再现性限的小数位数与检出限一致。
18	修改10.2内容。将“校准曲线”改为“工作曲线”； 删除“需更换色谱柱或采取其他措施”； 将“每12h分析一次校准曲线中间点，中间点的测定值与标准值的相对偏差应≤20%”修改为“每批样品分析前或24 h之内，利用工作曲线中间点进行校准确认，目标化合物的测定值与初始值的比值范围应在80%~120%”。	已修改。
19	10.3中增加全程序空白内容，同时删除运输空白内容。	已修改。见10.3.1。
20	删除“12.2在样品的保存和运输过程中，要避免沾污，样品应放在密闭、避光的冷藏箱中冷藏贮存。”、“12.3在分析过程中必要的器具、材料、药品等事先分析，确认其是否含有对分析测定有干扰目标物测定的物质。器具、	已删除。

		材料可采用甲醇清洗，尽可能在空白中除去干扰物质。”和“12.4如果毛细色谱柱不能将分析的对象物质完全分离，建议将色谱柱的两端或者进样口一端切去一段后使用。如果仍然不能够很好的分离，需要更换新的色谱柱。”内容。	
21		完善附录A表头内容；规范附录A中检出限和测定下限小数位数。	已修改。将“当固体废物取样量为2 g时，9种目标物的方法检出限和测定下限见附表A；当固体废物浸出液为10.0 ml时，9种目标物方法检出限和测定下限见附表A。”修改为“附表A中给出了2 g固体废物和10 ml固体废物浸出液的方法检出限和测定下限。”； 检出限均保留一位有效数字，测定下限为4倍检出限。
22		完善附录B表头内容；规范附录B中重复性限和再现性限小数位数。	已修改。 重复性限和再现性限小数位数与检出限一致。
23	编制说明	将“3.1”和“3.2”中所参照的国内外相关分析方法列入表格中。	已补充。见表3-1和表3-2。
24		增加全程序空白相关内容。	已补充。见5.7.3.1。
25		在5.8.1中补充说明顶空进样器条件的确定采用的是顶空-气相色谱法（FID）。	已补充。
26		将“5.8.1”中顶空前处理条件实验进行详细叙述，并将折线图修改为柱状图。	已修改。见5.8.1.1、5.8.1.2和5.8.1.3中的详细叙述；见图5-1至图5-3。
27		将“5.8.4”中“校准曲线”改为“工作曲线”。	已修改。
28		将“5.12.2”中“目标化合物的测定值与标准值的相对偏差应≤20%”改为“目标化合物的测定值与初始值的比值范围应在80%~120%”，同时修改公式。	已修改。 公式由“ $D = \frac{C_1 - C_c}{C_1} \times 100$ ”修改为“ $D = \frac{C_c}{C_1} \times 100$ ”。
29		规范有效数字保留位数。	已修改。检出限保留一位有效数字，重复性限和再现性限与检出限小数位数保持一致，修改结果见附件方法验证报告中表3-1至表3-4及“3方法验证结论”中内容。

## 10 参考文献

- [1] 美国环保局标准. Volatile organic compounds in soils and other solid matrices using equilibrium headspace analysis. Method 5021[M].Revision0. December 1996.
- [2] 美国环保局标准. Volatile organic compounds by gas chromatography/mass spectrometry (GCMS). U.S.EPA Method 8260B[M].Revision2. December 1996.
- [3] 美国环保局标准. Purge-and-trap for aqueous samples.U.S.EPA Method 5030 B[M].Revision2.December 1996.
- [4] 美国环保局标准. Method closed-system purge-and-trap and extraction for volatile organics in soil and waste samples.U.S.EPA Method 5035[M].Revision0.December 1996.
- [5] 美国环保局标准.Determinative chromatographic separations. U.S.EPA Method 8000C [M].Revision3.March 2003.
- [6] 《水和废水监测分析方法》第四版 国家环保总局《水和废水监测分析方法》编委会。
- [7] 应红梅等《吹脱-捕集气相色谱法测定底质中易挥发性有机物》。
- [8] 殷月芬等《土壤中挥发性有机化合物 GC-MS 测定》。
- [9] 刘慧等《吹扫-捕集气质联用法测定北京郊区土壤中挥发性有机物》。
- [10] Bruno Kolb and Leslie S Ettre.Static Headspace-Gas Chromatography Theory and Practice.WILEY-VCH.
- [11] 刘虎威等.《气相色谱方法及应用》(化学工业出版社, 2000年6月)。
- [12] 《危险废物鉴别标准 毒性物质含量鉴别》(GB 5085.6-2007)。
- [13] 《固体废弃物试验分析评价手册》(中国环境科学出版社, 1992)。
- [14] 《固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法》(HJ/T 299-2007)。
- [15] 《固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法》(HJ/T 300-2007)。
- [16] 《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》(GB 5085.3-2007)。
- [17] 《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 643-2013)。
- [18] 《土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 642-2013)。
- [19] 《固体废物 挥发性卤代烃的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 714-2014)。
- [20] 《土壤和沉积物 挥发性芳香烃的测定 顶空-气相色谱法》(HJ 742-2015)。
- [21] 《土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 顶空-气相色谱法》(HJ 741-2015)。
- [22] 《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空-气相色谱法》(HJ 760-2015)。

附 1:

# 方法验证报告

方法名称: 固体废物 苯系物的测定 顶空/气相色谱-质谱法

项目负责单位: 鞍山市环境监测中心站

验证单位: 辽宁省环境监测实验中心、沈阳市环境监测中心站、  
大连市环境监测中心、抚顺市环境监测中心站、辽阳  
市环境监测站和锦州市环境监测中心站

项目负责人及职称: 田 靖 教授级高级工程师

通讯地址: 鞍山市铁东区常青街 3-1 号电话 0412-5817546

报告编写及职称: 于 亮 工程师

报告日期: 2016 年 12 月 12 日

本方法的6家验证实验室依次为：辽宁省环境监测实验中心、沈阳市环境监测中心站、大连市环境监测中心、抚顺市环境监测中心站、辽阳市环境监测站以及锦州市环境监测中心站。对《固体废物 苯系物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》进行方法验证的结果进行汇总及统计分析。

## 1 原始测试数据

### 1.1 实验室基本情况

表 1-1 方法验证单位及验证人员相关信息

姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	参加分析 工作年限	所在单位名称	实验室 编号
赵丽娟	女	35	高级工程师	环境工程	13年	辽宁省环境监测实验中心	1
卢迎红	女	43	高级工程师	环境化学	18年	沈阳市环境监测中心站	2
李振国	男	44	高级工程师	化学工程	14年	大连市环境监测中心	3
费金岩	女	34	高级工程师	环境科学	10年	抚顺市环境监测中心站	4
李承	男	33	工程师	应用化学	7年	辽阳市环境监测站	5
曾淼	女	35	工程师	有色金属冶金	3年		
辛宏斌	男	36	高级工程师	环境工程	11年	锦州市环境监测中心站	6

表 1-2 仪器使用情况

仪器名称	规格型号	仪器出厂编号	性能状况(计量/校准 状态\量程\灵敏度)	备注
气相色谱质谱仪	Aglient 6890N/5975I	US55131925	良好	辽宁省环境监测实验中心
顶空前处理仪	PE HS4D	TH40L0701312	良好	
气相色谱质谱仪	Thermo Trace 1300/ISQ	713101439/1402 04	良好	沈阳市环境监测中心站
顶空前处理仪	ThermoTriPlus RSH	342368	良好	
气相色谱质谱仪	Aglient 7980B/5977A	CN14333041/U S1429L308	良好	大连市环境监测中心
顶空前处理仪	PE Turbomatrix40	TH40L1303135	良好	
气相色谱质谱仪	Aglient 6890/5973	US10349078/U S42510388	良好	抚顺市环境监测中心站
顶空前处理仪	7694E	IT80419025	良好	
气相色谱质谱仪	Aglient 7890B/5977A	CN14393085/U S1435M401	良好	辽阳市环境监测站

顶空前处理仪	G1888	IT00907006	良好	锦州市环境监测中心
气相色谱质谱仪	ThermoTraceDSQ II	MS220-0189	良好	
顶空前处理仪	Thermo TriPlus HS	20110280	良好	

表 1-3 使用试剂及溶剂登记表

名称	生产厂家、规格	纯化处理方法	备注
甲醇	TEDIA 农残级	—	
苯	环境保护部标准样品研究所 1 000 mg/L	—	
甲苯	环境保护部标准样品研究所 1 000 mg/L	—	
乙苯	环境保护部标准样品研究所 1 000 mg/L	—	
对二甲苯	环境保护部标准样品研究所 1 000 mg/L	—	
间二甲苯	环境保护部标准样品研究所 1 000 mg/L	—	
异丙苯	环境保护部标准样品研究所 1 000 mg/L	—	
邻二甲苯	环境保护部标准样品研究所 1 000 mg/L	—	
正丙苯	环境保护部标准样品研究所 1 000 mg/L	—	
苯乙烯	环境保护部标准样品研究所 1 000 mg/L	—	

## 1.2 方法检出限、测定下限测试数据

表 1-4 固体废物方法检出限、测定下限测试数据表

实验室	次数	目标物测试浓度(μg/kg)					
		苯	甲苯-D <sub>8</sub>	甲苯	乙苯	对-二甲苯	间-二甲苯
辽宁省 环境监 测实验 中心	1	9.05	9.80	9.90	9.55	9.00	8.95
	2	9.65	8.95	8.25	9.75	9.15	9.15
	3	7.55	9.80	8.55	8.10	8.10	7.80
	4	9.35	8.10	9.95	8.15	7.55	7.65
	5	8.10	9.95	9.85	9.35	8.80	8.75
	6	9.55	9.40	8.35	8.05	8.90	8.90
	7	9.15	8.00	9.85	9.65	9.05	9.00
	平均值 $\bar{x}_1$ (μg/kg)	8.91	9.14	9.24	8.94	8.65	8.60
	标准偏差 $S_1$ (μg/kg)	0.789	0.818	0.810	0.798	0.596	0.611
	t 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限(μg/kg)	2.5	2.6	2.5	2.5	1.9	1.9
测定下限(μg/kg)	10.0	10.4	10.0	10.0	7.6	7.6	
	1	9.40	9.70	9.20	8.85	8.75	9.35
	2	7.35	9.70	9.20	8.95	8.95	9.45



沈阳市 环境监 测中心 站	3	7.30	9.65	9.15	8.35	8.80	7.85
	4	7.10	8.10	7.60	7.35	7.60	7.80
	5	7.45	9.90	9.35	8.95	8.90	8.00
	6	7.50	9.85	9.35	9.05	7.80	8.00
	7	7.75	9.60	9.10	8.80	7.50	7.75
	平均值 $\bar{x}_2$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	7.69	9.50	8.99	8.61	8.33	8.31
	标准偏差 $S_2$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.779	0.626	0.621	0.602	0.659	0.748
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	2.4	2.0	2.0	1.9	2.1	2.4
	测定下限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	9.6	8.0	8.0	7.6	8.4	9.6
大连市 环境监 测中心	1	10.4	8.60	9.00	8.00	8.50	8.80
	2	10.1	9.20	9.40	8.40	8.80	9.20
	3	10.6	8.80	9.00	8.00	8.10	7.00
	4	8.10	7.10	7.30	6.30	7.00	6.80
	5	10.6	8.80	9.20	8.20	7.20	7.00
	6	10.6	8.80	9.00	8.20	7.00	7.20
	7	10.6	8.80	9.00	8.20	7.20	7.40
	平均值 $\bar{x}_3$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	10.1	8.59	8.84	7.90	7.69	7.63
	标准偏差 $S_3$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.920	0.679	0.697	0.719	0.763	0.962
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
检出限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	2.9	2.1	2.2	2.3	2.4	3.0	
测定下限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	11.6	8.4	8.8	9.2	9.6	12.0	
抚顺市 环境监 测中心 站	1	9.85	8.90	9.40	8.65	7.45	8.80
	2	9.85	9.05	9.00	8.70	7.70	8.40
	3	9.55	8.85	9.55	9.10	8.00	8.95
	4	9.35	9.15	9.60	9.00	7.75	8.35
	5	7.70	7.40	7.30	7.55	6.30	7.05
	6	9.30	8.95	9.25	9.10	7.95	8.45
	7	9.40	8.80	9.00	8.70	7.35	8.40
	平均值 $\bar{x}_4$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	9.29	8.73	9.01	8.69	7.50	8.34
	标准偏差 $S_4$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.735	0.598	0.793	0.538	0.580	0.615
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
检出限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	2.3	1.9	2.5	1.7	1.8	1.9	
测定下限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	9.2	7.6	10.0	6.8	7.2	7.6	
辽阳市 环境监 测站	1	8.30	8.85	9.20	7.75	8.15	8.60
	2	7.90	9.00	9.15	8.10	8.20	8.45
	3	7.60	8.95	9.50	7.85	8.05	8.45
	4	6.65	7.05	7.90	6.70	6.40	6.25
	5	6.55	7.35	7.75	6.55	7.75	8.65
	6	7.75	8.75	9.30	7.80	7.85	8.40
	7	7.85	9.15	9.45	7.75	8.10	8.55
	平均值 $\bar{x}_5$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	7.51	8.44	8.89	7.50	7.79	8.19
标准偏差 $S_5$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.661	0.862	0.741	0.611	0.632	0.861	

	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	2.1	2.7	2.3	1.9	2.0	2.7
	测定下限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	8.4	10.8	9.2	7.6	8.0	10.8
锦州市 环境监 测中心 站	1	10.1	9.40	10.6	9.20	9.80	10.2
	2	10.3	9.70	10.2	9.10	9.75	10.1
	3	10.1	9.80	10.4	9.30	9.60	10.2
	4	9.80	9.75	10.7	9.60	10.0	10.3
	5	9.85	9.60	10.6	9.60	9.60	9.60
	6	7.60	7.90	8.15	7.80	7.40	7.80
	7	10.1	9.60	10.1	9.20	9.30	9.85
	平均值 $\bar{x}_6$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	9.69	9.39	10.1	9.11	9.35	9.71
	标准偏差 $S_6$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.935	0.671	0.886	0.612	0.886	0.873
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	2.9	2.1	2.8	1.9	2.8	2.7
	测定下限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	11.6	8.4	11.2	7.6	11.2	10.8

续表 1-4 固体废物方法检出限、测定下限测试数据表

实验室	次数	目标物测试浓度( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )				
		异丙苯	邻-二甲苯	正丙苯	苯乙烯	4-溴氟苯
辽宁省 环境监 测实验 中心	1	9.40	8.80	9.20	9.25	9.70
	2	9.55	8.85	9.45	8.20	9.90
	3	8.15	7.45	7.75	8.25	7.80
	4	7.55	7.30	7.55	7.30	9.80
	5	9.10	8.50	9.00	8.95	9.30
	6	9.40	8.70	9.35	8.00	8.15
	7	9.50	8.75	9.30	8.75	9.65
	平均值 $\bar{x}_1$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	8.95	8.34	8.80	8.39	9.19
	标准偏差 $S_1$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.784	0.667	0.800	0.656	0.854
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	2.5	2.1	2.5	2.1	2.7
	测定下限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	10.0	8.4	10.0	8.4	10.8
沈阳市 环境监 测中心 站	1	8.60	9.75	9.70	9.85	8.85
	2	8.65	9.45	8.20	7.20	9.00
	3	8.55	7.35	8.10	8.00	8.90
	4	7.05	7.25	8.10	8.05	7.25
	5	8.65	7.45	7.70	8.30	8.80
	6	8.75	7.50	8.25	8.25	9.05
	7	8.30	7.15	7.90	8.35	8.65
	平均值 $\bar{x}_2$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	8.36	7.99	8.28	8.29	8.64
	标准偏差 $S_2$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.596	1.112	0.654	0.793	0.628
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1.9	3.5	2.1	2.5	2.0
	测定下限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	7.6	14.0	8.4	10.0	8.0

大连市 环境监 测中心	1	8.90	9.10	9.30	8.20	8.70
	2	9.20	9.70	9.90	8.90	9.40
	3	7.80	8.00	8.00	5.90	7.60
	4	7.60	7.80	7.80	6.60	7.90
	5	7.80	8.20	7.80	6.40	7.80
	6	8.00	7.90	8.20	6.00	7.90
	7	7.80	7.60	7.80	6.40	8.10
	平均值 $X_3$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	8.16	8.33	8.40	6.91	8.20
	标准偏差 $S_3$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.627	0.774	0.850	1.161	0.632
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	2.0	2.4	2.7	3.6	2.0
	测定下限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	8.0	9.6	10.8	14.4	8.0
抚顺市 环境监 测中心 站	1	8.65	7.30	8.75	8.25	9.40
	2	8.60	8.05	8.60	8.45	9.00
	3	8.75	7.65	9.20	6.90	9.30
	4	9.15	7.70	8.60	7.05	9.35
	5	7.15	6.40	7.10	6.45	7.45
	6	8.90	6.55	8.70	6.65	8.90
	7	8.80	7.60	8.80	6.90	9.10
	平均值 $X_4$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	8.57	7.32	8.54	7.24	8.93
	标准偏差 $S_4$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.652	0.620	0.665	0.788	0.678
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	2.1	1.9	2.1	2.5	2.1
	测定下限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	8.4	7.6	8.4	10.0	8.4
辽阳市 环境监 测站	1	8.15	7.80	7.25	7.75	8.90
	2	8.10	8.55	7.10	7.95	9.05
	3	8.25	8.15	7.70	7.90	8.80
	4	7.15	6.70	6.10	6.55	7.35
	5	6.65	6.90	5.60	6.45	7.45
	6	8.40	8.05	7.20	8.15	8.40
	7	8.30	8.10	7.30	8.40	8.60
	平均值 $X_5$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	7.86	7.75	6.89	7.59	8.36
	标准偏差 $S_5$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.677	0.688	0.751	0.775	0.691
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	2.1	2.2	2.4	2.4	2.2
	测定下限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	8.4	8.8	9.6	9.6	8.8
锦州市 环境监 测中心 站	1	10.7	9.80	11.2	10.8	9.60
	2	10.2	9.70	10.9	10.5	9.40
	3	10.6	9.80	11.1	10.6	9.80
	4	10.5	9.90	10.8	10.6	9.80
	5	10.4	9.70	10.9	10.4	9.80
	6	8.10	8.25	8.90	8.80	7.95
	7	10.3	10.1	11.0	10.8	10.1

平均值 $X_6$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	10.1	9.61	10.7	10.3	9.49
标准偏差 $S_6$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.892	0.614	0.791	0.698	0.706
$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
检出限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	2.8	1.9	2.5	2.2	2.2
测定下限( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	11.2	7.6	10.0	8.8	8.8

表 1-5 固体废物水浸出液方法检出限、测定下限测试数据表

实验室	次数	目标物测试浓度( $\mu\text{g}/\text{L}$ )					
		苯	甲苯-D <sub>8</sub>	甲苯	乙苯	对-二甲苯	间-二甲苯
辽宁省 环境监 测实验 中心	1	2.18	1.88	2.12	2.08	1.96	2.04
	2	2.06	2.24	1.84	1.72	1.72	1.60
	3	2.22	1.96	2.08	1.76	1.92	2.16
	4	2.36	1.96	2.16	1.92	2.00	1.61
	5	2.02	1.92	2.12	1.92	1.92	1.92
	6	2.22	1.88	2.04	1.76	1.80	1.96
	7	2.32	1.52	2.32	1.84	1.36	2.24
	平均值 $X_1$ ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	2.20	1.91	2.10	1.86	1.81	1.93
	标准偏差 $S_1$ ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	0.125	0.211	0.144	0.126	0.221	0.249
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	0.4	0.7	0.5	0.4	0.7	0.8
测定下限( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	1.6	2.8	2.0	1.6	2.8	3.2	
沈阳市 环境监 测中心 站	1	2.32	1.48	1.98	1.84	2.00	2.16
	2	2.12	1.72	1.53	1.53	1.72	2.16
	3	2.32	1.92	1.64	1.76	2.24	2.28
	4	2.36	1.64	1.96	1.76	2.16	2.20
	5	2.32	1.72	1.66	1.84	2.24	2.08
	6	1.93	1.72	2.01	1.72	1.96	1.88
	7	2.36	1.84	2.11	1.54	2.44	2.08
	平均值 $X_2$ ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	2.25	1.72	1.84	1.71	2.11	2.12
	标准偏差 $S_2$ ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	0.162	0.140	0.225	0.129	0.235	0.126
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	0.5	0.4	0.7	0.4	0.7	0.4
测定下限( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	2.0	1.6	2.8	1.6	2.8	1.6	
大连市 环境监 测中心	1	2.04	1.96	2.24	1.84	2.04	2.08
	2	1.88	1.84	2.24	1.56	1.68	2.04
	3	2.04	1.88	2.12	1.92	1.64	2.20
	4	2.12	2.04	1.92	2.08	1.88	1.72
	5	2.12	1.92	2.04	2.04	2.12	1.96
	6	1.96	1.84	2.36	2.00	1.84	1.92
	7	2.24	2.34	1.92	2.08	1.52	1.96
	平均值 $X_3$ ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	2.06	1.97	2.12	1.93	1.82	1.98
	标准偏差 $S_3$ ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	0.117	0.176	0.170	0.186	0.218	0.149
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143

	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.4	0.6	0.5	0.6	0.7	0.5
	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	1.6	2.4	2.0	2.4	2.8	2.0
抚顺市 环境监 测中心 站	1	2.22	1.88	2.11	1.72	1.96	1.48
	2	2.34	1.88	2.36	1.92	1.92	1.68
	3	1.96	1.92	2.24	1.72	1.40	2.01
	4	2.18	1.72	2.52	1.80	2.00	1.88
	5	1.84	1.63	2.36	1.84	1.96	1.60
	6	1.72	1.80	2.16	1.48	1.88	1.83
	7	1.84	1.62	2.20	1.80	1.84	1.94
	平均值 $\bar{x}_4$ ( $\mu\text{g/L}$ )	2.01	1.78	2.28	1.75	1.85	1.77
	标准偏差 $S_4$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.233	0.124	0.142	0.139	0.206	0.193
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.7	0.4	0.4	0.4	0.6	0.6
	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.8	1.6	1.6	1.6	2.4	2.4
辽阳市 环境监 测站	1	2.32	1.96	2.20	1.80	2.32	2.32
	2	2.40	1.76	2.44	1.84	2.12	2.00
	3	2.24	2.00	2.20	1.64	2.12	2.04
	4	1.94	1.68	1.80	1.48	2.36	2.04
	5	2.28	1.84	2.08	1.84	2.40	2.08
	6	2.08	1.64	2.24	1.72	1.92	1.88
	7	2.28	1.76	2.28	1.76	1.88	1.88
	平均值 $\bar{x}_5$ ( $\mu\text{g/L}$ )	2.22	1.81	2.18	1.73	2.16	2.03
	标准偏差 $S_5$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.157	0.136	0.198	0.129	0.209	0.149
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.5	0.4	0.6	0.4	0.7	0.5
	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.0	1.6	2.4	1.6	2.8	2.0
锦州市 环境监 测中心 站	1	2.16	2.08	0.96	2.00	2.28	2.12
	2	2.16	2.00	0.96	1.96	2.20	1.96
	3	1.92	1.92	1.44	1.58	1.93	1.52
	4	2.40	2.00	1.12	1.96	2.24	2.28
	5	2.40	2.04	1.16	1.92	2.32	1.92
	6	1.92	1.72	1.44	2.12	2.12	2.12
	7	1.88	1.76	1.52	1.88	2.12	1.96
	平均值 $\bar{x}_6$ ( $\mu\text{g/L}$ )	2.12	1.93	1.23	1.92	2.17	1.98
	标准偏差 $S_6$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.223	0.140	0.236	0.167	0.131	0.240
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.7	0.4	0.7	0.5	0.4	0.8
	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.8	1.6	2.8	2.0	1.6	3.2

续表 1-5 固体废物水浸出液方法检出限、测定下限测试数据表

实验室	次数	目标物测试浓度( $\mu\text{g/L}$ )				
		异丙苯	邻二甲苯	正丙苯	苯乙烯	4-溴氟苯
辽宁省	1	1.84	1.56	2.24	2.16	2.04

环境监测实验中心	2	1.44	1.44	2.12	1.92	1.88
	3	1.64	1.56	2.36	2.32	1.96
	4	1.84	1.68	2.44	2.12	1.96
	5	1.80	1.64	2.48	2.08	1.96
	6	1.52	1.52	2.24	1.72	1.64
	7	1.72	1.89	2.60	2.16	2.08
	平均值 $\bar{x}_1$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.69	1.61	2.35	2.07	1.93
	标准偏差 $S_1$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.159	0.145	0.166	0.194	0.144
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.5	0.5	0.5	0.6	0.5
	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.0	2.0	2.0	2.4	2.0
沈阳市环境监测中心站	1	1.80	2.24	1.92	1.84	2.08
	2	1.60	1.80	1.88	1.68	1.96
	3	1.84	1.96	2.00	1.80	2.16
	4	1.96	2.04	2.16	1.88	2.12
	5	1.88	2.08	1.52	1.48	1.76
	6	1.72	1.96	2.16	1.80	2.04
	7	1.88	2.20	2.20	1.96	2.16
	平均值 $\bar{x}_2$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.81	2.04	1.98	1.78	2.04
	标准偏差 $S_2$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.119	0.151	0.238	0.156	0.142
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.4	0.5	0.7	0.5	0.4
测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	1.6	2.0	2.8	2.0	1.6	
大连市环境监测中心	1	2.20	2.72	2.32	1.59	1.72
	2	2.32	2.08	1.80	1.92	1.52
	3	2.16	2.20	1.92	1.84	1.60
	4	2.28	2.04	2.04	2.16	1.72
	5	2.28	2.24	2.00	2.12	1.68
	6	1.97	2.56	1.52	2.08	1.64
	7	2.12	2.20	2.12	1.60	1.97
	平均值 $\bar{x}_3$ ( $\mu\text{g/L}$ )	2.19	2.29	1.96	1.90	1.69
	标准偏差 $S_3$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.121	0.253	0.253	0.238	0.141
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.4	0.8	0.8	0.7	0.4
测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	1.6	3.2	3.2	2.8	1.6	
抚顺市环境监测中心站	1	1.76	1.94	1.52	2.24	1.96
	2	1.80	1.64	1.88	2.04	1.96
	3	1.64	1.64	1.78	2.15	1.96
	4	1.88	1.68	1.60	2.12	1.59
	5	1.28	1.68	1.61	2.00	1.63
	6	1.44	1.88	1.68	1.88	1.88
	7	1.40	1.56	1.62	1.68	1.80
	平均值 $\bar{x}_4$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.60	1.72	1.67	2.02	1.83

	标准偏差 $S_4$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.229	0.139	0.122	0.188	0.159
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.7	0.4	0.4	0.6	0.5
	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.8	1.6	1.6	2.4	2.0
辽阳市 环境监 测站	1	1.98	2.16	1.80	1.88	2.00
	2	1.98	2.08	1.80	1.88	2.16
	3	1.84	2.04	2.04	1.76	2.08
	4	1.88	1.76	1.96	1.58	1.67
	5	1.53	2.00	1.76	1.88	2.04
	6	1.80	1.88	1.72	1.76	2.00
	7	1.68	1.92	2.00	1.68	1.96
	平均值 $\bar{X}_5$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.81	1.98	1.87	1.77	1.99
	标准偏差 $S_5$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.163	0.134	0.128	0.116	0.154
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.5	0.4	0.4	0.4	0.5
	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.0	1.6	1.6	1.6	2.0
锦州市 环境监 测中心 站	1	2.04	1.84	1.72	1.92	1.76
	2	2.00	1.56	1.76	2.04	1.88
	3	2.00	2.04	1.38	1.42	1.88
	4	2.04	2.16	1.72	1.92	1.88
	5	2.08	2.12	1.76	2.04	1.84
	6	2.00	2.08	1.64	1.92	1.76
	7	1.44	2.08	1.84	1.84	1.24
	平均值 $\bar{X}_6$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.94	1.98	1.69	1.87	1.75
	标准偏差 $S_6$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.224	0.213	0.149	0.212	0.231
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.7	0.7	0.5	0.7	0.7
	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.8	2.8	2.0	2.8	2.8

表 1-6 固体废物醋酸浸出液方法检出限、测定下限测试数据表

实验室	次数	目标物测试浓度( $\mu\text{g/L}$ )					
		苯	甲苯-D <sub>8</sub>	甲苯	乙苯	对-二甲苯	间-二甲苯
辽宁省 环境监 测实验 中心	1	2.24	1.92	2.32	1.92	2.04	2.08
	2	2.28	2.00	2.28	1.88	2.00	1.34
	3	2.04	1.96	2.36	2.00	2.00	2.00
	4	1.92	1.60	2.52	1.96	1.40	1.92
	5	1.96	1.92	2.56	1.65	2.04	1.72
	6	2.00	1.76	2.72	1.92	2.08	1.96
	7	2.28	1.84	2.36	1.76	1.96	1.88
	平均值 $\bar{X}_1$ ( $\mu\text{g/L}$ )	2.10	1.86	2.45	1.87	1.93	1.84
	标准偏差 $S_1$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.158	0.138	0.159	0.123	0.237	0.248
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.5	0.4	0.5	0.4	0.7	0.8

	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.0	1.6	2.0	1.6	2.8	3.2
沈阳市 环境监 测中心 站	1	2.44	1.44	1.48	1.96	2.00	2.20
	2	2.44	1.96	1.56	1.92	2.24	2.36
	3	2.44	1.72	1.56	1.63	2.24	2.16
	4	2.48	1.88	1.56	1.72	2.40	2.16
	5	2.52	1.80	1.64	1.96	2.12	2.08
	6	2.52	1.68	2.04	2.00	2.32	2.08
	7	2.02	1.64	1.28	1.88	1.68	1.96
	平均值 $X_2$ ( $\mu\text{g/L}$ )	2.41	1.73	1.59	1.87	2.14	2.14
	标准偏差 $S_2$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.175	0.171	0.229	0.139	0.242	0.124
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.6	0.5	0.7	0.4	0.8	0.4
测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.4	2.0	2.8	1.6	3.2	1.6	
大连市 环境监 测中心	1	1.80	2.04	2.00	1.92	1.78	2.16
	2	1.80	1.88	2.14	1.96	1.60	2.28
	3	1.45	2.22	2.06	2.12	1.28	2.00
	4	1.92	1.68	2.24	2.16	1.56	2.04
	5	1.84	1.64	2.21	2.08	1.96	2.04
	6	1.88	1.68	1.59	2.08	1.80	2.04
	7	1.72	1.74	2.08	1.56	1.52	1.83
	平均值 $X_3$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.77	1.84	2.05	1.98	1.64	2.06
	标准偏差 $S_3$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.156	0.219	0.218	0.205	0.223	0.139
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.5	0.7	0.7	0.6	0.7	0.4
测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.0	2.8	2.8	2.4	2.8	1.6	
抚顺市 环境监 测中心 站	1	2.12	1.62	2.04	1.56	1.80	1.64
	2	2.08	1.81	2.36	2.00	2.08	1.64
	3	2.32	1.92	2.24	1.84	1.88	1.94
	4	2.08	1.96	2.40	1.84	2.08	1.29
	5	2.16	2.03	2.44	1.84	1.44	2.08
	6	2.44	1.96	2.56	1.92	2.04	1.72
	7	2.48	1.96	2.40	1.88	1.92	1.68
	平均值 $X_4$ ( $\mu\text{g/L}$ )	2.24	1.89	2.35	1.84	1.89	1.71
	标准偏差 $S_4$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.171	0.138	0.166	0.137	0.226	0.251
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.5	0.4	0.5	0.4	0.7	0.8
测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.0	1.6	2.0	1.6	2.8	3.2	
辽阳市 环境监 测站	1	2.24	1.72	2.00	1.72	2.12	2.24
	2	2.02	1.68	1.96	1.88	1.76	2.24
	3	2.24	1.72	1.64	1.84	2.06	2.04
	4	1.95	2.00	1.80	1.92	1.68	2.36
	5	2.36	2.03	1.76	1.43	1.85	2.12
	6	2.40	1.84	1.68	1.96	1.76	2.12



	7	2.40	1.76	1.58	1.88	2.28	1.92
	平均值 $\bar{x}_5$ ( $\mu\text{g/L}$ )	2.23	1.82	1.77	1.80	1.93	2.15
	标准偏差 $S_5$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.181	0.141	0.159	0.181	0.224	0.146
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.6	0.4	0.5	0.6	0.7	0.5
	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.4	1.6	2.0	2.4	2.8	2.0
锦州市 环境监 测中心 站	1	2.36	1.64	1.52	2.12	2.32	2.20
	2	2.60	2.16	1.92	1.96	2.32	2.16
	3	2.48	2.04	1.44	2.00	2.32	2.72
	4	2.04	2.16	1.96	1.57	1.87	2.24
	5	2.44	2.00	1.28	1.96	2.04	2.00
	6	2.08	2.12	1.47	1.96	2.32	2.04
	7	2.40	1.80	1.59	1.96	2.16	2.08
	平均值 $\bar{x}_6$ ( $\mu\text{g/L}$ )	2.34	1.99	1.60	1.93	2.19	2.21
	标准偏差 $S_6$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.208	0.198	0.253	0.170	0.180	0.243
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.7	0.6	0.8	0.5	0.6	0.8
	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.8	2.4	3.2	2.0	2.4	3.2

续表 1-6 固体废物醋酸浸出液方法检出限、测定下限测试数据表

实验室	次数	目标物测试浓度( $\mu\text{g/L}$ )				
		异丙苯	邻-二甲苯	正丙苯	苯乙烯	4-溴氟苯
辽宁省 环境监 测实验 中心	1	2.04	1.88	2.44	2.52	2.04
	2	1.84	1.92	2.56	2.68	1.96
	3	2.00	2.00	2.68	2.44	1.96
	4	1.92	2.08	2.84	2.48	1.67
	5	2.00	2.00	2.68	2.40	1.96
	6	2.08	2.04	2.80	2.44	2.00
	7	1.64	2.28	2.48	2.20	1.84
	平均值 $\bar{x}_1$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.93	2.03	2.64	2.45	1.92
	标准偏差 $S_1$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.151	0.130	0.153	0.144	0.125
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.5	0.4	0.5	0.5	0.4
	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.0	1.6	2.0	2.0	1.6
沈阳市 环境监 测中心 站	1	1.88	2.36	2.04	1.96	2.16
	2	1.96	2.08	2.12	1.56	2.24
	3	2.00	2.20	1.76	1.64	1.93
	4	1.47	2.32	2.36	1.68	2.24
	5	2.00	2.20	1.92	1.64	2.20
	6	2.00	2.20	2.08	1.64	2.16
	7	1.84	2.00	1.84	1.44	2.00
	平均值 $\bar{x}_2$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.88	2.19	2.02	1.65	2.13
	标准偏差 $S_2$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.191	0.125	0.200	0.158	0.121

	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.6	0.4	0.6	0.5	0.4
	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.4	1.6	2.4	2.0	1.6
大连市 环境监 测中心	1	2.20	2.08	1.76	2.12	2.14
	2	2.20	2.32	2.00	1.62	1.92
	3	2.28	2.36	2.04	1.86	1.84
	4	2.16	2.32	2.20	2.24	1.88
	5	2.20	2.04	2.04	1.76	1.98
	6	2.28	2.40	2.12	2.24	1.85
	7	1.79	2.24	2.08	2.16	1.78
	平均值 $\bar{x}_3$ ( $\mu\text{g/L}$ )	2.16	2.25	2.03	2.00	1.91
	标准偏差 $S_3$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.169	0.140	0.137	0.251	0.118
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.5	0.4	0.4	0.8	0.4
	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.0	1.6	1.6	3.2	1.6
抚顺市 环境监 测中心 站	1	1.64	1.59	2.23	2.28	1.54
	2	2.04	2.04	1.64	1.64	1.96
	3	1.72	1.84	2.24	2.04	1.84
	4	1.96	2.00	1.76	1.56	1.92
	5	1.84	2.00	1.68	1.86	1.96
	6	1.36	2.04	1.80	1.92	1.92
	7	1.60	1.88	1.82	2.00	1.80
	平均值 $\bar{x}_4$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.74	1.91	1.88	1.90	1.85
	标准偏差 $S_4$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.232	0.162	0.250	0.245	0.149
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.7	0.5	0.8	0.8	0.5
	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.8	2.0	3.2	3.2	2.0
辽阳市 环境监 测站	1	1.72	1.92	2.00	1.74	1.81
	2	2.08	2.16	2.32	1.94	1.75
	3	1.80	2.08	2.32	1.52	2.08
	4	1.92	2.28	1.92	1.60	2.04
	5	1.96	2.16	2.20	1.52	2.16
	6	2.00	2.12	1.88	1.60	2.12
	7	1.84	2.00	2.12	1.52	2.04
	平均值 $\bar{x}_5$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.90	2.10	2.11	1.63	2.00
	标准偏差 $S_5$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.124	0.117	0.181	0.156	0.157
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.4	0.4	0.6	0.5	0.5
	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	1.6	1.6	2.4	2.0	2.0
锦州市 环境监 测中心 站	1	1.88	1.76	1.58	1.56	1.57
	2	2.12	1.72	1.94	1.72	1.62
	3	1.60	1.92	1.86	1.96	1.84
	4	2.12	1.84	1.44	1.64	1.94

	5	2.04	2.12	1.74	1.60	1.76
	6	2.16	2.20	1.68	1.72	1.72
	7	1.76	2.12	1.80	1.64	1.72
	平均值 $\bar{X}_6$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.95	1.95	1.72	1.69	1.74
	标准偏差 $S_6$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.213	0.192	0.170	0.132	0.125
	$t$ 值	3.143	3.143	3.143	3.143	3.143
	检出限( $\mu\text{g/L}$ )	0.7	0.6	0.5	0.4	0.4
	测定下限( $\mu\text{g/L}$ )	2.8	2.4	2.0	1.6	1.6

### 1.3 方法精密度测试数据

#### 1.3.1 固体废物样品精密度测试数据

表 1-7 固体废物样品精密度测试数据

实验室	名称	加标浓度 ( $\mu\text{g/kg}$ )	测量值 ( $\mu\text{g/kg}$ )						平均值 $\bar{X}_i$ ( $\mu\text{g/kg}$ )	标准偏差 $S_i$ ( $\mu\text{g/kg}$ )	相对标准偏差 $RSD_i$ (%)
			1	2	3	4	5	6			
辽宁省 环境 监测 实验 中心	苯	25.0	17.5	23.9	17.8	18.1	18.7	18.2	19.0	2.43	13
		100	102	94.0	100	110	119	115	107	9.51	8.9
		500	470	496	493	500	534	559	509	32.1	6.3
	甲苯 -D <sub>8</sub>	25.0	19.6	21.4	18.9	18.0	19.4	19.2	19.4	1.14	5.9
		100	99.3	101	100	95.5	99.4	100	99.3	2.02	2.0
		500	506	517	536	471	522	510	511	21.9	4.3
	甲苯	25.0	62.6	59.3	65.4	57.1	54.7	65.4	60.7	4.43	7.3
		100	122	128	129	123	122	117	124	4.46	3.6
		500	535	506	531	517	515	526	522	10.8	2.1
	乙苯	25.0	12.8	18.8	17.9	13.8	14.0	14.4	15.3	2.45	16
		100	92.5	90.7	98.7	93.9	98.2	97.3	95.2	3.30	3.5
		500	465	534	496	525	506	463	498	29.9	6.0
	对-二甲 苯	25.0	16.8	16.9	19.0	19.4	12.8	13.6	16.4	2.73	17
		100	94.1	91.3	99.3	93.9	97.9	97.5	95.7	3.02	3.2
		500	523	515	549	551	525	513	529	16.6	3.1
	间-二甲 苯	25.0	15.1	14.2	18.9	14.1	15.5	13.3	15.2	1.98	13
		100	93.0	91.2	98.5	94.6	98.3	97.6	95.5	3.06	3.2
		500	506	491	533	536	548	497	518	23.5	4.5
	异丙 苯	25.0	13.5	19.4	14.8	13.4	15.7	15.0	15.3	2.20	14
		100	89.3	87.3	95.3	91.1	95.3	95.0	92.2	3.48	3.8
		500	508	490	531	545	545	495	519	24.7	4.8
邻-二甲 苯	25.0	13.7	15.9	18.6	16.5	18.4	14.3	16.2	2.01	12	
	100	93.7	91.8	101	95.9	101	101	97.2	3.97	4.1	
	500	519	519	545	463	521	508	513	27.1	5.3	
正丙 苯	25.0	14.4	16.9	16.3	14.6	14.5	14.0	15.1	1.18	7.8	
	100	90.7	87.9	95.7	95.1	99.2	93.1	93.6	3.99	4.3	

	苯乙 烯	500	458	452	488	528	500	453	480	31.1	6.5
		25.0	13.7	16.4	14.4	13.9	15.5	13.6	14.6	1.13	7.8
		100	87.7	91.6	98.5	96.4	101	101	96.0	5.41	5.6
	4-溴 氟苯	500	527	511	555	455	539	527	519	34.6	6.7
		25.0	17.9	20.1	18.3	19.0	19.2	19.1	18.9	0.765	4.0
		100	96.3	93.1	100	98.3	98.7	100	97.7	2.68	2.7
	苯	500	521	476	533	476	554	520	513	31.4	6.1
		25.0	18.9	20.2	19.9	15.9	20.3	16.4	18.6	1.95	11
		100	100	102	99.1	96.1	95.5	96.9	98.4	2.63	2.7
	甲苯 -D <sub>8</sub>	500	500	488	530	520	540	501	513	19.9	3.9
		25.0	20.9	22.1	19.2	21.8	21.6	21.4	21.2	1.04	4.9
		100	98.7	101	97.6	95.5	96.0	96.7	97.5	1.97	2.0
	甲苯	500	537	524	538	526	540	534	533	6.57	1.2
		25.0	65.7	56.3	67.8	67.1	69.5	69.4	65.9	4.94	7.5
		100	141	139	133	143	138	128	137	5.80	4.2
	乙苯	500	529	511	557	515	527	525	527	16.2	3.1
		25.0	15.6	19.2	17.1	23.3	21.1	20.1	19.4	2.76	14
		100	94.6	104	95.4	100	102	103	99.8	3.92	3.9
	对- 二甲 苯	500	499	521	518	470	519	495	504	19.6	3.9
		25.0	14.4	16.2	13.9	19.7	19.4	20.4	17.3	2.86	17
		100	87.7	100	86.4	93.6	94.3	95.2	92.8	5.00	5.4
	间- 二甲 苯	500	524	471	539	461	549	530	512	36.8	7.2
		25.0	14.2	16.3	20.6	15.6	18.2	18.4	17.2	2.31	13
		100	88.6	102	92.4	99.0	100	101	97.3	5.55	5.7
	异丙 苯	500	541	522	568	513	526	536	534	19.1	3.6
		25.0	15.0	16.5	14.6	14.3	20.4	19.6	16.7	2.66	16
		100	86.6	99.4	86.7	95.0	95.2	96.6	93.2	5.35	5.7
	邻- 二甲 苯	500	482	475	511	500	519	484	495	17.8	3.6
		25.0	16.5	17.9	20.8	17.8	19.2	14.5	17.8	2.17	12
		100	86.6	99.3	86.1	93.8	94.4	94.4	92.4	5.12	5.5
	正丙 苯	500	526	504	552	511	556	519	528	21.5	4.1
		25.0	15.7	20.3	19.1	15.9	20.1	20.1	18.5	2.18	12
		100	92.7	103	90.3	99.3	100	102	97.9	5.16	5.3
	苯乙 烯	500	536	515	562	521	503	529	528	20.3	3.8
		25.0	15.4	23.2	15.8	16.7	16.9	19.3	17.9	2.94	16
		100	89.3	102	88.6	98.3	97.3	99.1	95.7	5.44	5.7
	4-溴 氟苯	500	497	535	515	460	525	503	506	26.5	5.2
		25.0	20.0	19.0	18.2	20.5	20.1	20.1	19.7	0.894	4.5
		100	96.7	105	96.6	102	102	104	101	3.54	3.5
大 连 市	苯	500	527	531	483	526	492	554	519	26.6	5.1
		25.0	16.7	15.2	19.0	19.3	16.1	16.7	17.2	1.63	9.5
		100	85.4	105	86.2	101	91.6	104	95.5	8.84	9.3
		500	523	500	558	500	511	554	524	26.0	5.0

环境 监 测 中 心	甲苯 -D <sub>8</sub>	25.0	19.7	18.8	19.3	18.6	17.9	17.4	18.6	0.869	4.7	
		100	105	104	101	99.6	99.4	102	102	2.13	2.1	
		500	529	517	475	483	545	530	513	28.1	5.5	
	甲苯	25.0	58.6	51.1	62.0	63.5	60.4	59.1	59.1	4.33	7.3	
		100	115	123	111	120	119	121	118	4.31	3.6	
		500	581	559	617	557	531	572	570	28.9	5.1	
	乙苯	25.0	17.8	14.1	19.4	12.8	13.9	12.9	15.1	2.79	18	
		100	81.3	98.7	86.6	97.7	81.2	85.9	88.5	7.81	8.8	
		500	539	488	558	489	517	548	523	30.1	5.7	
	对- 二甲 苯	25.0	17.9	19.0	14.4	12.7	13.4	12.7	15.0	2.75	18	
		100	79.3	99.7	82.0	93.7	78.7	84.9	86.3	8.49	10	
		500	490	483	505	483	505	534	500	19.4	3.9	
	间- 二甲 苯	25.0	13.5	19.1	14.8	18.5	14.8	14.3	15.8	2.38	15	
		100	76.1	94.1	71.2	93.8	82.8	75.8	82.3	9.74	12	
		500	502	492	523	477	502	605	517	45.8	8.9	
	异丙 苯	25.0	18.1	19.8	13.1	13.5	13.1	14.5	15.3	2.90	19	
		100	76.4	89.7	76.4	86.7	77.3	84.2	81.8	5.84	7.1	
		500	497	476	518	472	524	487	496	21.5	4.3	
	邻- 二甲 苯	25.0	19.3	19.9	12.6	19.6	15.2	15.0	16.9	3.05	18	
		100	74.4	89.2	76.3	91.0	76.2	93.1	83.3	8.61	10	
		500	511	492	527	473	535	502	507	22.9	4.5	
	正丙 苯	25.0	18.7	20.3	16.4	13.9	16.1	15.1	16.7	2.37	14	
		100	72.4	82.5	80.4	88.0	69.1	86.4	79.8	7.59	10	
		500	539	487	542	483	551	533	522	29.4	5.6	
	苯乙 烯	25.0	17.6	18.3	14.5	12.2	19.3	13.7	15.9	2.85	18	
		100	67.5	82.6	80.7	89.1	74.2	76.2	78.4	7.47	9.5	
		500	528	476	534	472	545	526	514	31.4	6.1	
	4-溴 氟苯	25.0	20.3	18.5	18.9	17.1	18.7	19.2	18.8	1.02	5.5	
		100	101	101	99.9	92.3	97.6	101	98.8	3.43	3.5	
		500	509	539	526	480	536	517	518	21.9	4.2	
	抚 顺 市 环 境 监 测 中 心 站	苯	25.0	17.2	16.7	19.9	17.7	18.5	18.1	18.0	1.13	6.3
			100	80.4	99.7	81.2	96.4	91.6	98.7	91.3	8.63	9.5
			500	516	470	490	469	494	492	488	17.7	3.6
		甲苯 -D <sub>8</sub>	25.0	18.8	17.8	17.3	18.1	19.8	18.4	18.3	0.865	4.7
			100	105	104	101	99.6	99.4	102	102	2.13	2.1
			500	465	488	513	484	490	522	494	20.6	4.2
甲苯		25.0	59.7	54.2	56.7	59.8	50.3	50.9	55.2	4.17	7.6	
		100	120	118	126	125	129	116	122	5.05	4.1	
		500	465	484	519	508	476	534	497	26.8	5.4	
乙苯		25.0	19.5	14.4	20.9	18.7	14.8	15.6	17.3	2.75	16	
		100	71.3	83.7	76.6	87.7	81.2	95.9	82.7	8.61	10	
		500	458	464	462	446	482	476	465	13.0	2.8	
对-		25.0	18.1	14.5	20.1	14.2	14.8	17.9	16.6	2.44	15	

辽阳市环境监测站	二甲苯	100	69.3	84.7	72.0	93.7	78.7	79.9	79.7	8.81	11
		500	442	474	501	484	519	508	488	27.7	5.7
		25.0	18.3	14.0	15.7	14.4	15.5	17.3	15.8	1.66	10
	间-二甲苯	100	73.1	79.1	86.2	73.8	77.8	80.8	78.4	4.83	6.2
		500	459	475	496	483	514	508	489	20.8	4.3
		25.0	19.2	14.9	19.3	14.9	14.6	15.2	16.3	2.28	14
	异丙苯	100	76.1	84.7	81.4	71.7	87.3	79.2	80.0	5.69	7.1
		500	445	470	506	488	517	510	489	27.9	5.7
		25.0	19.5	15.9	20.6	15.6	16.3	15.6	17.2	2.21	13
	邻-二甲苯	100	69.4	74.2	86.3	66.0	71.2	78.1	74.2	7.22	9.7
		500	461	488	535	505	552	530	512	34.0	6.6
		25.0	19.4	16.1	20.3	14.5	18.1	17.4	17.6	2.13	12
	正丙苯	100	62.4	72.5	80.4	84.0	89.1	66.4	75.8	10.4	14
		500	442	431	481	450	492	480	463	25.0	5.4
		25.0	17.7	14.3	16.0	19.6	14.5	19.7	16.9	2.42	14
	苯乙烯	100	62.5	67.5	85.7	74.1	79.0	71.2	73.3	8.27	11
		500	445	464	493	484	512	510	485	26.1	5.4
		25.0	18.2	17.6	16.3	19.9	16.9	17.0	17.6	1.29	7.3
	4-溴氟苯	100	91.0	101	99.9	97.3	97.6	106	98.8	4.84	4.9
		500	458	489	511	502	506	515	497	20.8	4.2
		25.0	16.3	15.8	19.4	20.1	17.7	16.6	17.6	1.77	10
	苯	100	105	86.6	86.1	86.5	101	101	94.4	8.87	9.4
		500	467	485	504	481	516	510	494	18.9	3.8
		25.0	18.4	17.7	19.5	18.8	20.1	17.8	18.7	0.947	5.1
	甲苯-D <sub>8</sub>	100	95.9	85.9	89.0	91.5	95.0	98.4	92.6	4.68	5.1
		500	455	482	510	496	526	524	499	27.2	5.5
		25.0	62.1	56.2	65.2	72.7	59.4	56.2	61.9	6.29	10
	甲苯	100	113	116	107	119	107	115	113	4.88	4.3
		500	459	483	526	510	538	536	509	31.9	6.3
		25.0	15.9	15.3	20.2	15.6	16.7	19.4	17.2	2.10	12
	乙苯	100	68.5	78.6	87.2	89.3	77.5	95.7	82.8	9.78	12
		500	510	511	540	532	502	549	524	19.2	3.7
		25.0	16.0	15.3	18.3	16.2	17.9	15.4	16.5	1.30	7.9
	对-二甲苯	100	68.0	63.5	87.3	84.3	82.8	86.0	78.6	10.2	13
		500	484	511	522	503	498	517	506	13.8	2.7
		25.0	15.2	16.8	18.2	18.7	17.6	16.3	17.1	1.31	7.6
间-二甲苯	100	64.0	64.0	88.1	75.0	88.3	81.9	76.9	11.1	14	
	500	465	487	532	518	497	544	507	29.7	5.9	
	25.0	16.2	17.3	18.3	15.5	16.7	17.6	16.9	1.02	6.0	
异丙苯	100	57.9	64.8	74.2	86.0	84.5	73.1	73.4	10.9	15	
	500	483	491	525	490	484	520	499	18.5	3.7	
	25.0	14.6	18.0	17.8	14.7	16.8	17.6	16.5	1.55	9.4	
邻-二甲	100	56.0	65.9	79.6	82.0	75.4	74.5	72.2	9.69	13	

	苯	500	475	488	524	526	504	552	511	28.3	5.5	
	正丙苯	25.0	14.4	18.0	18.3	16.3	17.7	16.1	16.8	1.49	8.9	
		100	74.4	61.0	67.5	61.9	70.1	73.0	68.0	5.62	8.3	
		500	475	487	509	522	500	548	507	26.2	5.2	
	苯乙烯	25.0	13.9	14.9	17.6	18.2	17.1	18.4	16.7	1.86	11	
		100	59.3	60.0	55.2	71.5	68.4	72.8	64.5	7.29	11	
		500	480	498	488	495	543	513	503	22.5	4.5	
	4-溴氟苯	25.0	19.6	19.1	17.7	19.0	17.9	16.8	18.3	1.04	5.7	
		100	96.4	91.1	91.3	92.6	96.4	101	94.8	3.97	4.2	
		500	466	500	545	555	528	571	528	38.8	7.3	
	锦州市环境监测中心站	苯	25.0	19.2	18.1	15.9	16.7	17.3	18.0	17.5	1.16	6.6
			100	97.1	96.2	93.1	94.9	96.6	99.9	96.3	2.28	2.4
500			477	525	533	542	487	548	519	29.5	5.7	
甲苯-D <sub>8</sub>		25.0	19.9	18.7	18.3	18.3	17.7	18.2	18.5	0.743	4.0	
		100	96.0	93.7	91.6	93.2	96.0	98.8	94.9	2.57	2.7	
		500	482	513	511	519	466	537	505	26.1	5.2	
甲苯		25.0	63.7	58.5	53.7	54.3	58.3	54.1	57.1	3.90	6.8	
		100	109	125	118	124	112	115	117	6.58	5.6	
		500	533	558	619	543	517	559	555	35.0	6.3	
乙苯		25.0	18.6	18.0	14.9	18.1	17.8	18.5	17.6	1.37	7.8	
		100	87.9	83.6	84.0	84.4	88.2	92.3	86.7	3.39	3.9	
		500	499	511	516	522	519	511	513	8.20	1.6	
对-二甲苯	25.0	19.2	18.8	13.9	14.3	17.6	18.2	17.0	2.32	14		
	100	94.7	92.6	91.3	92.2	94.1	97.4	93.7	2.19	2.3		
	500	461	499	535	524	489	484	499	27.1	5.4		
间-二甲苯	25.0	15.2	18.6	12.6	13.9	18.9	18.8	16.3	2.80	17		
	100	86.2	83.4	81.0	82.7	85.3	88.2	84.4	2.62	3.1		
	500	459	501	528	523	487	477	496	26.9	5.4		
异丙苯	25.0	12.8	19.0	18.7	15.7	18.2	16.0	16.7	2.37	14		
	100	80.6	76.8	76.6	77.4	79.6	83.3	79.0	2.62	3.3		
	500	476	524	517	521	518	524	513	18.4	3.6		
邻-二甲苯	25.0	13.4	17.1	15.0	14.4	17.8	18.2	16.0	2.00	13		
	100	93.9	76.8	91.4	92.0	93.8	97.1	90.8	7.15	7.9		
	500	474	518	507	510	506	516	505	16.0	3.2		
正丙苯	25.0	13.7	13.2	18.1	12.6	17.2	16.4	15.2	2.32	15		
	100	92.2	88.3	88.8	88.6	91.9	96.1	91.0	3.02	3.3		
	500	480	506	505	510	511	528	507	15.5	3.1		
苯乙烯	25.0	14.6	13.1	18.4	17.9	18.2	13.2	15.9	2.53	16		
	100	80.2	78.2	76.4	87.4	79.8	82.4	80.7	3.84	4.8		
	500	486	500	486	500	491	515	496	11.1	2.2		
4-溴氟苯	25.0	19.3	17.7	16.3	17.8	17.8	18.3	17.8	0.971	5.4		
	100	105	103	103	102	106	109	105	2.50	2.4		
	500	481	517	531	547	498	512	514	23.1	4.5		

1.3.2 固体废物水浸出液和醋酸浸出液精密度测试数据

表 1-8 固体废物水浸出液精密度测试数据

实验室	名称	加标浓度(μg/L)	测量值 (μg/L)						平均值 $\bar{X}_i$ (μg/L)	标准偏差 $\bar{S}_i$ (μg/L)	相对标准偏差 RSD <sub>i</sub> (%)
			1	2	3	4	5	6			
辽宁省 环境 监测 实验 中心	苯	5.00	4.34	4.78	4.95	4.91	5.02	3.98	4.66	0.411	8.8
		20.0	19.4	19.6	19.7	19.8	21.3	20.6	20.1	0.721	3.6
		100	100	101	100	104	94.1	98.2	99.4	3.13	3.1
	甲苯 -D <sub>8</sub>	5.00	4.14	4.70	4.90	4.85	4.98	4.49	4.68	0.314	6.7
		20.0	20.1	20.2	20.5	20.6	21.2	21.0	20.6	0.428	2.1
		100	98.6	102	102	97.4	102	95.7	100	2.73	2.7
	甲苯	5.00	8.78	8.75	9.64	10.9	9.78	10.8	9.77	0.925	9.5
		20.0	25.2	24.3	25.6	23.6	22.0	22.1	23.8	1.52	6.4
		100	99.4	103	106	97.7	102	97.5	101	3.32	3.3
	乙苯	5.00	4.16	4.79	4.53	4.56	4.38	3.69	4.35	0.385	8.8
		20.0	19.3	19.4	19.8	19.9	20.2	20.3	19.8	0.422	2.1
		100	100	104	106	95.5	96.6	105	101	4.31	4.3
	对-二甲苯	5.00	4.22	4.77	4.69	4.82	4.83	3.78	4.52	0.427	9.4
		20.0	20.9	21.1	20.6	20.6	21.5	21.6	21.1	0.427	2.0
		100	97.1	104	106	95.5	102	96.8	100	4.27	4.3
	间-二甲苯	5.00	4.34	4.83	4.75	4.88	4.88	3.84	4.59	0.419	9.1
		20.0	20.2	20.4	20.5	20.7	22.1	21.3	20.9	0.718	3.4
		100	103	108	107	96.2	100	100	102	4.44	4.3
	异丙苯	5.00	4.12	4.81	4.75	4.87	4.87	3.89	4.55	0.433	9.5
		20.0	19.0	19.2	19.5	19.5	19.8	20.0	19.5	0.358	1.8
		100	104	104	103	92.5	97.7	93.7	99.1	5.19	5.2
	邻-二甲苯	5.00	4.48	4.78	4.84	4.82	4.78	3.92	4.60	0.361	7.8
		20.0	19.5	19.7	20.0	20.2	20.8	20.5	20.1	0.471	2.3
		100	104	106	105	94.7	100	98.2	101	4.51	4.4
	正丙苯	5.00	4.11	4.72	4.77	4.75	4.63	3.78	4.46	0.416	9.3
		20.0	18.6	18.7	19.0	19.1	19.5	19.6	19.1	0.405	2.1
		100	96.8	94.2	93.3	95.8	95.7	106	97.0	4.65	4.8
	苯乙烯	5.00	4.27	4.25	4.12	4.28	4.92	3.62	4.24	0.416	9.8
		20.0	19.0	18.8	19.3	19.4	19.6	19.5	19.2	0.304	1.6
		100	103	104	106	96.9	101	96.0	101	3.85	3.8
4-溴氟苯	5.00	4.24	4.54	4.57	4.42	4.72	3.52	4.33	0.428	9.9	
	20.0	19.6	19.9	19.9	20.1	21.4	20.7	20.3	0.668	3.3	
	100	100	103	102	95.0	101	94.2	99.4	3.78	3.8	
沈阳市	苯	5.00	4.33	4.51	3.86	4.35	4.05	3.82	4.15	0.285	6.9
		20.0	19.3	19.6	20.0	20.1	20.4	20.5	20.0	0.447	2.2
		100	102	98.3	104	97.1	101	93.2	99.4	3.99	4.0



环境 监 测 中 心 站	甲苯 -D <sub>8</sub>	5.00	4.42	4.27	3.75	4.36	4.65	4.05	4.25	0.313	7.4	
		20.0	20.9	21.0	21.0	21.3	22.7	22.1	21.5	0.718	3.3	
		100	104	102	107	98.7	104	99.2	103	3.33	3.2	
	甲苯	5.00	9.41	8.55	10.2	9.36	9.83	8.57	9.31	0.650	7.0	
		20.0	24.5	23.6	24.6	23.8	24.6	23.0	24.0	0.660	2.8	
		100	98.7	102	104	95.3	100	97.6	99.6	3.13	3.1	
	乙苯	5.00	4.16	3.98	4.57	3.76	3.95	4.27	4.12	0.284	6.9	
		20.0	19.4	19.3	20.3	20.6	20.0	20.1	19.9	0.517	2.6	
		100	99.9	103	100	101	103	96.6	101	2.32	2.3	
	对- 二甲 苯	5.00	4.05	3.55	4.49	4.22	4.16	4.35	4.14	0.325	7.9	
		20.0	18.2	19.3	16.8	19.8	17.2	19.5	18.5	1.29	7.0	
		100	100	103	105	101	107	97.1	102	3.37	3.3	
	间- 二甲 苯	5.00	4.65	4.85	4.25	4.29	3.98	4.41	4.41	0.309	7.0	
		20.0	18.3	18.5	19.0	19.1	19.2	19.3	18.9	0.415	2.2	
		100	98.3	106	106	97.0	102	99.3	101	4.05	4.0	
	异丙 苯	5.00	4.72	4.22	3.45	3.75	3.97	4.24	4.06	0.440	11	
		20.0	19.7	19.6	19.3	20.3	21.0	18.1	19.7	0.961	4.9	
		100	108	106	104	94.9	96.6	91.1	100	6.76	6.8	
	邻- 二甲 苯	5.00	4.49	4.35	4.37	3.96	4.06	4.18	4.24	0.203	4.8	
		20.0	19.5	19.5	19.6	18.9	18.1	20.3	19.3	0.734	3.8	
		100	102	104	104	94.9	97.5	96.8	99.9	4.03	4.0	
	正丙 苯	5.00	4.65	3.77	3.69	3.75	4.02	4.40	4.05	0.395	9.8	
		20.0	19.2	19.5	19.8	19.9	20.3	20.3	19.8	0.429	2.2	
		100	103	106	107	97.3	99.8	96.6	102	4.46	4.4	
	苯乙 烯	5.00	4.73	4.25	3.77	3.65	4.62	4.35	4.23	0.439	10	
		20.0	19.7	19.9	19.8	18.1	18.6	17.9	19.0	0.909	4.8	
		100	99.0	108	102	96.4	99.9	106	102	4.26	4.2	
	4-溴 氟苯	5.00	4.36	4.18	3.45	4.55	4.68	4.17	4.23	0.433	10	
		20.0	20.2	20.2	20.1	20.2	21.4	20.1	20.4	0.512	2.5	
		100	102	105	104	95.2	102	104	102	3.44	3.4	
	大 连 市 环 境 监 测 中 心	苯	5.00	4.43	4.35	4.36	4.49	4.45	3.59	4.28	0.341	8.0
			20.0	19.7	19.9	19.7	20.1	21.4	20.7	20.2	0.647	3.2
			100	99.2	102	104	101	104	101	102	1.86	1.8
		甲苯 -D <sub>8</sub>	5.00	4.15	4.72	4.65	4.15	4.28	4.55	4.42	0.255	5.8
			20.0	19.7	19.8	19.7	20.0	21.2	20.4	20.1	0.604	3.0
			100	100	103	103	98.8	101	103	101	1.96	1.9
甲苯		5.00	11.2	11.5	11.2	10.2	11.4	10.1	10.9	0.623	5.7	
		20.0	21.4	20.6	21.4	21.8	20.9	22.2	21.4	0.598	2.8	
		100	100	103	104	100	107	98.7	102	2.96	2.9	
乙苯		5.00	4.35	4.17	4.22	4.09	4.14	3.65	4.10	0.239	5.8	
		20.0	20.2	20.4	20.8	20.4	21.2	18.9	20.3	0.766	3.8	
		100	101	105	106	96.1	101	97.0	101	4.12	4.1	
对-		5.00	4.22	4.06	3.89	3.85	4.58	3.96	4.09	0.273	6.7	

抚顺市环境监测中心站	二甲苯	20.0	20.5	20.7	21.1	19.1	20.0	18.7	20.0	0.929	4.6
		100	101	100	97.7	103	101	102	101	1.81	1.8
		5.00	4.52	4.15	3.95	3.91	4.15	4.17	4.14	0.217	5.2
	间-二甲苯	20.0	18.9	17.8	17.9	18.1	17.3	17.8	18.0	0.545	3.0
		100	101	99.1	100	97.6	106	106	102	3.49	3.4
		5.00	3.65	4.49	3.95	3.70	4.22	3.95	3.99	0.318	8.0
	异丙苯	20.0	18.8	17.3	19.6	18.5	19.0	19.3	18.8	0.803	4.3
		100	103	101	101	100	96.8	95.8	99.4	2.61	2.6
		5.00	3.51	4.75	3.85	3.97	4.65	3.77	4.08	0.502	12
	邻-二甲苯	20.0	19.5	18.2	19.1	19.3	19.5	19.1	19.1	0.470	2.5
		100	98.5	110	102	98.5	108	99.3	103	5.10	5.0
		5.00	4.01	4.27	4.45	4.60	4.20	4.15	4.28	0.213	5.0
	正丙苯	20.0	19.5	18.1	19.5	19.5	19.0	19.5	19.2	0.585	3.0
		100	98.9	104	102	98.2	107	97.6	101	3.78	3.7
		5.00	3.81	4.45	4.52	4.85	3.84	4.01	4.25	0.422	10
	苯乙烯	20.0	19.5	18.2	19.0	19.2	18.8	19.2	19.0	0.477	2.5
		100	99.3	107	101	95.6	101	94.6	100	4.55	4.6
		5.00	4.42	4.75	4.17	4.08	4.25	4.57	4.37	0.255	5.8
	4-溴氟苯	20.0	19.8	19.0	19.5	19.7	19.3	19.8	19.5	0.317	1.6
		100	99.0	106	101	96.0	98.8	108	101	4.57	4.5
		5.00	3.96	4.16	3.95	4.26	4.67	4.32	4.22	0.268	6.3
	苯	20.0	19.9	19.5	18.9	19.3	19.8	20.4	19.6	0.527	2.7
		100	100	111	100	100	107	112	105	5.60	5.3
		5.00	4.12	4.27	4.05	4.22	3.94	3.88	4.08	0.153	3.8
	甲苯-D <sub>8</sub>	20.0	19.4	19.2	18.6	19.0	19.3	20.0	19.3	0.456	2.4
		100	108	105	103	101	107	97.4	104	3.98	3.8
		5.00	11.5	11.6	10.8	11.6	11.3	10.7	11.2	0.377	3.3
	甲苯	20.0	23.2	22.7	23.3	23.6	23.2	23.8	23.3	0.362	1.6
		100	106	104	101	99.2	107	100	103	3.40	3.3
		5.00	4.05	4.26	3.88	3.71	3.95	4.28	4.02	0.222	5.5
	乙苯	20.0	20.8	19.0	19.5	19.8	20.4	20.9	20.1	0.739	3.7
		100	107	103	102	90.4	97.2	88.9	98.1	7.37	7.5
		5.00	4.26	3.55	3.75	4.17	4.65	4.11	4.08	0.389	9.5
	对-二甲苯	20.0	20.6	19.7	19.8	19.9	20.6	21.5	20.3	0.678	3.3
		100	105	100	97.9	97.3	105	95.0	100	3.99	4.0
		5.00	3.99	4.28	4.37	4.22	4.85	3.85	4.26	0.347	8.2
间-二甲苯	20.0	18.9	18.5	18.3	18.4	18.8	19.5	18.7	0.437	2.3	
	100	107	103	102	95.9	105	94.8	101	4.94	4.9	
	5.00	3.92	3.92	3.76	4.08	4.24	4.40	4.05	0.236	5.8	
异丙苯	20.0	20.2	19.7	19.2	19.5	20.1	20.6	19.9	0.524	2.6	
	100	105	100	98.7	96.4	105	95.1	100	4.23	4.2	
	5.00	3.41	4.18	3.72	4.24	4.14	4.32	4.00	0.357	8.9	
邻-二甲	20.0	19.1	18.4	18.3	18.5	18.9	19.7	18.8	0.523	2.8	

辽阳市环境监测站	苯	100	107	103	102	102	109	98.9	104	3.68	3.6
	正丙苯	5.00	4.04	4.48	4.48	3.64	4.12	4.56	4.22	0.355	8.4
		20.0	18.8	18.4	18.3	18.4	18.8	19.4	18.7	0.425	2.3
		100	95.1	92.6	91.7	91.5	98.2	88.9	93.0	3.23	3.5
	苯乙烯	5.00	4.22	4.53	3.52	3.92	3.84	3.76	3.97	0.358	9.0
		20.0	20.4	19.7	19.8	19.7	20.4	21.2	20.2	0.604	3.0
		100	102	98.9	97.0	98.4	107	96.8	100	3.74	3.7
	4-溴氟苯	5.00	4.32	4.40	4.16	4.64	4.24	4.48	4.37	0.173	4.0
		20.0	20.0	19.6	19.3	19.5	20.0	20.5	19.8	0.434	2.2
		100	96.9	105	98.8	93.8	107	100	100	4.95	4.9
	苯	5.00	4.62	4.51	3.85	3.63	3.87	4.57	4.18	0.439	11
		20.0	21.0	20.5	20.6	20.5	21.2	21.8	20.9	0.501	2.4
		100	108	104	102	98.7	104	96.5	102	4.18	4.1
	甲苯-D <sub>8</sub>	5.00	4.85	4.95	4.75	4.22	4.42	4.45	4.61	0.285	6.2
		20.0	21.1	20.5	20.5	20.4	21.2	21.8	20.9	0.553	2.6
		100	105	100	99.2	101	107	98.6	102	3.46	3.4
	甲苯	5.00	11.3	10.7	10.5	10.8	10.6	10.9	10.8	0.275	2.6
		20.0	23.9	23.3	23.2	25.0	22.8	24.5	23.8	0.847	3.6
		100	107	102	100	102	109	101	104	3.54	3.4
	乙苯	5.00	4.15	4.08	4.16	3.54	3.88	4.23	4.01	0.258	6.4
		20.0	19.6	19.0	18.9	19.1	19.4	20.0	19.3	0.384	2.0
		100	101	111	100	101	105	106	104	4.13	4.0
	对-二甲苯	5.00	3.93	4.14	4.34	3.86	3.63	4.47	4.06	0.315	7.7
		20.0	20.7	19.3	19.6	19.9	20.3	20.7	20.1	0.597	3.0
100		96.1	108	101	94.7	105	102	101	5.17	5.1	
间-二甲苯	5.00	3.95	3.68	3.59	4.13	4.22	4.31	3.98	0.294	7.4	
	20.0	19.1	18.8	18.6	18.7	19.0	19.6	19.0	0.351	1.9	
	100	106	102	102	104	110	103	104	3.29	3.2	
异丙苯	5.00	4.49	4.22	3.77	4.13	4.58	4.13	4.22	0.290	6.9	
	20.0	19.7	19.1	19.1	19.1	19.1	19.9	19.3	0.398	2.1	
	100	109	108	106	100	106	98.3	104	4.43	4.2	
邻-二甲苯	5.00	4.31	3.86	4.03	4.31	4.30	4.14	4.16	0.185	4.5	
	20.0	21.0	20.4	20.4	20.4	21.1	21.7	20.8	0.546	2.6	
	100	108	104	104	104	111	104	106	3.05	2.9	
正丙苯	5.00	4.14	3.96	4.14	4.50	4.23	5.04	4.34	0.388	8.9	
	20.0	20.9	20.3	20.3	20.2	21.0	21.7	20.7	0.582	2.8	
	100	107	104	104	104	110	103	105	2.50	2.4	
苯乙烯	5.00	4.05	4.50	4.14	3.87	3.78	4.05	4.07	0.251	6.2	
	20.0	20.6	20.0	20.0	19.7	20.6	21.2	20.4	0.549	2.7	
	100	98.6	107	101	94.3	105	100	101	4.52	4.5	
4-溴氟苯	5.00	4.87	3.96	3.87	4.14	4.23	4.23	4.22	0.352	8.3	
	20.0	20.6	20.0	19.9	19.9	20.7	21.2	20.4	0.538	2.6	
	100	108	103	102	101	106	109	105	3.24	3.1	

锦州市环境监测中心站	苯	5.00	4.59	4.41	4.32	4.68	4.77	4.68	4.58	0.175	3.8
		20.0	20.5	19.9	19.7	19.6	20.4	21.1	20.2	0.580	2.9
		100	94.4	106	98.9	99.4	109	105	102	5.43	5.3
	甲苯 -D <sub>8</sub>	5.00	4.86	4.14	3.96	4.41	4.50	4.23	4.35	0.315	7.2
		20.0	19.3	18.8	18.5	18.6	19.1	19.6	19.0	0.420	2.2
		100	96.1	107	99.8	102	112	108	104	5.97	5.7
	甲苯	5.00	10.9	10.8	10.7	10.9	10.0	9.95	10.5	0.418	4.0
		20.0	24.3	23.8	23.4	24.6	24.1	23.8	24.0	0.438	1.8
		100	96.2	107	99.9	99.5	109	105	103	4.99	4.9
	乙苯	5.00	4.32	4.50	4.41	4.59	4.95	5.13	4.65	0.320	6.9
		20.0	18.8	18.6	18.4	18.5	18.8	19.5	18.7	0.388	2.1
		100	110	106	107	96.9	102	115	106	6.38	6.0
	对-二甲苯	5.00	4.69	4.15	4.51	4.24	3.88	3.79	4.21	0.349	8.3
		20.0	19.6	19.0	20.0	19.9	22.4	21.1	20.3	1.23	6.0
		100	102	108	98.8	105	108	109	105	4.11	3.9
	间-二甲苯	5.00	4.05	3.94	4.43	3.76	4.05	4.66	4.15	0.333	8.0
		20.0	19.1	19.5	19.2	22.5	17.7	18.3	19.4	1.67	8.6
		100	105	101	102	108	97.8	111	104	4.71	4.5
	异丙苯	5.00	4.26	3.88	4.18	3.87	4.08	4.27	4.09	0.180	4.4
		20.0	18.6	18.8	18.9	21.6	17.4	17.8	18.9	1.47	7.8
		100	104	100	100	108	96.9	111	103	5.28	5.1
	邻-二甲苯	5.00	4.50	4.52	3.99	4.33	5.12	4.30	4.46	0.375	8.4
		20.0	18.8	19.4	19.0	22.1	17.4	18.1	19.1	1.60	8.4
		100	95.2	106	99.0	97.8	107	103	101	4.65	4.6
	正丙苯	5.00	4.01	3.77	3.52	3.88	4.60	4.72	4.08	0.476	12
		20.0	18.9	19.3	18.9	21.8	17.3	17.9	19.0	1.56	8.2
		100	95.4	106	98.6	96.1	105	101	100	4.44	4.4
	苯乙烯	5.00	4.40	4.52	3.79	4.30	5.10	4.33	4.41	0.422	10
		20.0	18.9	19.5	19.0	22.2	17.5	18.2	19.2	1.62	8.4
		100	99.6	108	102	98.3	108	104	103	3.93	3.8
	4-溴氟苯	5.00	4.53	4.91	4.29	4.35	4.77	5.13	4.66	0.330	7.1
		20.0	17.9	18.5	18.1	21.1	16.8	17.3	18.3	1.50	8.2
		100	100	107	102	96.3	104	101	102	3.70	3.6

表 1-9 固体废物醋酸浸出液精密度测试数据

实验室	名称	加标浓度(μg/L)	测量值 (μg/L)						平均值 $\bar{X}_i$ (μg/L)	标准偏差 $S_i$ (μg/L)	相对标准偏差 RSD <sub>i</sub> (%)
			1	2	3	4	5	6			
辽宁省环境	苯	5.00	4.29	4.16	4.62	3.95	4.21	4.44	4.28	0.232	5.4
		20.0	18.8	19.4	19.2	22.4	17.6	18.3	19.3	1.65	8.6
		100	105	95.6	90.1	90.0	106	101	97.8	6.99	7.1
	甲苯	5.00	5.11	4.82	4.38	5.02	5.33	4.62	4.88	0.345	7.1

境 监 测 实 验 中 心	-D <sub>8</sub>	20.0	17.3	17.7	17.3	21.1	15.8	17.2	17.8	1.75	9.8	
		100	105	111	105	104	104	95.3	104	4.98	4.8	
	甲苯	5.00	9.43	9.38	7.24	8.71	8.66	8.22	8.61	0.813	9.4	
		20.0	20.6	20.4	19.8	22.0	19.3	19.4	20.3	1.00	5.0	
		100	101	106	102	107	104	92.8	102	5.00	4.9	
	乙苯	5.00	4.52	3.86	4.82	4.21	3.79	4.32	4.25	0.392	9.2	
		20.0	20.0	20.6	20.0	22.7	19.0	19.6	20.3	1.30	6.4	
		100	105	109	99.3	95.4	102	104	102	4.64	4.5	
	对-二甲苯	5.00	4.34	3.96	4.00	4.24	4.33	4.26	4.19	0.166	4.0	
		20.0	20.1	20.5	19.9	22.3	18.7	19.3	20.1	1.24	6.2	
		100	105	107	104	106	106	94.7	104	4.60	4.4	
	间-二甲苯	5.00	4.70	3.88	3.69	4.13	4.57	4.29	4.21	0.390	9.3	
		20.0	19.6	20.0	19.4	22.0	18.3	19.0	19.7	1.26	6.4	
		100	105	109	101	103	109	112	106	3.90	3.7	
	异丙苯	5.00	4.40	3.85	3.92	4.83	4.55	4.52	4.35	0.384	8.8	
		20.0	20.5	20.0	20.8	23.0	20.1	19.9	20.7	1.16	5.6	
		100	104	107	102	106	110	93.4	104	5.85	5.6	
	邻-二甲苯	5.00	4.57	3.69	3.77	4.56	3.98	4.48	4.18	0.409	9.8	
		20.0	20.9	20.7	20.0	22.8	19.9	20.1	20.7	1.08	5.2	
		100	105	110	105	109	104	97.3	105	4.45	4.2	
	正丙苯	5.00	4.32	3.88	4.02	4.15	3.69	3.55	3.94	0.287	7.3	
		20.0	19.4	19.9	19.2	21.9	18.2	18.6	19.5	1.31	6.7	
		100	100	96.8	91.0	95.1	101	104	98.0	4.67	4.8	
	苯乙烯	5.00	4.25	3.84	3.69	4.19	4.52	3.77	4.04	0.326	8.1	
		20.0	19.7	20.4	20.4	23.0	19.1	19.8	20.4	1.37	6.7	
		100	103	107	102	107	106	97.3	104	3.76	3.6	
	4-溴氟苯	5.00	5.03	4.77	4.42	4.76	4.87	5.18	4.84	0.261	5.4	
		20.0	19.1	19.7	19.1	21.8	18.1	18.8	19.5	1.26	6.5	
		100	104	106	104	107	110	94.3	104	5.36	5.1	
	沈 阳 市 环 境 监 测 中 心 站	苯	5.00	4.72	4.56	5.03	5.15	4.26	4.15	4.65	0.402	8.7
			20.0	19.2	19.8	19.1	21.8	18.0	18.7	19.4	1.30	6.7
			100	104	108	103	102	108	110	106	3.28	3.1
		甲苯 -D <sub>8</sub>	5.00	5.11	4.42	5.74	5.22	4.98	5.12	5.10	0.425	8.3
			20.0	20.6	20.7	20.1	22.5	19.8	19.9	20.6	0.985	4.8
			100	103	107	104	107	103	95.2	103	4.21	4.1
		甲苯	5.00	9.12	8.66	8.45	9.06	9.18	9.05	8.92	0.294	3.3
20.0			21.1	21.5	20.9	23.4	20.1	20.9	21.3	1.12	5.3	
100			104	107	103	109	104	96.5	104	4.21	4.0	
乙苯		5.00	4.44	4.63	4.61	4.82	4.22	4.53	4.54	0.202	4.4	
		20.0	21.6	21.2	20.5	22.8	20.6	20.6	21.2	0.868	4.1	
		100	97.7	96.3	98.6	103	106	101	100	3.62	3.6	
对-二甲	5.00	4.49	4.76	4.66	4.25	4.88	4.45	4.58	0.229	5.0		
	20.0	21.4	21.3	20.5	22.9	20.5	20.6	21.2	0.914	4.3		

大连市环境监测中心	苯	100	98.6	103	105	103	106	108	104	3.25	3.1
	间-二甲苯	5.00	4.51	4.17	4.72	4.22	4.36	4.45	4.41	0.202	4.6
		20.0	21.3	21.1	20.6	22.6	20.3	20.3	21.0	0.888	4.2
		100	102	108	104	110	116	97.5	106	6.47	6.1
	异丙苯	5.00	4.35	4.62	4.17	4.35	4.73	4.73	4.49	0.234	5.2
		20.0	19.5	20.0	19.6	22.0	18.7	19.4	19.8	1.12	5.7
		100	104	110	102	102	108	110	106	3.76	3.6
	邻-二甲苯	5.00	4.92	4.19	4.88	4.29	4.33	4.46	4.51	0.313	6.9
		20.0	20.8	20.2	20.9	22.5	20.1	20.1	20.8	0.907	4.4
		100	103	109	102	110	105	96.2	104	5.08	4.9
	正丙苯	5.00	4.44	4.56	4.89	3.75	4.26	4.37	4.38	0.376	8.6
		20.0	20.0	20.1	19.6	21.7	18.4	18.9	19.8	1.13	5.7
		100	102	109	102	110	105	95.1	104	5.41	5.2
	苯乙烯	5.00	4.59	4.46	4.28	4.31	3.86	4.12	4.27	0.257	6.0
		20.0	20.2	20.4	19.8	21.9	18.7	19.3	20.1	1.09	5.4
		100	101	103	102	101	105	107	103	2.39	2.3
	4-溴氟苯	5.00	4.91	5.04	5.12	4.73	4.66	4.84	4.88	0.177	3.6
		20.0	21.1	21.1	20.4	22.9	20.4	20.5	21.1	0.945	4.5
		100	102	106	104	104	99.3	101	103	2.50	2.4
	苯	5.00	4.86	4.31	4.87	4.71	5.10	4.76	4.77	0.261	5.5
		20.0	21.2	21.1	20.5	22.8	20.5	20.5	21.1	0.892	4.2
		100	97.0	102	107	108	109	112	106	5.42	5.1
	甲苯-D <sub>8</sub>	5.00	4.42	4.44	4.45	5.22	4.61	4.41	4.59	0.316	6.9
		20.0	20.8	20.8	20.4	22.6	20.2	20.1	20.8	0.923	4.4
		100	98.6	102	108	111	104	95.1	103	5.87	5.7
	甲苯	5.00	8.48	8.51	7.55	8.43	8.68	8.56	8.37	0.410	4.9
		20.0	22.8	22.8	22.5	24.4	22.2	22.2	22.8	0.841	3.7
		100	98.2	102	105	106	110	111	105	4.86	4.6
	乙苯	5.00	4.48	4.47	4.71	4.14	4.68	4.49	4.49	0.204	4.5
		20.0	20.6	20.6	20.4	22.5	19.9	19.8	20.6	0.959	4.7
		100	103	110	105	102	105	105	105	2.68	2.6
	对-二甲苯	5.00	4.49	4.27	4.54	4.42	4.87	4.54	4.52	0.199	4.4
		20.0	19.3	19.8	19.4	21.8	18.5	19.2	19.7	1.11	5.7
		100	99.2	96.4	100	106	107	106	102	4.50	4.4
	间-二甲苯	5.00	4.52	4.53	4.57	4.26	4.83	4.53	4.54	0.181	4.0
		20.0	19.5	20.3	19.9	22.6	19.1	19.9	20.2	1.24	6.1
100		101	108	106	100	104	105	104	3.14	3.0	
异丙苯	5.00	4.60	4.60	4.64	4.46	4.81	4.58	4.61	0.114	2.5	
	20.0	19.3	19.6	19.3	21.4	18.1	18.8	19.4	1.11	5.7	
	100	102	108	108	101	104	106	105	3.02	2.9	
邻-二甲苯	5.00	4.42	4.29	4.61	4.58	4.74	4.58	4.54	0.159	3.5	
	20.0	20.8	21.4	18.1	18.0	18.0	21.2	19.6	1.71	8.7	
	100	97.7	102	108	107	108	109	105	4.47	4.3	

	正丙苯	5.00	4.48	4.33	4.60	4.45	4.68	4.43	4.50	0.127	2.8
		20.0	23.5	18.4	18.9	18.5	19.1	20.5	19.8	1.93	9.7
		100	97.9	101	106	105	106	108	104	3.74	3.6
	苯乙烯	5.00	4.55	4.73	4.58	4.53	4.03	4.76	4.53	0.263	5.8
		20.0	22.6	18.2	18.0	18.2	18.5	20.0	19.2	1.80	9.3
		100	101	103	102	103	106	109	104	3.02	2.9
	4-溴氟苯	5.00	4.55	4.66	4.64	5.14	4.67	4.69	4.72	0.209	4.4
		20.0	22.9	18.1	18.4	18.1	18.6	19.9	19.4	1.87	9.7
		100	100	103	100	100	103	105	102	1.85	1.8
抚顺市环境监测中心站	苯	5.00	4.60	4.49	4.92	3.46	5.00	4.59	4.51	0.553	12
		20.0	22.9	18.2	18.6	18.3	18.7	20.1	19.5	1.82	9.4
		100	106	98.3	94.1	93.3	100	107	100	5.84	5.9
	甲苯-D <sub>8</sub>	5.00	4.72	4.94	5.33	4.97	5.16	4.84	4.99	0.221	4.4
		20.0	23.1	18.2	18.5	18.3	18.7	20.1	19.5	1.89	9.7
		100	112	100	98.6	107	108	104	105	5.15	4.9
	甲苯	5.00	8.35	7.57	8.27	7.97	8.18	7.97	8.05	0.283	3.5
		20.0	22.2	23.6	21.8	22.7	23.1	21.6	22.5	0.783	3.5
		100	109	97.5	97.2	101	104	105	102	4.57	4.5
	乙苯	5.00	4.67	4.90	4.24	3.51	4.39	4.79	4.42	0.507	11
		20.0	23.5	18.5	19.1	18.8	19.3	20.9	20.0	1.89	9.4
		100	111	98.1	107	93.9	96.7	95.1	100	6.94	6.9
	对-二甲苯	5.00	4.68	4.77	4.16	3.90	4.01	4.25	4.29	0.357	8.3
		20.0	20.3	17.5	18.8	17.7	18.0	19.4	18.6	1.08	5.8
		100	110	97.1	98.7	105	107	104	104	4.79	4.6
	间-二甲苯	5.00	4.74	4.28	4.26	3.59	4.08	4.14	4.18	0.371	8.9
		20.0	23.0	19.1	19.1	19.1	19.4	21.2	20.2	1.62	8.1
		100	110	98.0	94.4	100	102	101	101	5.16	5.1
	异丙苯	5.00	4.65	4.94	4.17	3.54	4.01	4.80	4.35	0.537	12
		20.0	22.8	19.0	19.5	18.9	19.4	20.4	20.0	1.47	7.4
		100	108	96.2	98.2	103	104	103	102	4.38	4.3
	邻-二甲苯	5.00	4.22	4.34	4.32	3.31	4.15	4.69	4.17	0.461	11
		20.0	22.2	18.6	19.2	18.6	18.9	20.0	19.6	1.39	7.1
		100	111	99.0	104	110	110	106	107	4.56	4.3
	正丙苯	5.00	4.11	3.97	4.36	3.61	4.22	3.93	4.03	0.261	6.5
		20.0	22.2	18.5	18.9	18.4	18.8	19.9	19.4	1.45	7.4
		100	97.7	107	90.1	94.4	96.7	93.9	96.6	5.70	5.9
苯乙烯	5.00	3.65	4.00	4.16	3.98	4.68	4.48	4.16	0.372	8.9	
	20.0	22.7	19.8	18.8	19.3	19.6	20.6	20.1	1.39	6.9	
	100	109	98.1	97.4	104	108	107	104	5.06	4.9	
4-溴氟苯	5.00	4.63	5.11	5.21	4.98	4.94	4.84	4.95	0.204	4.1	
	20.0	22.8	19.9	19.8	19.8	19.9	21.5	20.6	1.26	6.1	
	100	112	98.0	97.8	98.8	100	107	102	5.98	5.8	
辽	苯	5.00	4.78	4.80	5.20	4.95	5.21	4.79	4.95	0.203	4.1

阳市 环境 监测 站		20.0	22.0	18.3	18.6	18.4	18.5	19.6	19.2	1.45	7.5
		100	110	98.9	95.3	100	104	102	102	5.20	5.1
	甲苯	5.00	4.75	4.79	5.08	4.93	5.14	4.77	4.91	0.166	3.4
		20.0	23.1	19.2	19.7	19.2	19.6	20.7	20.2	1.48	7.3
	-D <sub>8</sub>	100	107	98.0	98.4	104	109	106	104	4.64	4.5
		5.00	8.74	7.83	8.14	7.95	8.18	7.82	8.11	0.342	4.2
	甲苯	20.0	22.0	23.3	22.6	22.5	21.7	22.8	22.5	0.586	2.6
		100	108	97.9	101	106	109	108	105	4.63	4.4
		5.00	4.53	4.43	4.82	4.21	4.49	4.38	4.48	0.202	4.5
	乙苯	20.0	21.9	18.1	18.4	18.4	18.5	19.5	19.1	1.44	7.6
		100	107	98.4	92.0	92.5	97.5	102	98.3	5.72	5.8
		5.00	4.23	4.49	4.22	4.45	4.16	4.27	4.30	0.134	3.1
	对-二甲苯	20.0	22.4	19.8	19.6	19.7	19.6	21.1	20.4	1.16	5.7
		100	111	99.3	95.4	92.4	97.1	104	100	6.68	6.7
		5.00	4.35	4.38	4.64	3.98	4.19	3.84	4.23	0.291	6.9
	间-二甲苯	20.0	22.2	18.9	19.4	19.1	19.3	20.3	19.9	1.23	6.2
		100	108	98.9	102	107	111	109	106	4.68	4.4
		5.00	4.24	4.59	4.29	3.99	4.31	3.59	4.17	0.342	8.2
	异丙苯	20.0	22.5	20.3	20.3	20.4	20.3	21.5	20.9	0.933	4.5
		100	112	100	97.2	101	104	102	103	5.03	4.9
		5.00	4.69	4.71	4.22	4.06	4.29	4.90	4.48	0.334	7.5
	邻-二甲苯	20.0	22.5	20.2	20.2	20.2	20.1	21.4	20.8	1.02	4.9
		100	109	99.2	102	106	109	108	106	4.06	3.8
		5.00	4.18	4.69	4.19	4.04	4.30	4.14	4.26	0.229	5.4
	正丙苯	20.0	22.2	19.9	19.9	19.8	19.6	21.1	20.4	1.01	5.0
		100	109	100	99.2	106	109	108	105	4.62	4.4
		5.00	4.69	4.44	4.16	4.71	4.12	4.72	4.47	0.279	6.2
	苯乙烯	20.0	21.5	18.3	18.7	18.6	18.7	19.6	19.2	1.20	6.3
		100	109	98.1	91.8	90.8	96.3	102	98.2	6.97	7.1
		5.00	4.97	5.04	5.38	5.26	5.33	4.99	5.16	0.181	3.5
	4-溴氟苯	20.0	21.9	19.6	18.8	19.1	19.4	20.2	19.8	1.13	5.7
		100	107	97.4	106	111	95.9	113	105	7.15	6.8
		5.00	4.72	4.77	5.04	5.17	5.11	4.91	4.95	0.184	3.7
	苯	20.0	21.5	18.3	18.7	18.4	18.5	19.4	19.1	1.22	6.4
		100	109	98.6	97.9	97.2	102	108	102	5.33	5.2
		5.00	4.78	4.81	4.90	4.32	4.79	4.41	4.67	0.240	5.1
	甲苯	20.0	21.2	18.1	18.5	18.5	18.5	19.3	19.0	1.15	6.0
		100	110	97.8	102	100	105	111	104	5.33	5.1
		5.00	7.69	8.73	7.92	8.82	8.73	8.51	8.40	0.476	5.7
	甲苯	20.0	22.7	23.3	20.3	22.3	23.2	21.6	22.2	1.15	5.2
		100	109	98.3	96.5	95.4	101	108	101	5.65	5.6
		5.00	4.91	4.52	4.49	4.82	4.41	4.38	4.59	0.222	4.8
乙苯	20.0	22.5	20.2	20.0	20.1	20.0	21.4	20.7	1.04	5.0	



		100	109	99.4	109	97.1	100	119	106	8.20	7.8
	对-二甲苯	5.00	4.59	4.73	4.36	5.22	5.04	4.43	4.73	0.341	7.2
		20.0	22.2	19.9	19.7	19.7	19.5	20.9	20.3	1.08	5.3
		100	105	97.3	92.3	95.1	103	106	100	5.73	5.7
	间-二甲苯	5.00	3.99	5.02	5.11	4.90	4.44	4.12	4.60	0.481	10
		20.0	22.1	19.8	19.7	19.6	19.5	20.9	20.3	1.01	5.0
		100	107	97.8	106	95.6	101	106	102	4.91	4.8
	异丙苯	5.00	4.34	4.85	5.06	5.00	4.37	4.38	4.67	0.339	7.3
		20.0	22.0	19.5	19.5	19.4	19.2	20.7	20.1	1.11	5.5
		100	108	98.8	107	97.2	103	107	103	4.59	4.4
	邻-二甲苯	5.00	4.23	4.82	4.86	5.00	4.31	3.96	4.53	0.419	9.2
		20.0	21.3	18.1	18.4	18.1	18.2	19.2	18.9	1.25	6.6
		100	109	97.8	98.3	96.6	100	106	101	4.94	4.9
	正丙苯	5.00	4.17	4.92	4.10	4.95	4.46	3.80	4.40	0.464	11
		20.0	22.3	18.8	19.5	19.1	19.3	20.5	19.9	1.29	6.5
		100	108	97.2	96.4	94.0	98.6	104	100	5.40	5.4
	苯乙烯	5.00	4.30	4.87	4.78	4.56	4.44	4.39	4.55	0.226	5.0
		20.0	21.1	17.8	18.3	18.1	18.2	19.2	18.8	1.21	6.5
		100	108	96.8	93.9	93.2	99.2	105	99.4	6.09	6.1
	4-溴氟苯	5.00	4.71	4.88	5.11	4.98	5.11	4.83	4.94	0.161	3.3
		20.0	18.9	19.4	19.0	18.8	18.7	18.9	18.9	0.238	1.3
		100	107	97.4	89.5	88.4	96.6	101	96.8	7.19	7.4

#### 1.4 方法准确度测试数据

##### 1.4.1 固体废物样品准确度测试数据

表 1-10 固体废物样品准确度测试数据

实验室	名称	样品类型	测量值(μg/kg)						平均值(μg/kg)	加标浓度(μg/kg)	加标回收率(%)
			1	2	3	4	5	6			
辽宁省环境监测实验中心	苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	76.0
		加标样品	17.5	23.9	17.8	18.1	18.7	18.2	19.0		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	107
		加标样品	102	94.0	100	110	119	115	107		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	102
		加标样品	470	496	493	500	534	559	509		
	甲苯-D <sub>8</sub>	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	77.6
		加标样品	19.6	21.4	18.9	18.0	19.4	19.2	19.4		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	99.3
		加标样品	99.3	101	100	95.5	99.4	100	99.3		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	102
		加标样品	506	517	536	471	522	510	511		
甲苯	实际样品	44.5	46.0	46.5	43.5	43.0	49.5	45.5	25.0	60.9	

	加标样品	62.6	59.3	65.4	57.1	54.7	65.4	60.7	100	78.1
	实际样品	44.5	46.0	46.5	43.5	43.0	49.5	45.5		
	加标样品	122	128	129	123	122	117	124	500	95.2
	实际样品	44.5	46.0	46.5	43.5	43.0	49.5	45.5		
	加标样品	535	506	531	517	515	526	522	25.0	61.0
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
乙苯	加标样品	12.8	18.8	17.9	13.8	14.0	14.4	15.3	100	95.2
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	92.5	90.7	98.7	93.9	98.2	97.3	95.2	500	100
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	465	534	496	525	506	463	498	25.0	65.5
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
对-二甲苯	加标样品	16.8	16.9	19.0	19.4	12.8	13.6	16.4	100	95.7
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	94.1	91.3	99.3	93.9	97.9	97.5	95.7	500	106
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	523	515	549	551	525	513	529	25.0	60.7
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
间-二甲苯	加标样品	15.1	14.2	18.9	14.1	15.5	13.3	15.2	100	95.5
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	93.0	91.2	98.5	94.6	98.3	97.6	95.5	500	104
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	506	491	533	536	548	497	518	25.0	61.0
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
异丙苯	加标样品	13.5	19.4	14.8	13.4	15.7	15.0	15.3	100	92.2
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	89.3	87.3	95.3	91.1	95.3	95.0	92.2	500	104
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	508	490	531	545	545	495	519	25.0	64.8
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
邻-二甲苯	加标样品	13.7	15.9	18.6	16.5	18.4	14.3	16.2	100	97.2
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	93.7	91.8	101	95.9	101	101	97.2	500	103
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	519	519	545	463	521	508	513	25.0	60.3
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
正丙苯	加标样品	14.4	16.9	16.3	14.6	14.5	14.0	15.1	100	93.6
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	90.7	87.9	95.7	95.1	99.2	93.1	93.6	500	96.0
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	458	452	488	528	500	453	480	25.0	58.2
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
苯乙烯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	58.2

沈阳市 环境 监测 中心 站		加标样品	13.7	16.4	14.4	13.9	15.5	13.6	14.6	100	96.0
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
		加标样品	87.7	91.6	98.5	96.4	101	101	96.0	500	104
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	4-溴氟 苯	加标样品	527	511	555	455	539	527	519	25.0	75.7
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
		加标样品	17.9	20.1	18.3	19.0	19.2	19.1	18.9	100	97.7
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
		加标样品	96.3	93.1	100	98.3	98.7	100	97.7	500	103
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	苯	加标样品	521	476	533	476	554	520	513	25.0	74.3
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
		加标样品	18.9	20.2	19.9	15.9	20.3	16.4	18.6	100	98.4
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
		加标样品	100	102	99.1	96.1	95.5	96.9	98.4	500	103
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	甲苯-D <sub>8</sub>	加标样品	500	488	530	520	540	501	513	25.0	84.6
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
		加标样品	20.9	22.1	19.2	21.8	21.6	21.4	21.2	100	97.5
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
		加标样品	98.7	101	97.6	95.5	96.0	96.7	97.5	500	107
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	甲苯	加标样品	537	524	538	526	540	534	533	25.0	55.1
		实际样品	55.5	52.0	49.0	54.5	49.0	53.0	52.2		
加标样品		65.7	56.3	67.8	67.1	69.5	69.4	65.9	100	84.7	
实际样品		55.5	52.0	49.0	54.5	49.0	53.0	52.2			
加标样品		141	139	133	143	138	128	137	500	95.0	
实际样品		55.5	52.0	49.0	54.5	49.0	53.0	52.2			
乙苯	加标样品	529	511	557	515	527	525	527	25.0	77.5	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
	加标样品	15.6	19.2	17.1	23.3	21.1	20.1	19.4	100	99.8	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
	加标样品	94.6	104	95.4	100	102	103	99.8	500	101	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
对-二甲 苯	加标样品	499	521	518	470	519	495	504	25.0	69.2	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
	加标样品	14.4	16.2	13.9	19.7	19.4	20.4	17.3	100	92.8	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
	加标样品	87.7	100	86.4	93.6	94.3	95.2	92.8	500	102	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
间-二甲 苯	加标样品	524	471	539	461	549	530	512	25.0	68.7	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
		加标样品	14.2	16.3	20.6	15.6	18.2	18.4	17.2		

		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	97.3		
		加标样品	88.6	102	92.4	99.0	100	101	97.3				
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	107	
			加标样品	541	522	568	513	526	536	534			
	异丙苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	66.9	
			加标样品	15.0	16.5	14.6	14.3	20.4	19.6	16.7			
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	93.2
				加标样品	86.6	99.4	86.7	95.0	95.2	96.6	93.2		
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	99.0
				加标样品	482	475	511	500	519	484	495		
	邻-二甲苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	71.0	
			加标样品	16.5	17.9	20.8	17.8	19.2	14.5	17.8			
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	92.4
				加标样品	86.6	99.3	86.1	93.8	94.4	94.4	92.4		
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	106
				加标样品	526	504	552	511	556	519	528		
	正丙苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	74.1	
			加标样品	15.7	20.3	19.1	15.9	20.1	20.1	18.5			
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	97.9
				加标样品	92.7	103	90.3	99.3	100	102	97.9		
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	106
				加标样品	536	515	562	521	503	529	528		
	苯乙烯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	71.5	
			加标样品	15.4	23.2	15.8	16.7	16.9	19.3	17.9			
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	95.7	
			加标样品	89.3	102	88.6	98.3	97.3	99.1	95.7			
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	101	
			加标样品	497	535	515	460	525	503	506			
4-溴氟苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	78.6		
		加标样品	20.0	19.0	18.2	20.5	20.1	20.1	19.7				
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	101	
			加标样品	96.7	105	96.6	102	102	104	101			
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	104	
			加标样品	527	531	483	526	492	554	519			
大连市环境监测中心	苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	68.6		
		加标样品	16.7	15.2	19.0	19.3	16.1	16.7	17.2				
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	95.5
				加标样品	85.4	105	86.2	101	91.6	104	95.5		
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	105
				加标样品	523	500	558	500	511	554	524		
	甲苯-D <sub>8</sub>	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	74.4		
		加标样品	19.7	18.8	19.3	18.6	17.9	17.4	18.6				
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102		

	加标样品	105	104	101	99.6	99.4	102	102	500	103
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
甲苯	加标样品	529	517	475	483	545	530	513	25.0	60.0
	实际样品	42.5	44.0	46.0	40.0	49.5	42.5	44.1		
	加标样品	58.6	51.1	62.0	63.5	60.4	59.1	59.1	100	74.2
	实际样品	42.5	44.0	46.0	40.0	49.5	42.5	44.1		
	加标样品	115	123	111	120	119	121	118	500	105
	实际样品	42.5	44.0	46.0	40.0	49.5	42.5	44.1		
加标样品	581	559	617	557	531	572	570			
乙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	60.5
	加标样品	17.8	14.1	19.4	12.8	13.9	12.9	15.1		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	88.5
	加标样品	81.3	98.7	86.6	97.7	81.2	85.9	88.5		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	105
	加标样品	539	488	558	489	517	548	523		
对-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	59.9
	加标样品	17.9	19.0	14.4	12.7	13.4	12.7	15.0		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	86.3
	加标样品	79.3	99.7	82.0	93.7	78.7	84.9	86.3		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	100
	加标样品	490	483	505	483	505	534	500		
间-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	63.2
	加标样品	13.5	19.1	14.8	18.5	14.8	14.3	15.8		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	82.3
	加标样品	76.1	94.1	71.2	93.8	82.8	75.8	82.3		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	103
	加标样品	502	492	523	477	502	605	517		
异丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	61.2
	加标样品	18.1	19.8	13.1	13.5	13.1	14.5	15.3		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	81.8
	加标样品	76.4	89.7	76.4	86.7	77.3	84.2	81.8		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	99.1
	加标样品	497	476	518	472	524	487	496		
邻-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	67.6
	加标样品	19.3	19.9	12.6	19.6	15.2	15.0	16.9		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	83.3
	加标样品	74.4	89.2	76.3	91.0	76.2	93.1	83.3		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	101
	加标样品	511	492	527	473	535	502	507		
正丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	66.9
	加标样品	18.7	20.3	16.4	13.9	16.1	15.1	16.7		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	79.8
	加标样品	72.4	82.5	80.4	88.0	69.1	86.4	79.8		

抚顺市环境监测中心站		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	104		
		加标样品	539	487	542	483	551	533	522				
	苯乙烯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	63.6	
			加标样品	17.6	18.3	14.5	12.2	19.3	13.7	15.9			
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	78.4	
			加标样品	67.5	82.6	80.7	89.1	74.2	76.2	78.4			
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	103	
			加标样品	528	476	534	472	545	526	514			
	4-溴氟苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	75.0	
			加标样品	20.3	18.5	18.9	17.1	18.7	19.2	18.8			
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	98.8	
			加标样品	101	101	99.9	92.3	97.6	101	98.8			
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	104	
			加标样品	509	539	526	480	536	517	518			
	抚顺市环境监测中心站	苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	72.0	
			加标样品	17.2	16.7	19.9	17.7	18.5	18.1	18.0			
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	91.3
				加标样品	80.4	99.7	81.2	96.4	91.6	98.7	91.3		
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	97.7
				加标样品	516	470	490	469	494	492	488		
		甲苯-D <sub>8</sub>		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	73.4
				加标样品	18.8	17.8	17.3	18.1	19.8	18.4	18.3		
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102
				加标样品	105	104	101	99.6	99.4	102	102		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	98.7	
			加标样品	465	488	513	484	490	522	494			
甲苯			实际样品	36.5	40.0	40.0	34.5	42.0	39.5	38.8	25.0	65.9	
			加标样品	59.7	54.2	56.7	59.8	50.3	50.9	55.2			
			实际样品	36.5	40.0	40.0	34.5	42.0	39.5	38.8	100	83.6	
			加标样品	120	118	126	125	129	116	122			
			实际样品	36.5	40.0	40.0	34.5	42.0	39.5	38.8	500	91.7	
			加标样品	465	484	519	508	476	534	497			
乙苯			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	69.2	
			加标样品	19.5	14.4	20.9	18.7	14.8	15.6	17.3			
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	82.7	
			加标样品	71.3	83.7	76.6	87.7	81.2	95.9	82.7			
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	92.9	
			加标样品	458	464	462	446	482	476	465			
对-二甲苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	66.2		
		加标样品	18.1	14.5	20.1	14.2	14.8	17.9	16.6				
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	79.7		
		加标样品	69.3	84.7	72.0	93.7	78.7	79.9	79.7				
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	97.6		

		加标样品	442	474	501	484	519	508	488		
	间-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	63.4
		加标样品	18.3	14.0	15.7	14.4	15.5	17.3	15.8		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	78.4
		加标样品	73.1	79.1	86.2	73.8	77.8	80.8	78.4		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	97.9
		加标样品	459	475	496	483	514	508	489		
	异丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	65.3
		加标样品	19.2	14.9	19.3	14.9	14.6	15.2	16.3		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	80.0
		加标样品	76.1	84.7	81.4	71.7	87.3	79.2	80.0		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	97.9
		加标样品	445	470	506	488	517	510	489		
	邻-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	68.9
		加标样品	19.5	15.9	20.6	15.6	16.3	15.6	17.2		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	74.2
		加标样品	69.4	74.2	86.3	66.0	71.2	78.1	74.2		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	102
		加标样品	461	488	535	505	552	530	512		
	正丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	70.5
		加标样品	19.4	16.1	20.3	14.5	18.1	17.4	17.6		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	75.8
		加标样品	62.4	72.5	80.4	84.0	89.1	66.4	75.8		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	92.5
		加标样品	442	431	481	450	492	480	463		
	苯乙烯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	67.7
		加标样品	17.7	14.3	16.0	19.6	14.5	19.7	16.9		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	73.3
		加标样品	62.5	67.5	85.7	74.1	79.0	71.2	73.3		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	97.0
		加标样品	445	464	493	484	512	510	485		
	4-溴氟苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	70.5
		加标样品	18.2	17.6	16.3	19.9	16.9	17.0	17.6		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	98.8
		加标样品	91.0	101	99.9	97.3	97.6	106	98.8		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	99.4
		加标样品	458	489	511	502	506	515	497		
辽阳市环境监	苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	70.5
		加标样品	16.3	15.8	19.4	20.1	17.7	16.6	17.6		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	94.4
		加标样品	105	86.6	86.1	86.5	101	101	94.4		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	98.8
		加标样品	467	485	504	481	516	510	494		

测 站	甲苯-D <sub>8</sub>	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	74.7
		加标样品	18.4	17.7	19.5	18.8	20.1	17.8	18.7		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	92.6
		加标样品	95.9	85.9	89.0	91.5	95.0	98.4	92.6		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	99.8
		加标样品	455	482	510	496	526	524	499		
	甲苯	实际样品	43.0	48.5	49.5	42.5	51.0	47.5	47.0	25.0	59.7
		加标样品	62.1	56.2	65.2	72.7	59.4	56.2	61.9		
		实际样品	43.0	48.5	49.5	42.5	51.0	47.5	47.0	100	65.7
		加标样品	113	116	107	119	107	115	113		
		实际样品	43.0	48.5	49.5	42.5	51.0	47.5	47.0	500	92.3
		加标样品	459	483	526	510	538	536	509		
	乙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	68.7
		加标样品	15.9	15.3	20.2	15.6	16.7	19.4	17.2		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	82.8
		加标样品	68.5	78.6	87.2	89.3	77.5	95.7	82.8		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	105
		加标样品	510	511	540	532	502	549	524		
	对-二甲 苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	66.0
		加标样品	16.0	15.3	18.3	16.2	17.9	15.4	16.5		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	78.6
		加标样品	68.0	63.5	87.3	84.3	82.8	86.0	78.6		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	101
		加标样品	484	511	522	503	498	517	506		
	间-二甲 苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	68.4
		加标样品	15.2	16.8	18.2	18.7	17.6	16.3	17.1		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	76.9
		加标样品	64.0	64.0	88.1	75.0	88.3	81.9	76.9		
实际样品		0	0	0	0	0	0	0	500	101	
加标样品		465	487	532	518	497	544	507			
异丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	67.6	
	加标样品	16.2	17.3	18.3	15.5	16.7	17.6	16.9			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	73.4	
	加标样品	57.9	64.8	74.2	86.0	84.5	73.1	73.4			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	99.7	
	加标样品	483	491	525	490	484	520	499			
邻-二甲 苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	66.2	
	加标样品	14.6	18.0	17.8	14.7	16.8	17.6	16.5			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	72.2	
	加标样品	56.0	65.9	79.6	82.0	75.4	74.5	72.2			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	102	
	加标样品	475	488	524	526	504	552	511			
正丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	67.1	



锦州市 环境 监测 中心 站		加标样品	14.4	18.0	18.3	16.3	17.7	16.1	16.8	100	68.0	
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
		加标样品	74.4	61.0	67.5	61.9	70.1	73.0	68.0	500	101	
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
	加标样品	475	487	509	522	500	548	507	25.0	66.7		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	13.9	14.9	17.6	18.2	17.1	18.4	16.7			100	64.5
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	59.3	60.0	55.2	71.5	68.4	72.8	64.5			500	101
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	480	498	488	495	543	513	503	25.0	73.3		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	19.6	19.1	17.7	19.0	17.9	16.8	18.3			100	94.8
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	96.4	91.1	91.3	92.6	96.4	101	94.8			500	106
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	466	500	545	555	528	571	528	25.0	70.0		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	19.2	18.1	15.9	16.7	17.3	18.0	17.5			100	96.3
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	97.1	96.2	93.1	94.9	96.6	99.9	96.3			500	104
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	477	525	533	542	487	548	519	25.0	73.9		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
加标样品	19.9	18.7	18.3	18.3	17.7	18.2	18.5	100			94.9	
实际样品	0	0	0	0	0	0	0					
加标样品	96.0	93.7	91.6	93.2	96.0	98.8	94.9	500			101	
实际样品	0	0	0	0	0	0	0					
加标样品	482	513	511	519	466	537	505	25.0	57.6			
实际样品	44.5	40.5	43.0	45.5	40.5	42.0	42.7					
加标样品	63.7	58.5	53.7	54.3	58.3	54.1	57.1			100	74.4	
实际样品	44.5	40.5	43.0	45.5	40.5	42.0	42.7					
加标样品	109	125	118	124	112	115	117			500	102	
实际样品	44.5	40.5	43.0	45.5	40.5	42.0	42.7					
加标样品	533	558	619	543	517	559	555	25.0	70.5			
实际样品	0	0	0	0	0	0	0					
加标样品	18.6	18.0	14.9	18.1	17.8	18.5	17.6			100	86.7	
实际样品	0	0	0	0	0	0	0					
加标样品	87.9	83.6	84.0	84.4	88.2	92.3	86.7			500	103	
实际样品	0	0	0	0	0	0	0					
加标样品	499	511	516	522	519	511	513	25.0	67.8			
实际样品	0	0	0	0	0	0	0					
加标样品	19.2	18.8	13.9	14.3	17.6	18.2	17.0					

		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	93.7
		加标样品	94.7	92.6	91.3	92.2	94.1	97.4	93.7		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	99.7
		加标样品	461	499	535	524	489	484	499		
间-二甲 苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	65.2
		加标样品	15.2	18.6	12.6	13.9	18.9	18.8	16.3		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	84.4
		加标样品	86.2	83.4	81.0	82.7	85.3	88.2	84.4		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	99.1
		加标样品	459	501	528	523	487	477	496		
异丙苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	66.8
		加标样品	12.8	19.0	18.7	15.7	18.2	16.0	16.7		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	79.0
		加标样品	80.6	76.8	76.6	77.4	79.6	83.3	79.0		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	103
		加标样品	476	524	517	521	518	524	513		
邻-二甲 苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	63.8
		加标样品	13.4	17.1	15.0	14.4	17.8	18.2	16.0		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	90.8
		加标样品	93.9	76.8	91.4	92.0	93.8	97.1	90.8		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	101
		加标样品	474	518	507	510	506	516	505		
正丙苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	60.7
		加标样品	13.7	13.2	18.1	12.6	17.2	16.4	15.2		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	91.0
		加标样品	92.2	88.3	88.8	88.6	91.9	96.1	91.0		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	101
		加标样品	480	506	505	510	511	528	507		
苯乙烯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	63.5
		加标样品	14.6	13.1	18.4	17.9	18.2	13.2	15.9		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	80.7
		加标样品	80.2	78.2	76.4	87.4	79.8	82.4	80.7		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	99.3
		加标样品	486	500	486	500	491	515	496		
4-溴氟 苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	25.0	71.3
		加标样品	19.3	17.7	16.3	17.8	17.8	18.3	17.8		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	105
		加标样品	105	103	103	102	106	109	105		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	500	103
		加标样品	481	517	531	547	498	512	514		

#### 1.4.2 固体废物水浸出液和醋酸浸出液准确度测试数据

表 1-11 固体废物水浸出液准确度测试数据

实验室	名称	样品类型	测量值(μg/L)						平均值 (μg/L)	加标浓 度(μg/L)	加标回 收率 (%)
			1	2	3	4	5	6			
辽宁省环境 监测实验中心	苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	93.2
		加标样品	4.34	4.78	4.95	4.91	5.02	3.98	4.66		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	100
		加标样品	19.4	19.6	19.7	19.8	21.3	20.6	20.1		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	99.4
		加标样品	100	101	100	104	94.1	98.2	99.4		
	甲苯-D <sub>8</sub>	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	93.5
		加标样品	4.14	4.70	4.90	4.85	4.98	4.49	4.68		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	103
		加标样品	20.1	20.2	20.5	20.6	21.2	21.0	20.6		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	100
		加标样品	98.6	102	102	97.4	102	95.7	100		
	甲苯	实际样品	5.66	6.26	6.01	7.10	5.20	5.65	5.98	5.00	75.8
		加标样品	8.78	8.75	9.64	10.9	9.78	10.8	9.77		
		实际样品	5.66	6.26	6.01	7.10	5.20	5.65	5.98	20.0	89.1
		加标样品	25.2	24.3	25.6	23.6	22.0	22.1	23.8		
		实际样品	5.66	6.26	6.01	7.10	5.20	5.65	5.98	100	94.9
		加标样品	99.4	103	106	97.7	102	97.5	101		
	乙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	87.0
		加标样品	4.16	4.79	4.53	4.56	4.38	3.69	4.35		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	99.1
		加标样品	19.3	19.4	19.8	19.9	20.2	20.3	19.8		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	101
		加标样品	100	104	106	95.5	96.6	105	101		
	对-二甲 苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	90.4
		加标样品	4.22	4.77	4.69	4.82	4.83	3.78	4.52		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	105
		加标样品	20.9	21.1	20.6	20.6	21.5	21.6	21.1		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	100
		加标样品	97.1	104	106	95.5	102	96.8	100		
	间-二甲 苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	91.7
		加标样品	4.34	4.83	4.75	4.88	4.88	3.84	4.59		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	104
		加标样品	20.2	20.4	20.5	20.7	22.1	21.3	20.9		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102
		加标样品	103	108	107	96.2	100	100	102		
异丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	91.0	
	加标样品	4.12	4.81	4.75	4.87	4.87	3.89	4.55			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	97.5	
	加标样品	19.0	19.2	19.5	19.5	19.8	20.0	19.5			

沈阳市 环境 监测 中心 站		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	99.1	
		加标样品	104	104	103	92.5	97.7	93.7	99.1			
	邻-二甲 苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	92.0
			加标样品	4.48	4.78	4.84	4.82	4.78	3.92	4.60		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	101
			加标样品	19.5	19.7	20.0	20.2	20.8	20.5	20.1		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	101
			加标样品	104	106	105	94.7	100	98.2	101		
	正丙苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	89.2
			加标样品	4.11	4.72	4.77	4.75	4.63	3.78	4.46		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	95.4
			加标样品	18.6	18.7	19.0	19.1	19.5	19.6	19.1		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	97.0
			加标样品	96.8	94.2	93.3	95.8	95.7	106	97.0		
	苯乙烯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	84.9
			加标样品	4.27	4.25	4.12	4.28	4.92	3.62	4.24		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	96.2
			加标样品	19.0	18.8	19.3	19.4	19.6	19.5	19.2		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	101
			加标样品	103	104	106	96.9	101	96.0	101		
	4-溴氟 苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	86.7
			加标样品	4.24	4.54	4.57	4.42	4.72	3.52	4.33		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	101
			加标样品	19.6	19.9	19.9	20.1	21.4	20.7	20.3		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	99.4	
		加标样品	100	103	102	95.0	101	94.2	99.4			
苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	83.1	
		加标样品	4.33	4.51	3.86	4.35	4.05	3.82	4.15			
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	99.8	
		加标样品	19.3	19.6	20.0	20.1	20.4	20.5	20.0			
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	99.4	
		加标样品	102	98.3	104	97.1	101	93.2	99.4			
	甲苯-D <sub>8</sub>		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	85.0
			加标样品	4.42	4.27	3.75	4.36	4.65	4.05	4.25		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	107
			加标样品	20.9	21.0	21.0	21.3	22.7	22.1	21.5		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	103
			加标样品	104	102	107	98.7	104	99.2	103		
甲苯		实际样品	6.21	6.03	5.99	6.98	5.47	5.79	6.08	5.00	64.7	
		加标样品	9.41	8.55	10.2	9.36	9.83	8.57	9.31			
		实际样品	6.21	6.03	5.99	6.98	5.47	5.79	6.08	20.0	89.7	
		加标样品	24.5	23.6	24.6	23.8	24.6	23.0	24.0			
		实际样品	6.21	6.03	5.99	6.98	5.47	5.79	6.08	100	93.5	

	加标样品	98.7	102	104	95.3	100	97.6	99.6		
乙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	82.3
	加标样品	4.16	3.98	4.57	3.76	3.95	4.27	4.12		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	100
	加标样品	19.4	19.3	20.3	20.6	20.0	20.1	19.9		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	101
	加标样品	99.9	103	100	101	103	96.6	101		
对-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	82.7
	加标样品	4.05	3.55	4.49	4.22	4.16	4.35	4.14		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	92.4
	加标样品	18.2	19.3	16.8	19.8	17.2	19.5	18.5		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102
	加标样品	100	103	105	101	107	97.1	102		
间-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	88.1
	加标样品	4.65	4.85	4.25	4.29	3.98	4.41	4.41		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	94.5
	加标样品	18.3	18.5	19.0	19.1	19.2	19.3	18.9		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	101
	加标样品	98.3	106	106	97.0	102	99.3	101		
异丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	81.2
	加标样品	4.72	4.22	3.45	3.75	3.97	4.24	4.06		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	98.3
	加标样品	19.7	19.6	19.3	20.3	21.0	18.1	19.7		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	100
	加标样品	108	106	104	94.9	96.6	91.1	100		
邻-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	84.7
	加标样品	4.49	4.35	4.37	3.96	4.06	4.18	4.24		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	96.5
	加标样品	19.5	19.5	19.6	18.9	18.1	20.3	19.3		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	99.9
	加标样品	102	104	104	94.9	97.5	96.8	99.9		
正丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	80.9
	加标样品	4.65	3.77	3.69	3.75	4.02	4.40	4.05		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	99.1
	加标样品	19.2	19.5	19.8	19.9	20.3	20.3	19.8		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102
	加标样品	103	106	107	97.3	99.8	96.6	102		
苯乙烯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	84.6
	加标样品	4.73	4.25	3.77	3.65	4.62	4.35	4.23		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	95.0
	加标样品	19.7	19.9	19.8	18.1	18.6	17.9	19.0		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102
	加标样品	99.0	108	102	96.4	99.9	106	102		

	4-溴氟苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	84.6
		加标样品	4.36	4.18	3.45	4.55	4.68	4.17	4.23		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	102
		加标样品	20.2	20.2	20.1	20.2	21.4	20.1	20.4		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102
		加标样品	102	105	104	95.2	102	104	102		
大连市环境监测中心	苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	85.6
		加标样品	4.43	4.35	4.36	4.49	4.45	3.59	4.28		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	101
		加标样品	19.7	19.9	19.7	20.1	21.4	20.7	20.2		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102
		加标样品	99.2	102	104	101	104	101	102		
	甲苯-D <sub>8</sub>	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	88.3
		加标样品	4.15	4.72	4.65	4.15	4.28	4.55	4.42		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	101
		加标样品	19.7	19.8	19.7	20.0	21.2	20.4	20.1		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	101
		加标样品	100	103	103	98.8	101	103	101		
	甲苯	实际样品	6.86	7.13	7.56	6.21	7.82	7.52	7.18	5.00	74.3
		加标样品	11.2	11.5	11.2	10.2	11.4	10.1	10.9		
		实际样品	6.86	7.13	7.56	6.21	7.82	7.52	7.18	20.0	70.9
		加标样品	21.4	20.6	21.4	21.8	20.9	22.2	21.4		
		实际样品	6.86	7.13	7.56	6.21	7.82	7.52	7.18	100	94.8
		加标样品	100	103	104	100	107	98.7	102		
	乙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	82.1
		加标样品	4.35	4.17	4.22	4.09	4.14	3.65	4.10		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	102
		加标样品	20.2	20.4	20.8	20.4	21.2	18.9	20.3		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	101
		加标样品	101	105	106	96.1	101	97.0	101		
	对-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	81.9
		加标样品	4.22	4.06	3.89	3.85	4.58	3.96	4.09		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	100
		加标样品	20.5	20.7	21.1	19.1	20.0	18.7	20.0		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	101
		加标样品	101	100	97.7	103	101	102	101		
间-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	82.8	
	加标样品	4.52	4.15	3.95	3.91	4.15	4.17	4.14			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	89.8	
	加标样品	18.9	17.8	17.9	18.1	17.3	17.8	18.0			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102	
	加标样品	101	99.1	100	97.6	106	106	102			
异丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	79.9	

抚顺市环境监测中心站		加标样品	3.65	4.49	3.95	3.70	4.22	3.95	3.99	20.0	93.8	
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
		加标样品	18.8	17.3	19.6	18.5	19.0	19.3	18.8	100	99.4	
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
	加标样品	103	101	101	100	96.8	95.8	99.4	5.00	81.7		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	3.51	4.75	3.85	3.97	4.65	3.77	4.08			20.0	95.6
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	19.5	18.2	19.1	19.3	19.5	19.1	19.1			100	103
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	98.5	110	102	98.5	108	99.3	103	5.00	85.6		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	4.01	4.27	4.45	4.60	4.20	4.15	4.28			20.0	96.0
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	19.5	18.1	19.5	19.5	19.0	19.5	19.2			100	101
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	98.9	104	102	98.2	107	97.6	101	5.00	84.9		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	3.81	4.45	4.52	4.85	3.84	4.01	4.25			20.0	94.8
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	19.5	18.2	19.0	19.2	18.8	19.2	19.0			100	100
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
	加标样品	99.3	107	101	95.6	101	94.6	100	5.00	87.5		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0				
加标样品	4.42	4.75	4.17	4.08	4.25	4.57	4.37	20.0			97.4	
实际样品	0	0	0	0	0	0	0					
加标样品	19.8	19.0	19.5	19.7	19.3	19.8	19.5	100			101	
实际样品	0	0	0	0	0	0	0					
加标样品	99.0	106	101	96.0	98.8	108	101	5.00	84.4			
实际样品	0	0	0	0	0	0	0					
加标样品	3.96	4.16	3.95	4.26	4.67	4.32	4.22			20.0	98.1	
实际样品	0	0	0	0	0	0	0					
加标样品	19.9	19.5	18.9	19.3	19.8	20.4	19.6			100	105	
实际样品	0	0	0	0	0	0	0					
加标样品	100	111	100	100	107	112	105	5.00	81.6			
实际样品	0	0	0	0	0	0	0					
加标样品	4.12	4.27	4.05	4.22	3.94	3.88	4.08			20.0	96.3	
实际样品	0	0	0	0	0	0	0					
加标样品	19.4	19.2	18.6	19.0	19.3	20.0	19.3			100	104	
实际样品	0	0	0	0	0	0	0					
加标样品	108	105	103	101	107	97.4	104	5.00	79.1			
实际样品	7.71	7.26	6.89	6.75	7.21	7.93	7.29					
加标样品	11.5	11.6	10.8	11.6	11.3	10.7	11.2					

	实际样品	7.71	7.26	6.89	6.75	7.21	7.93	7.29	20.0	80.1
	加标样品	23.2	22.7	23.3	23.6	23.2	23.8	23.3		
	实际样品	7.71	7.26	6.89	6.75	7.21	7.93	7.29	100	95.5
	加标样品	106	104	101	99.2	107	100	103		
乙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	80.4
	加标样品	4.05	4.26	3.88	3.71	3.95	4.28	4.02		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	100
	加标样品	20.8	19.0	19.5	19.8	20.4	20.9	20.1		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	98.1
	加标样品	107	103	102	90.4	97.2	88.9	98.1		
对-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	81.6
	加标样品	4.26	3.55	3.75	4.17	4.65	4.11	4.08		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	102
	加标样品	20.6	19.7	19.8	19.9	20.6	21.5	20.3		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	99.9
	加标样品	105	100	97.9	97.3	105	95.0	100		
间-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	85.2
	加标样品	3.99	4.28	4.37	4.22	4.85	3.85	4.26		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	93.7
	加标样品	18.9	18.5	18.3	18.4	18.8	19.5	18.7		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	101
	加标样品	107	103	102	95.9	105	94.8	101		
异丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	81.1
	加标样品	3.92	3.92	3.76	4.08	4.24	4.40	4.05		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	99.4
	加标样品	20.2	19.7	19.2	19.5	20.1	20.6	19.9		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	100
	加标样品	105	100	98.7	96.4	105	95.1	100		
邻-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	80.0
	加标样品	3.41	4.18	3.72	4.24	4.14	4.32	4.00		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	94.0
	加标样品	19.1	18.4	18.3	18.5	18.9	19.7	18.8		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104
	加标样品	107	103	102	102	109	98.9	104		
正丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	84.4
	加标样品	4.04	4.48	4.48	3.64	4.12	4.56	4.22		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	93.3
	加标样品	18.8	18.4	18.3	18.4	18.8	19.4	18.7		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	93.0
	加标样品	95.1	92.6	91.7	91.5	98.2	88.9	93.0		
苯乙烯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	79.3
	加标样品	4.22	4.53	3.52	3.92	3.84	3.76	3.97		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	101



辽阳市 环境 监测 站		加标样品	20.4	19.7	19.8	19.7	20.4	21.2	20.2	100	100
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	4-溴氟 苯	加标样品	102	98.9	97.0	98.4	107	96.8	100	5.00	87.5
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
		加标样品	4.32	4.40	4.16	4.64	4.24	4.48	4.37	20.0	99.1
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
		加标样品	20.0	19.6	19.3	19.5	20.0	20.5	19.8	100	100
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
		加标样品	96.9	105	98.8	93.8	107	100	100	5.00	83.5
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	苯	加标样品	4.62	4.51	3.85	3.63	3.87	4.57	4.18	20.0	105
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
		加标样品	21.0	20.5	20.6	20.5	21.2	21.8	20.9	100	102
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
加标样品		108	104	102	98.7	104	96.5	102	5.00	92.1	
实际样品		0	0	0	0	0	0	0			
甲苯-D <sub>8</sub>	加标样品	4.85	4.95	4.75	4.22	4.42	4.45	4.61	20.0	104	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
	加标样品	21.1	20.5	20.5	20.4	21.2	21.8	20.9	100	102	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
	加标样品	105	100	99.2	101	107	98.6	102	5.00	75.2	
	实际样品	6.62	7.36	7.12	6.44	7.56	7.05	7.03			
甲苯	加标样品	11.3	10.7	10.5	10.8	10.6	10.9	10.8	20.0	83.7	
	实际样品	6.62	7.36	7.12	6.44	7.56	7.05	7.03			
	加标样品	23.9	23.3	23.2	25.0	22.8	24.5	23.8	100	96.5	
	实际样品	6.62	7.36	7.12	6.44	7.56	7.05	7.03			
	加标样品	107	102	100	102	109	101	104	5.00	80.1	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
乙苯	加标样品	4.15	4.08	4.16	3.54	3.88	4.23	4.01	20.0	96.6	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
	加标样品	19.6	19.0	18.9	19.1	19.4	20.0	19.3	100	104	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
	加标样品	101	111	100	101	105	106	104	5.00	81.2	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
对-二甲 苯	加标样品	3.93	4.14	4.34	3.86	3.63	4.47	4.06	20.0	100	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
	加标样品	20.7	19.3	19.6	19.9	20.3	20.7	20.1	100	101	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
	加标样品	96.1	108	101	94.7	105	102	101	5.00	79.6	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
间-二甲 苯	加标样品	3.95	3.68	3.59	4.13	4.22	4.31	3.98	20.0	94.8	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
	加标样品	19.1	18.8	18.6	18.7	19.0	19.6	19.0	5.00	79.6	
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0			

		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104	
		加标样品	106	102	102	104	110	103	104			
	异丙苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	84.4
			加标样品	4.49	4.22	3.77	4.13	4.58	4.13	4.22		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	96.7
			加标样品	19.7	19.1	19.1	19.1	19.1	19.9	19.3		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104
			加标样品	109	108	106	100	106	98.3	104		
	邻-二甲苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	83.2
			加标样品	4.31	3.86	4.03	4.31	4.30	4.14	4.16		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	104
			加标样品	21.0	20.4	20.4	20.4	21.1	21.7	20.8		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	106
			加标样品	108	104	104	104	111	104	106		
	正丙苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	86.7
			加标样品	4.14	3.96	4.14	4.50	4.23	5.04	4.34		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	104
			加标样品	20.9	20.3	20.3	20.2	21.0	21.7	20.7		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	105
			加标样品	107	104	104	104	110	103	105		
	苯乙烯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	81.3
			加标样品	4.05	4.50	4.14	3.87	3.78	4.05	4.07		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	102
			加标样品	20.6	20.0	20.0	19.7	20.6	21.2	20.4		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	101	
		加标样品	98.6	107	101	94.3	105	100	101			
4-溴氟苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	84.3	
		加标样品	4.87	3.96	3.87	4.14	4.23	4.23	4.22			
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	102	
		加标样品	20.6	20.0	19.9	19.9	20.7	21.2	20.4			
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	105	
		加标样品	108	103	102	101	106	109	105			
锦州市环境监测中心站	苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	91.5	
		加标样品	4.59	4.41	4.32	4.68	4.77	4.68	4.58			
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	101	
		加标样品	20.5	19.9	19.7	19.6	20.4	21.1	20.2			
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102	
		加标样品	94.4	106	98.9	99.4	109	105	102			
	甲苯-D <sub>8</sub>		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	87.0
			加标样品	4.86	4.14	3.96	4.41	4.50	4.23	4.35		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	94.9
			加标样品	19.3	18.8	18.5	18.6	19.1	19.6	19.0		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104		
	加标样品	108	103	102	101	106	109	105				

	加标样品	96.1	107	99.8	102	112	108	104		
甲苯	实际样品	6.77	6.13	6.26	5.87	6.68	6.60	6.39	5.00	82.8
	加标样品	10.9	10.8	10.7	10.9	10.0	9.95	10.5		
	实际样品	6.77	6.13	6.26	5.87	6.68	6.60	6.39	20.0	88.1
	加标样品	24.3	23.8	23.4	24.6	24.1	23.8	24.0		
	实际样品	6.77	6.13	6.26	5.87	6.68	6.60	6.39	100	96.4
	加标样品	96.2	107	99.9	99.5	109	105	103		
乙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	93.0
	加标样品	4.32	4.50	4.41	4.59	4.95	5.13	4.65		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	93.7
	加标样品	18.8	18.6	18.4	18.5	18.8	19.5	18.7		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	106
	加标样品	110	106	107	96.9	102	115	106		
对-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	84.2
	加标样品	4.69	4.15	4.51	4.24	3.88	3.79	4.21		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	102
	加标样品	19.6	19.0	20.0	19.9	22.4	21.1	20.3		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	105
	加标样品	102	108	98.8	105	108	109	105		
间-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	83.0
	加标样品	4.05	3.94	4.43	3.76	4.05	4.66	4.15		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	96.9
	加标样品	19.1	19.5	19.2	22.5	17.7	18.3	19.4		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104
	加标样品	105	101	102	108	97.8	111	104		
异丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	81.8
	加标样品	4.26	3.88	4.18	3.87	4.08	4.27	4.09		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	94.3
	加标样品	18.6	18.8	18.9	21.6	17.4	17.8	18.9		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	103
	加标样品	104	100	100	108	96.9	111	103		
邻-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	89.2
	加标样品	4.50	4.52	3.99	4.33	5.12	4.30	4.46		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	95.5
	加标样品	18.8	19.4	19.0	22.1	17.4	18.1	19.1		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	101
	加标样品	95.2	106	99.0	97.8	107	103	101		
正丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	81.7
	加标样品	4.01	3.77	3.52	3.88	4.60	4.72	4.08		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	95.2
	加标样品	18.9	19.3	18.9	21.8	17.3	17.9	19.0		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	100
	加标样品	95.4	106	98.6	96.1	105	101	100		

苯乙烯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	88.1
	加标样品	4.40	4.52	3.79	4.30	5.10	4.33	4.41		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	96.1
	加标样品	18.9	19.5	19.0	22.2	17.5	18.2	19.2		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	103
	加标样品	99.6	108	102	98.3	108	104	103		
4-溴氟苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	93.3
	加标样品	4.53	4.91	4.29	4.35	4.77	5.13	4.66		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	91.4
	加标样品	17.9	18.5	18.1	21.1	16.8	17.3	18.3		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102
	加标样品	100	107	102	96.3	104	101	102		

表 1-12 固体废物醋酸浸出液准确度测试数据

实验室	名称	样品类型	测量值(μg/L)						平均值(μg/L)	加标浓度(μg/L)	加标回收率(%)
			1	2	3	4	5	6			
辽宁省环境监测实验中心	苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	85.6
		加标样品	4.29	4.16	4.62	3.95	4.21	4.44	4.28		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	96.3
		加标样品	18.8	19.4	19.2	22.4	17.6	18.3	19.3		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	97.8
		加标样品	105	95.6	90.1	90.0	106	101	97.8		
	甲苯-D <sub>8</sub>	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	97.6
		加标样品	5.11	4.82	4.38	5.02	5.33	4.62	4.88		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	88.8
		加标样品	17.3	17.7	17.3	21.1	15.8	17.2	17.8		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104
		加标样品	105	111	105	104	104	95.3	104		
	甲苯	实际样品	4.31	4.76	4.51	5.36	4.12	4.11	4.53	5.00	81.6
		加标样品	9.43	9.38	7.24	8.71	8.66	8.22	8.61		
		实际样品	4.31	4.76	4.51	5.36	4.12	4.11	4.53	20.0	78.7
		加标样品	20.6	20.4	19.8	22.0	19.3	19.4	20.3		
		实际样品	4.31	4.76	4.51	5.36	4.12	4.11	4.53	100	97.4
		加标样品	101	106	102	107	104	92.8	102		
	乙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	85.1
		加标样品	4.52	3.86	4.82	4.21	3.79	4.32	4.25		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	102
		加标样品	20.0	20.6	20.0	22.7	19.0	19.6	20.3		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102
		加标样品	105	109	99.3	95.4	102	104	102		
对-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	83.8	
	加标样品	4.34	3.96	4.00	4.24	4.33	4.26	4.19			

		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	101		
		加标样品	20.1	20.5	19.9	22.3	18.7	19.3	20.1				
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104	
			加标样品	105	107	104	106	106	94.7	104			
	间-二甲 苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	84.2	
			加标样品	4.70	3.88	3.69	4.13	4.57	4.29	4.21			
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	98.6
				加标样品	19.6	20.0	19.4	22.0	18.3	19.0	19.7		
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	106
				加标样品	105	109	101	103	109	112	106		
	异丙苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	86.9	
			加标样品	4.40	3.85	3.92	4.83	4.55	4.52	4.35			
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	104
				加标样品	20.5	20.0	20.8	23.0	20.1	19.9	20.7		
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104
				加标样品	104	107	102	106	110	93.4	104		
	邻-二甲 苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	83.5	
			加标样品	4.57	3.69	3.77	4.56	3.98	4.48	4.18			
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	104
				加标样品	20.9	20.7	20.0	22.8	19.9	20.1	20.7		
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	105	
			加标样品	105	110	105	109	104	97.3	105			
正丙苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	78.7		
		加标样品	4.32	3.88	4.02	4.15	3.69	3.55	3.94				
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	97.6	
			加标样品	19.4	19.9	19.2	21.9	18.2	18.6	19.5			
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	98.0	
			加标样品	100	96.8	91.0	95.1	101	104	98.0			
苯乙烯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	80.9		
		加标样品	4.25	3.84	3.69	4.19	4.52	3.77	4.04				
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	102	
			加标样品	19.7	20.4	20.4	23.0	19.1	19.8	20.4			
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104	
			加标样品	103	107	102	107	106	97.3	104			
4-溴氟 苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	96.8		
		加标样品	5.03	4.77	4.42	4.76	4.87	5.18	4.84				
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	97.3	
			加标样品	19.1	19.7	19.1	21.8	18.1	18.8	19.5			
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104	
			加标样品	104	106	104	107	110	94.3	104			
沈阳	苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	92.9		
		加标样品	4.72	4.56	5.03	5.15	4.26	4.15	4.65				

市 环 境 监 测 中 心 站		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	97.2		
		加标样品	19.2	19.8	19.1	21.8	18.0	18.7	19.4				
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	106	
			加标样品	104	108	103	102	108	110	106			
	甲苯-D <sub>8</sub>		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	102	
			加标样品	5.11	4.42	5.74	5.22	4.98	5.12	5.10			
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	103
				加标样品	20.6	20.7	20.1	22.5	19.8	19.9	20.6		
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	103
				加标样品	103	107	104	107	103	95.2	103		
	甲苯		实际样品	5.60	4.51	4.53	5.76	4.31	4.52	4.87	5.00	81.1	
			加标样品	9.12	8.66	8.45	9.06	9.18	9.05	8.92			
				实际样品	5.60	4.51	4.53	5.76	4.31	4.52	4.87	20.0	82.3
				加标样品	21.1	21.5	20.9	23.4	20.1	20.9	21.3		
				实际样品	5.60	4.51	4.53	5.76	4.31	4.52	4.87	100	99.1
				加标样品	104	107	103	109	104	96.5	104		
	乙苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	90.8	
			加标样品	4.44	4.63	4.61	4.82	4.22	4.53	4.54			
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	106
				加标样品	21.6	21.2	20.5	22.8	20.6	20.6	21.2		
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	100
				加标样品	97.7	96.3	98.6	103	106	101	100		
	对-二甲 苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	91.6	
			加标样品	4.49	4.76	4.66	4.25	4.88	4.45	4.58			
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	106
				加标样品	21.4	21.3	20.5	22.9	20.5	20.6	21.2		
				实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104
				加标样品	98.6	103	105	103	106	108	104		
间-二甲 苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	88.1		
		加标样品	4.51	4.17	4.72	4.22	4.36	4.45	4.41				
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	105	
			加标样品	21.3	21.1	20.6	22.6	20.3	20.3	21.0			
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	106	
			加标样品	102	108	104	110	116	97.5	106			
异丙苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	89.8		
		加标样品	4.35	4.62	4.17	4.35	4.73	4.73	4.49				
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	99.2	
			加标样品	19.5	20.0	19.6	22.0	18.7	19.4	19.8			
			实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	106	
			加标样品	104	110	102	102	108	110	106			
邻-二甲 苯		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	90.2		
		加标样品	4.92	4.19	4.88	4.29	4.33	4.46	4.51				
			实际样品	0	0	0	0	0	0	20.0	104		

大连市环境监测中心		加标样品	20.8	20.2	20.9	22.5	20.1	20.1	20.8	100	104
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
		加标样品	103	109	102	110	105	96.2	104		
	正丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	87.6
		加标样品	4.44	4.56	4.89	3.75	4.26	4.37	4.38		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	98.9
		加标样品	20.0	20.1	19.6	21.7	18.4	18.9	19.8		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104
		加标样品	102	109	102	110	105	95.1	104		
	苯乙烯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	85.4
		加标样品	4.59	4.46	4.28	4.31	3.86	4.12	4.27		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	100
		加标样品	20.2	20.4	19.8	21.9	18.7	19.3	20.1		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	103
		加标样品	101	103	102	101	105	107	103		
	4-溴氟苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	97.7
		加标样品	4.91	5.04	5.12	4.73	4.66	4.84	4.88		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	105
		加标样品	21.1	21.1	20.4	22.9	20.4	20.5	21.1		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	103
		加标样品	102	106	104	104	99.3	101	103		
	苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	95.3
		加标样品	4.86	4.31	4.87	4.71	5.10	4.76	4.77		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	105
加标样品		21.2	21.1	20.5	22.8	20.5	20.5	21.1			
实际样品		0	0	0	0	0	0	0	100	106	
加标样品		97.0	102	107	108	109	112	106			
甲苯-D <sub>8</sub>	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	91.8	
	加标样品	4.42	4.44	4.45	5.22	4.61	4.41	4.59			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	104	
	加标样品	20.8	20.8	20.4	22.6	20.2	20.1	20.8			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	103	
	加标样品	98.6	102	108	111	104	95.1	103			
甲苯	实际样品	4.22	4.30	4.01	4.87	3.65	4.14	4.20	5.00	83.3	
	加标样品	8.48	8.51	7.55	8.43	8.68	8.56	8.37			
	实际样品	4.22	4.30	4.01	4.87	3.65	4.14	4.20	20.0	93.1	
	加标样品	22.8	22.8	22.5	24.4	22.2	22.2	22.8			
	实际样品	4.22	4.30	4.01	4.87	3.65	4.14	4.20	100	101	
	加标样品	98.2	102	105	106	110	111	105			
乙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	89.9	
	加标样品	4.48	4.47	4.71	4.14	4.68	4.49	4.49			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	103	
	加标样品	20.6	20.6	20.4	22.5	19.9	19.8	20.6			

	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	105
	加标样品	103	110	105	102	105	105	105		
对-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	90.4
	加标样品	4.49	4.27	4.54	4.42	4.87	4.54	4.52		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	98.3
	加标样品	19.3	19.8	19.4	21.8	18.5	19.2	19.7		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102
	加标样品	99.2	96.4	100	106	107	106	102		
间-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	90.8
	加标样品	4.52	4.53	4.57	4.26	4.83	4.53	4.54		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	101
	加标样品	19.5	20.3	19.9	22.6	19.1	19.9	20.2		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104
	加标样品	101	108	106	100	104	105	104		
异丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	92.2
	加标样品	4.60	4.60	4.64	4.46	4.81	4.58	4.61		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	97.1
	加标样品	19.3	19.6	19.3	21.4	18.1	18.8	19.4		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	105
	加标样品	102	108	108	101	104	106	105		
邻-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	90.8
	加标样品	4.42	4.29	4.61	4.58	4.74	4.58	4.54		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	97.8
	加标样品	20.8	21.4	18.1	18.0	18.0	21.2	19.6		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	105
	加标样品	97.7	102	108	107	108	109	105		
正丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	89.9
	加标样品	4.48	4.33	4.60	4.45	4.68	4.43	4.50		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	99.1
	加标样品	23.5	18.4	18.9	18.5	19.1	20.5	19.8		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104
	加标样品	97.9	101	106	105	106	108	104		
苯乙烯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	90.6
	加标样品	4.55	4.73	4.58	4.53	4.03	4.76	4.53		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	96.2
	加标样品	22.6	18.2	18.0	18.2	18.5	20.0	19.2		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104
	加标样品	101	103	102	103	106	109	104		
4-溴氟苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	94.5
	加标样品	4.55	4.66	4.64	5.14	4.67	4.69	4.72		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	96.8
	加标样品	22.9	18.1	18.4	18.1	18.6	19.9	19.4		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102



		加标样品	100	103	100	100	103	105	102		
抚顺市 环境 监测 中心 站	苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	90.2
		加标样品	4.60	4.49	4.92	3.46	5.00	4.59	4.51		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	97.3
		加标样品	22.9	18.2	18.6	18.3	18.7	20.1	19.5		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	99.8
		加标样品	106	98.3	94.1	93.3	100	107	99.8		
	甲苯-D <sub>8</sub>	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	99.9
		加标样品	4.72	4.94	5.33	4.97	5.16	4.84	4.99		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	97.3
		加标样品	23.1	18.2	18.5	18.3	18.7	20.1	19.5		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	105
		加标样品	112	100	98.6	107	108	104	105		
	甲苯	实际样品	4.81	4.34	4.68	5.12	3.98	4.74	4.61	5.00	68.8
		加标样品	8.35	7.57	8.27	7.97	8.18	7.97	8.05		
		实际样品	4.81	4.34	4.68	5.12	3.98	4.74	4.61	20.0	89.4
		加标样品	22.2	23.6	21.8	22.7	23.1	21.6	22.5		
		实际样品	4.81	4.34	4.68	5.12	3.98	4.74	4.61	100	97.6
		加标样品	109	97.5	97.2	101	104	105	102		
	乙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	88.3
		加标样品	4.67	4.90	4.24	3.51	4.39	4.79	4.42		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	100
		加标样品	23.5	18.5	19.1	18.8	19.3	20.9	20.0		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	100
		加标样品	111	98.1	107	93.9	96.7	95.1	100		
	对-二甲 苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	85.9
		加标样品	4.68	4.77	4.16	3.90	4.01	4.25	4.29		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	92.9
		加标样品	20.3	17.5	18.8	17.7	18.0	19.4	18.6		
实际样品		0	0	0	0	0	0	0	100	104	
加标样品		110	97.1	98.7	105	107	104	104			
间-二甲 苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	83.6	
	加标样品	4.74	4.28	4.26	3.59	4.08	4.14	4.18			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	101	
	加标样品	23.0	19.1	19.1	19.1	19.4	21.2	20.2			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	101	
	加标样品	110	98.0	94.4	100	102	101	101			
异丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	87.0	
	加标样品	4.65	4.94	4.17	3.54	4.01	4.80	4.35			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	100	
	加标样品	22.8	19.0	19.5	18.9	19.4	20.4	20.0			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102	
	加标样品	108	96.2	98.2	103	104	103	102			

辽阳市 环境 监测 站	邻-二甲 苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	83.4
		加标样品	4.22	4.34	4.32	3.31	4.15	4.69	4.17		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	97.9
		加标样品	22.2	18.6	19.2	18.6	18.9	20.0	19.6		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	107
		加标样品	111	99.0	104	110	110	106	107		
	正丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	80.7
		加标样品	4.11	3.97	4.36	3.61	4.22	3.93	4.03		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	97.2
		加标样品	22.2	18.5	18.9	18.4	18.8	19.9	19.4		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	96.6
		加标样品	97.7	107	90.1	94.4	96.7	93.9	96.6		
	苯乙烯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	83.2
		加标样品	3.65	4.00	4.16	3.98	4.68	4.48	4.16		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	101
		加标样品	22.7	19.8	18.8	19.3	19.6	20.6	20.1		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104
		加标样品	109	98.1	97.4	104	108	107	104		
	4-溴氟 苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	99.0
		加标样品	4.63	5.11	5.21	4.98	4.94	4.84	4.95		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	103
		加标样品	22.8	19.9	19.8	19.8	19.9	21.5	20.6		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102
		加标样品	112	98.0	97.8	98.8	100	107	102		
苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	99.1	
	加标样品	4.78	4.80	5.20	4.95	5.21	4.79	4.95			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	96.1	
	加标样品	22.0	18.3	18.6	18.4	18.5	19.6	19.2			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102	
	加标样品	110	98.9	95.3	100	104	102	102			
	甲苯-D <sub>8</sub>	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	98.2
		加标样品	4.75	4.79	5.08	4.93	5.14	4.77	4.91		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	101
		加标样品	23.1	19.2	19.7	19.2	19.6	20.7	20.2		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104
		加标样品	107	98.0	98.4	104	109	106	104		
甲苯	实际样品	4.31	4.75	4.56	5.03	4.41	4.19	4.54	5.00	71.4	
	加标样品	8.74	7.83	8.14	7.95	8.18	7.82	8.11			
	实际样品	4.31	4.75	4.56	5.03	4.41	4.19	4.54	20.0	89.7	
	加标样品	22.0	23.3	22.6	22.5	21.7	22.8	22.5			
	实际样品	4.31	4.75	4.56	5.03	4.41	4.19	4.54	100	100	
	加标样品	108	97.9	101	106	109	108	105			
乙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	89.5	

	加标样品	4.53	4.43	4.82	4.21	4.49	4.38	4.48		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	95.6
	加标样品	21.9	18.1	18.4	18.4	18.5	19.5	19.1		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	98.3
	加标样品	107	98.4	92.0	92.5	97.5	102	98.3		
对-二甲 苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	86.1
	加标样品	4.23	4.49	4.22	4.45	4.16	4.27	4.30		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	102
	加标样品	22.4	19.8	19.6	19.7	19.6	21.1	20.4		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	99.9
	加标样品	111	99.3	95.4	92.4	97.1	104	99.9		
间-二甲 苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	84.6
	加标样品	4.35	4.38	4.64	3.98	4.19	3.84	4.23		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	99.3
	加标样品	22.2	18.9	19.4	19.1	19.3	20.3	19.9		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	106
	加标样品	108	98.9	102	107	111	109	106		
异丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	83.4
	加标样品	4.24	4.59	4.29	3.99	4.31	3.59	4.17		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	104
	加标样品	22.5	20.3	20.3	20.4	20.3	21.5	20.9		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	103
	加标样品	112	100	97.2	101	104	102	103		
邻-二甲 苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	89.5
	加标样品	4.69	4.71	4.22	4.06	4.29	4.90	4.48		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	104
	加标样品	22.5	20.2	20.2	20.2	20.1	21.4	20.8		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	106
	加标样品	109	99.2	102	106	109	108	106		
正丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	85.1
	加标样品	4.18	4.69	4.19	4.04	4.30	4.14	4.26		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	102
	加标样品	22.2	19.9	19.9	19.8	19.6	21.1	20.4		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	105
	加标样品	109	100	99.2	106	109	108	105		
苯乙烯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	89.5
	加标样品	4.69	4.44	4.16	4.71	4.12	4.72	4.47		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	96.1
	加标样品	21.5	18.3	18.7	18.6	18.7	19.6	19.2		
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	98.2
	加标样品	109	98.1	91.8	90.8	96.3	102	98.2		
4-溴氟 苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	103
	加标样品	4.97	5.04	5.38	5.26	5.33	4.99	5.16		

		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	99.1
		加标样品	21.9	19.6	18.8	19.1	19.4	20.2	19.8		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	105
		加标样品	107	97.4	106	111	95.9	113	105		
锦州市环境监测中心站	苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	99.1
		加标样品	4.72	4.77	5.04	5.17	5.11	4.91	4.95		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	95.6
		加标样品	21.5	18.3	18.7	18.4	18.5	19.4	19.1		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102
		加标样品	109	98.6	97.9	97.2	102	108	102		
	甲苯-D <sub>8</sub>	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	93.4
		加标样品	4.78	4.81	4.90	4.32	4.79	4.41	4.67		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	95.1
		加标样品	21.2	18.1	18.5	18.5	18.5	19.3	19.0		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	104
		加标样品	110	97.8	102	100	105	111	104		
	甲苯	实际样品	3.90	4.05	4.11	3.77	4.78	3.49	4.02	5.00	87.6
		加标样品	7.69	8.73	7.92	8.82	8.73	8.51	8.40		
		实际样品	3.90	4.05	4.11	3.77	4.78	3.49	4.02	20.0	91.1
		加标样品	22.7	23.3	20.3	22.3	23.2	21.6	22.2		
		实际样品	3.90	4.05	4.11	3.77	4.78	3.49	4.02	100	97.3
		加标样品	109	98.3	96.5	95.4	101	108	101		
	乙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	91.8
		加标样品	4.91	4.52	4.49	4.82	4.41	4.38	4.59		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	103
		加标样品	22.5	20.2	20.0	20.1	20.0	21.4	20.7		
		实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	106
		加标样品	109	99.4	109	97.1	100	119	106		
对-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	94.6	
	加标样品	4.59	4.73	4.36	5.22	5.04	4.43	4.73			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	102	
	加标样品	22.2	19.9	19.7	19.7	19.5	20.9	20.3			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	99.8	
	加标样品	105	97.3	92.3	95.1	103	106	99.8			
间-二甲苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	91.9	
	加标样品	3.99	5.02	5.11	4.90	4.44	4.12	4.60			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	101	
	加标样品	22.1	19.8	19.7	19.6	19.5	20.9	20.3			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	100	102	
	加标样品	107	97.8	106	95.6	101	106	102			
异丙苯	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	5.00	93.3	
	加标样品	4.34	4.85	5.06	5.00	4.37	4.38	4.67			
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0	20.0	100	

	加标样品	22.0	19.5	19.5	19.4	19.2	20.7	20.1	100	103
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
邻-二甲苯	加标样品	108	98.8	107	97.2	103	107	103	5.00	90.6
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	4.23	4.82	4.86	5.00	4.31	3.96	4.53	20.0	94.4
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	21.3	18.1	18.4	18.1	18.2	19.2	18.9	100	101
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
加标样品	109	97.8	98.3	96.6	100	106	101	5.00	88.0	
实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
正丙苯	加标样品	4.17	4.92	4.10	4.95	4.46	3.80	4.40	20.0	99.6
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	22.3	18.8	19.5	19.1	19.3	20.5	19.9	100	99.8
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	108	97.2	96.4	94.0	98.6	104	99.8	5.00	91.1
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
加标样品	4.30	4.87	4.78	4.56	4.44	4.39	4.55	20.0	94.0	
实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
苯乙烯	加标样品	21.1	17.8	18.3	18.1	18.2	19.2	18.8	100	99.4
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	108	96.8	93.9	93.2	99.2	105	99.4	5.00	98.7
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
	加标样品	4.71	4.88	5.11	4.98	5.11	4.83	4.94	20.0	94.7
	实际样品	0	0	0	0	0	0	0		
加标样品	18.9	19.4	19.0	18.8	18.7	18.9	18.9	100	96.8	
实际样品	0	0	0	0	0	0	0			
加标样品	107	97.4	89.5	88.4	96.6	101	96.8			

## 2 方法验证数据汇总

### 2.1 方法检出限、测定下限汇总

6家实验室对《固体废物 苯系物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》中目标化合物检出限数据进行汇总，其结果见表 2-1 至表 2-3。

表 2-1 固体废物方法检出限、测定下限数据汇总表

实验室号	苯			甲苯-D <sub>8</sub>			甲苯		
	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)	A	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)	A	检出限 (μg/kg)	测定下限 (μg/kg)	A
1	2.5	10.0	3.6	2.6	10.4	3.6	2.5	10.0	3.6
2	2.4	9.6	3.1	2.0	8.0	4.8	2.0	8.0	4.6
3	2.9	11.6	3.5	2.1	8.4	4.0	2.2	8.8	4.0
4	2.3	9.2	4.0	1.9	7.6	4.6	2.5	10.0	3.6

5	2.1	8.4	3.6	2.7	10.8	3.1	2.3	9.2	3.8
6	2.9	11.6	3.3	2.1	8.4	4.5	2.8	11.2	3.6
结论	2.9	11.6	—	2.7	10.8	—	2.8	11.2	—
实验 室号	乙苯			对二甲苯			间二甲苯		
	检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	A	检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	A	检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	A
1	2.5	10.0	3.6	1.9	7.6	4.6	1.9	7.6	4.5
2	1.9	7.6	4.6	2.1	8.4	4.0	2.4	9.6	3.5
3	2.3	9.2	3.5	2.4	9.6	3.2	3.0	12.0	2.5
4	1.7	6.8	5.1	1.8	7.2	4.1	1.9	7.6	4.3
5	1.9	7.6	3.9	2.0	8.0	3.9	2.7	10.8	3.0
6	1.9	7.6	4.7	2.8	11.2	3.4	2.7	10.8	3.5
结论	2.5	10.0	—	2.8	11.2	—	3.0	12.0	—
实验 室号	异丙苯			邻二甲苯			正丙苯		
	检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	A	检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	A	检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	A
1	2.5	10.0	3.6	2.1	8.4	4.0	2.5	10.0	3.5
2	1.9	7.6	4.5	3.5	14.0	2.3	2.1	8.4	4.0
3	2.0	8.0	4.1	2.4	9.6	3.4	2.7	10.8	3.1
4	2.1	8.4	4.2	1.9	7.6	3.8	2.1	8.4	4.1
5	2.1	8.4	3.7	2.2	8.8	3.6	2.4	9.6	2.9
6	2.8	11.2	3.6	1.9	7.6	5.0	2.5	10.0	4.3
结论	2.8	11.2	—	3.5	14.0	—	2.7	10.8	—
实验 室号	苯乙烯			4-溴氟苯			—		
	检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	A	检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	A	—	—	—
1	2.1	8.4	4.1	2.7	10.8	3.4	—	—	—
2	2.5	10.0	3.3	2.0	8.0	4.4	—	—	—
3	3.6	14.4	2.9	2.0	8.0	4.1	—	—	—
4	2.5	10.0	2.9	2.1	8.4	4.2	—	—	—
5	2.4	9.6	3.1	2.2	8.8	3.8	—	—	—
6	2.2	8.8	4.7	2.2	8.8	4.3	—	—	—
结论	3.6	14.4	—	2.7	10.8	—	—	—	—
注：A 为测定平均值与计算的检出限比值									

可见，当固体废物样品量为 2 g 时，6 家实验室测定 9 种目标物的方法检出限在 2.5~3.6  $\mu\text{g}/\text{kg}$  之间，测定下限在 10.0~14.4  $\mu\text{g}/\text{kg}$  之间。

表 2-2 固体废物水浸出液方法检出限、测定下限数据汇总表

实验 室号	苯			甲苯-D <sub>8</sub>			甲苯		
	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)	A	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)	A	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)	A
1	0.4	1.6	5.6	0.7	2.8	2.9	0.5	2.0	4.6
2	0.5	2.0	4.4	0.4	1.6	3.9	0.7	2.8	2.6
3	0.4	1.6	5.6	0.6	2.4	3.6	0.5	2.0	4.0
4	0.7	2.8	2.7	0.4	1.6	4.6	0.4	1.6	5.1
5	0.5	2.0	4.5	0.4	1.6	4.2	0.6	2.4	3.5
6	0.7	2.8	3.0	0.4	1.6	4.4	0.7	2.8	2.7
结论	0.7	2.8	—	0.7	2.8	—	0.7	2.8	—
实验 室号	乙苯			对二甲苯			间二甲苯		
	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)	A	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)	A	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)	A
1	0.4	1.6	4.7	0.7	2.8	2.6	0.8	3.2	2.5
2	0.4	1.6	4.2	0.7	2.8	2.9	0.4	1.6	5.3
3	0.6	2.4	3.3	0.7	2.8	2.7	0.5	2.0	4.2
4	0.4	1.6	4.0	0.6	2.4	2.9	0.6	2.4	2.9
5	0.4	1.6	4.2	0.7	2.8	3.3	0.5	2.0	4.4
6	0.5	2.0	3.7	0.4	1.6	5.3	0.8	3.2	2.6
结论	0.6	2.4	—	0.7	2.8	—	0.8	3.2	—
实验 室号	异丙苯			邻二甲苯			正丙苯		
	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)	A	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)	A	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)	A
1	0.5	2.0	3.4	0.5	2.0	3.5	0.5	2.0	4.5
2	0.4	1.6	4.8	0.5	2.0	4.3	0.7	2.8	2.6
3	0.4	1.6	5.8	0.8	3.2	2.9	0.8	3.2	2.5
4	0.7	2.8	2.2	0.4	1.6	3.9	0.4	1.6	4.3
5	0.5	2.0	3.5	0.4	1.6	4.7	0.4	1.6	4.6
6	0.7	2.8	2.8	0.7	2.8	3.0	0.5	2.0	3.6
结论	0.7	2.8	—	0.8	3.2	—	0.8	3.2	—
实验 室号	苯乙烯			4-溴氟苯			—		
	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)	A	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)	A	—	—	—
1	0.6	2.4	3.4	0.5	2.0	4.3	—	—	—
2	0.5	2.0	3.6	0.4	1.6	4.6	—	—	—
3	0.7	2.8	2.5	0.4	1.6	3.8	—	—	—
4	0.6	2.4	3.4	0.5	2.0	3.7	—	—	—
5	0.4	1.6	4.9	0.5	2.0	4.1	—	—	—
6	0.7	2.8	2.8	0.7	2.8	2.4	—	—	—

结论	0.7	2.8	—	0.7	2.8	—	—	—	—
注：A 为测定平均值与计算的检出限比值									

可见，当固体废物水浸出液为 10.0 ml 时，6 家实验室测定 9 种目标物的方法检出限在 0.6~0.8  $\mu\text{g/L}$  之间，测定下限在 2.4~3.2  $\mu\text{g/L}$  之间。

表 2-3 固体废物醋酸浸出液方法检出限、测定下限数据汇总表

实验室号	苯			甲苯-D <sub>8</sub>			甲苯		
	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )	A	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )	A	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )	A
1	0.5	2.0	4.2	0.4	1.6	4.3	0.5	2.0	4.9
2	0.6	2.4	4.4	0.5	2.0	3.2	0.7	2.8	2.2
3	0.5	2.0	3.6	0.7	2.8	2.7	0.7	2.8	3.0
4	0.5	2.0	4.2	0.4	1.6	4.4	0.5	2.0	4.5
5	0.6	2.4	3.9	0.4	1.6	4.1	0.5	2.0	3.6
6	0.7	2.8	3.6	0.6	2.4	3.2	0.8	3.2	3.0
结论	0.7	2.8	—	0.7	2.8	—	0.8	3.2	—
实验室号	乙苯			对二甲苯			间二甲苯		
	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )	A	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )	A	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )	A
1	0.4	1.6	4.8	0.7	2.8	2.6	0.8	3.2	2.4
2	0.4	1.6	4.3	0.8	3.2	2.8	0.4	1.6	5.5
3	0.6	2.4	3.1	0.7	2.8	3.3	0.4	1.6	4.7
4	0.4	1.6	4.3	0.7	2.8	2.7	0.8	3.2	3.2
5	0.6	2.4	3.2	0.7	2.8	2.7	0.5	2.0	4.7
6	0.5	2.0	3.6	0.6	2.4	3.9	0.8	3.2	2.9
结论	0.6	2.4	—	0.8	3.2	—	0.8	3.2	—
实验室号	异丙苯			邻二甲苯			正丙苯		
	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )	A	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )	A	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )	A
1	0.5	2.0	4.1	0.4	1.6	5.0	0.5	2.0	5.5
2	0.6	2.4	3.1	0.4	1.6	5.6	0.6	2.4	3.2
3	0.5	2.0	4.1	0.4	1.6	5.1	0.4	1.6	4.7
4	0.7	2.8	2.4	0.5	2.0	3.7	0.8	3.2	2.4
5	0.4	1.6	4.9	0.4	1.6	4.7	0.6	2.4	3.7
6	0.7	2.8	2.9	0.6	2.4	3.2	0.5	2.0	3.2
结论	0.7	2.8	—	0.6	2.4	—	0.8	3.2	—
实验室号	苯乙烯			4-溴氟苯			—		
	检出限	测定下限	A	检出限	测定下限	A	—	—	—



	( $\mu\text{g/L}$ )	( $\mu\text{g/L}$ )		( $\mu\text{g/L}$ )	( $\mu\text{g/L}$ )				
1	0.5	2.0	5.4	0.4	1.6	4.9	—	—	—
2	0.5	2.0	3.3	0.4	1.6	5.6	—	—	—
3	0.8	3.2	2.5	0.4	1.6	5.1	—	—	—
4	0.8	3.2	2.5	0.5	2.0	4.0	—	—	—
5	0.5	2.0	3.3	0.5	2.0	4.0	—	—	—
6	0.4	1.6	4.1	0.4	1.6	4.4	—	—	—
结论	0.8	3.2	—	0.5	2.0	—	—	—	—

注：A 为测定平均值与计算的检出限比值

可见，当固体废物醋酸浸出液为 10.0 ml 时，6 家实验室测定 9 种目标物的方法检出限在 0.5~0.8  $\mu\text{g/L}$  之间，测定下限在 2.0~3.2  $\mu\text{g/L}$  之间。

## 2.2 方法精密度数据汇总

6 家实验室对《固体废物 苯系物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》标准中 3 种浓度的固体废物样品、固体废物水浸出液和醋酸浸出液进行精密度测定，其汇总结果见表 2-4、表 2-5 和表 2-6。

表 2-4 固体废物样品精密度测试数据汇总表

实验室号	苯								
	浓度 (25.0 $\mu\text{g/kg}$ )1			浓度 (100 $\mu\text{g/kg}$ )2			浓度 (500 $\mu\text{g/kg}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	19.0	2.43	13	107	9.51	8.9	509	32.1	6.3
2	18.6	1.95	11	98.4	2.63	2.7	513	19.9	3.9
3	17.2	1.63	9.5	95.5	8.84	9.3	524	26.0	5.0
4	18.0	1.13	6.3	91.3	8.63	9.5	488	17.7	3.6
5	17.6	1.77	10	94.4	8.87	9.4	494	18.9	3.8
6	17.5	1.16	6.6	96.3	2.28	2.4	519	29.5	5.7
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/kg}$ )	18.0			97.1			508		
$S'$ ( $\mu\text{g/kg}$ )	0.700			5.25			14.0		
$RSD'$ (%)	3.9			5.4			2.8		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/kg}$ )	4.87			20.9			68.9		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/kg}$ )	4.88			24.1			74.2		
实验室号	甲苯- $D_8$								
	浓度 (25.0 $\mu\text{g/kg}$ )1			浓度 (100 $\mu\text{g/kg}$ )2			浓度 (500 $\mu\text{g/kg}$ )3		

	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
1	19.4	1.14	5.9	99.3	2.02	2.0	511	21.9	4.3
2	21.2	1.04	4.9	97.5	1.97	2.0	533	6.57	1.2
3	18.6	0.869	4.7	102	2.13	2.1	513	28.1	5.5
4	18.3	0.865	4.7	102	2.13	2.1	494	20.6	4.2
5	18.7	0.947	5.1	92.6	4.68	5.1	499	27.2	5.5
6	18.5	0.743	4.0	94.9	2.57	2.7	505	26.1	5.2
$\bar{x}$ (μg/kg)	19.1			98.0			509		
$S'$ (μg/kg)	1.07			3.70			13.8		
RSD'(%)	5.6			3.8			2.7		
重复性限 $r$ (μg/kg)	2.64			7.71			64.2		
再现性限 $R$ (μg/kg)	3.84			12.5			70.3		
实验室号	甲苯								
	浓度 (25.0μg/kg)1			浓度 (100μg/kg)2			浓度 (500μg/kg)3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
1	60.7	4.43	7.3	124	4.46	3.6	522	10.8	2.1
2	65.9	4.94	7.5	137	5.80	4.2	527	16.2	3.1
3	59.1	4.33	7.3	118	4.31	3.6	570	28.9	5.1
4	55.2	4.17	7.6	122	5.05	4.1	497	26.8	5.4
5	61.9	6.29	10	113	4.88	4.3	509	31.9	6.3
6	57.1	3.90	6.8	117	6.58	5.6	555	35.0	6.3
$\bar{x}$ (μg/kg)	60.0			122			530		
$S'$ (μg/kg)	3.77			8.38			27.5		
RSD'(%)	6.3			6.9			5.2		
重复性限 $r$ (μg/kg)	13.3			14.7			73.9		
再现性限 $R$ (μg/kg)	16.1			27.0			102		
实验室号	乙苯								
	浓度 (25.0μg/kg)1			浓度 (100μg/kg)2			浓度 (500μg/kg)3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
1	15.3	2.45	16	95.2	3.30	3.5	498	29.9	6.0
2	19.4	2.76	14	99.8	3.92	3.9	504	19.6	3.9
3	15.1	2.79	18	88.5	7.81	8.8	523	30.1	5.7
4	17.3	2.75	16	82.7	8.61	10	465	13.0	2.8

5	17.2	2.10	12	82.8	9.78	12	524	19.2	3.7
6	17.6	1.37	7.8	86.7	3.39	3.9	513	8.20	1.6
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	17.0			89.3			504		
$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1.59			6.90			22.0		
$RSD'$ (%)	9.4			7.7			4.4		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	6.78			18.7			60.4		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	7.63			25.8			82.7		
实验室号	对-二甲苯								
	浓度 (25.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )1			浓度 (100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )2			浓度 (500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	16.4	2.73	17	95.7	3.02	3.2	529	16.6	3.1
2	17.3	2.86	17	92.8	5.00	5.4	512	36.8	7.2
3	15.0	2.75	18	86.3	8.49	10	500	19.4	3.9
4	16.6	2.44	15	79.7	8.81	11	488	27.7	5.7
5	16.5	1.30	7.9	78.6	10.2	13	506	13.8	2.7
6	17.0	2.32	14	93.7	2.19	2.3	499	27.1	5.4
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	16.4			87.8			506		
$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.797			7.40			14.0		
$RSD'$ (%)	4.8			8.4			2.8		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	6.88			19.6			69.5		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	7.08			27.4			74.6		
实验室号	间-二甲苯								
	浓度 (25.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )1			浓度 (100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )2			浓度 (500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	15.2	1.98	13	95.5	3.06	3.2	518	23.5	4.5
2	17.2	2.31	13	97.3	5.55	5.7	534	19.1	3.6
3	15.8	2.38	15	82.3	9.74	12	517	45.8	8.9
4	15.8	1.66	10	78.4	4.83	6.2	489	20.8	4.3
5	17.1	1.31	7.6	76.9	11.1	14	507	29.7	5.9
6	16.3	2.80	17	84.4	2.62	3.1	496	26.9	5.4
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	16.2			85.8			510		
$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.792			8.65			16.4		
$RSD'$ (%)	4.9			10			3.2		

重复性限 $r(\mu\text{g}/\text{kg})$	5.96			19.4			81.3		
再现性限 $R(\mu\text{g}/\text{kg})$	6.05			30.0			87.3		
实验室号	异丙苯								
	浓度 (25.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )1			浓度 (100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )2			浓度 (500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	15.3	2.20	14	92.2	3.48	3.8	519	24.7	4.8
2	16.7	2.66	16	93.2	5.35	5.7	495	17.8	3.6
3	15.3	2.90	19	81.8	5.84	7.1	496	21.5	4.3
4	16.3	2.28	14	80.0	5.69	7.1	489	27.9	5.7
5	16.9	1.02	6.0	73.4	10.9	15	499	18.5	3.7
6	16.7	2.37	14	79.0	2.62	3.3	513	18.4	3.6
$\bar{x}(\mu\text{g}/\text{kg})$	16.2			83.3			502		
$S'(\mu\text{g}/\text{kg})$	0.738			7.84			11.7		
$RSD'(\%)$	4.6			9.4			2.3		
重复性限 $r(\mu\text{g}/\text{kg})$	6.48			17.5			61.0		
再现性限 $R(\mu\text{g}/\text{kg})$	6.69			27.1			64.6		
实验室号	邻-二甲苯								
	浓度 (25.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )1			浓度 (100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )2			浓度 (500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	16.2	2.01	12	97.2	3.97	4.1	513	27.1	5.3
2	17.8	2.17	12	92.4	5.12	5.5	528	21.5	4.1
3	16.9	3.05	18	83.3	8.61	10	507	22.9	4.5
4	17.2	2.21	13	74.2	7.22	9.7	512	34.0	6.6
5	16.5	1.55	9.4	72.2	9.69	13	511	28.3	5.5
6	16.0	2.00	13	90.8	7.15	7.9	505	16.0	3.2
$\bar{x}(\mu\text{g}/\text{kg})$	16.8			85.0			513		
$S'(\mu\text{g}/\text{kg})$	0.669			10.2			8.11		
$RSD'(\%)$	4.0			12			1.6		
重复性限 $r(\mu\text{g}/\text{kg})$	6.19			20.2			71.7		
再现性限 $R(\mu\text{g}/\text{kg})$	6.42			34.0			74.1		
实验室号	正丙苯								
	浓度 (25.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )1			浓度 (100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )2			浓度 (500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)

1	15.1	1.18	7.8	93.6	3.99	4.3	480	31.1	6.5
2	18.5	2.18	12	97.9	5.16	5.3	528	20.3	3.8
3	16.7	2.37	14	79.8	7.59	10	522	29.4	5.6
4	17.6	2.13	12	75.8	10.4	14	463	25.0	5.4
5	16.8	1.49	8.9	68.0	5.62	8.3	507	26.2	5.2
6	15.2	2.32	15	91.0	3.02	3.3	507	15.5	3.1
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	16.6			84.3			501		
$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1.35			11.6			25.1		
$RSD'$ (%)	8.1			14			5.0		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	5.59			18.1			70.4		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	6.35			36.5			95.2		
实验室号	苯乙烯								
	浓度 (25.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )1			浓度 (100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )2			浓度 (500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	14.6	1.13	7.8	96.0	5.41	5.6	519	34.6	6.7
2	17.9	2.94	16	95.7	5.44	5.7	506	26.5	5.2
3	15.9	2.85	18	78.4	7.47	9.5	514	31.4	6.1
4	16.9	2.42	14	73.3	8.27	11	485	26.1	5.4
5	16.7	1.86	11	64.5	7.29	11	503	22.5	4.5
6	15.9	2.53	16	80.7	3.84	4.8	496	11.1	2.2
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	16.3			81.4			504		
$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	1.13			12.5			12.3		
$RSD'$ (%)	6.9			15			2.4		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	6.64			18.1			74.1		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	6.84			38.6			75.8		
实验室号	4-溴氟苯								
	浓度 (25.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )1			浓度 (100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )2			浓度 (500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	18.9	0.765	4.0	97.7	2.68	2.7	513	31.4	6.1
2	19.7	0.894	4.5	101	3.54	3.5	519	26.6	5.1
3	18.8	1.02	5.5	98.8	3.43	3.5	518	21.9	4.2
4	17.6	1.29	7.3	98.8	4.84	4.9	497	20.8	4.2
5	18.3	1.04	5.7	94.8	3.97	4.2	528	38.8	7.3
6	17.8	0.971	5.4	105	2.50	2.4	514	23.1	4.5

$\bar{x}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	18.5	99.3	515
$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0.749	3.27	10.2
$RSD'$ (%)	4.0	3.3	2.0
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	2.83	10.0	78.0
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	3.33	13.0	79.2

可见，六家实验室分别对固体废物的三种不同含量水平的统一样品进行了测定。测定结果：相对标准偏差范围分别为3.9~9.4%、3.3~15%和1.6~5.2%；重复性限范围分别为2.64~13.3  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、7.71~20.9  $\mu\text{g}/\text{kg}$  和60.4~81.3  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；再现性限范围分别为3.33~16.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、12.5~38.6  $\mu\text{g}/\text{kg}$  和64.6~102  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

表 2-5 固体废物水浸出液精密度测试数据汇总表

实验室号	苯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g}/\text{L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g}/\text{L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	4.66	0.411	8.8	20.1	0.721	3.6	99.4	3.13	3.1
2	4.15	0.285	6.9	20.0	0.447	2.2	99.4	3.99	4.0
3	4.28	0.341	8.0	20.2	0.647	3.2	102	1.86	1.8
4	4.22	0.268	6.3	19.6	0.527	2.7	105	5.60	5.3
5	4.18	0.439	11	20.9	0.501	2.4	102	4.18	4.1
6	4.58	0.175	3.8	20.2	0.580	2.9	102	5.43	5.3
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	4.34			20.2			102		
$S'$ ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	0.219			0.430			1.99		
$RSD'$ (%)	5.0			2.1			2.0		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	0.929			1.62			11.9		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	1.05			1.91			12.2		
实验室号	甲苯-D <sub>8</sub>								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g}/\text{L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g}/\text{L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	4.68	0.314	6.7	20.6	0.428	2.1	100	2.73	2.7
2	4.25	0.313	7.4	21.5	0.718	3.3	103	3.33	3.2
3	4.42	0.255	5.8	20.1	0.604	3.0	101	1.96	1.9
4	4.08	0.153	3.8	19.3	0.456	2.4	104	3.98	3.8
5	4.61	0.285	6.2	20.9	0.553	2.6	102	3.46	3.4

6	4.35	0.315	7.2	19.0	0.420	2.2	104	5.97	5.7
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.40			20.2			102		
$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.222			0.971			1.68		
$RSD'$ (%)	5.1			4.8			1.6		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.781			1.51			10.6		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.946			3.05			10.7		
实验室号	甲苯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	9.77	0.925	9.5	23.8	1.52	6.4	101	3.32	3.3
2	9.31	0.650	7.0	24.0	0.660	2.8	99.6	3.13	3.1
3	10.9	0.623	5.7	21.4	0.598	2.8	102	2.96	2.9
4	11.2	0.377	3.3	23.3	0.362	1.6	103	3.40	3.3
5	10.8	0.275	2.6	23.8	0.847	3.6	104	3.54	3.4
6	10.5	0.418	4.0	24.0	0.438	1.8	103	4.99	4.9
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	10.4			23.4			102		
$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.736			1.02			1.46		
$RSD'$ (%)	7.1			4.4			1.4		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.64			2.33			10.1		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	2.55			3.55			10.1		
实验室号	乙苯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	4.35	0.385	8.8	19.8	0.422	2.1	101	4.31	4.3
2	4.12	0.284	6.9	19.9	0.517	2.6	101	2.32	2.3
3	4.10	0.239	5.8	20.3	0.766	3.8	101	4.12	4.1
4	4.02	0.222	5.5	20.1	0.739	3.7	98.1	7.37	7.5
5	4.01	0.258	6.4	19.3	0.384	2.0	104	4.13	4.0
6	4.65	0.320	6.9	18.7	0.388	2.1	106	6.38	6.0
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.21			19.7			102		
$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.249			0.572			2.79		
$RSD'$ (%)	5.9			2.9			2.7		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.812			1.57			14.1		

再现性限 $R(\mu\text{g/L})$	1.02			2.15			15.1		
实验室号	对-二甲苯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	4.52	0.427	9.4	21.1	0.427	2.0	100	4.27	4.3
2	4.14	0.325	7.9	18.5	1.29	7.0	102	3.37	3.3
3	4.09	0.273	6.7	20.0	0.929	4.6	101	1.81	1.8
4	4.08	0.389	9.5	20.3	0.678	3.3	100	3.99	4.0
5	4.06	0.315	7.7	20.1	0.597	3.0	101	5.17	5.1
6	4.21	0.349	8.3	20.3	1.23	6.0	105	4.11	3.9
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.18			20.0			102		
$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.172			0.856			1.91		
$RSD'$ (%)	4.1			4.3			1.9		
重复性限 $r(\mu\text{g/L})$	0.980			2.56			11.0		
再现性限 $R(\mu\text{g/L})$	1.02			3.35			11.4		
实验室号	间-二甲苯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	4.59	0.419	9.1	20.9	0.718	3.4	102	4.44	4.3
2	4.41	0.309	7.0	18.9	0.415	2.2	101	4.05	4.0
3	4.14	0.217	5.2	18.0	0.545	3.0	102	3.49	3.4
4	4.26	0.347	8.2	18.7	0.437	2.3	101	4.94	4.9
5	3.98	0.294	7.4	19.0	0.351	1.9	104	3.29	3.2
6	4.15	0.333	8.0	19.4	1.67	8.6	104	4.71	4.5
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.25			19.1			103		
$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.215			0.970			1.41		
$RSD'$ (%)	5.1			5.1			1.4		
重复性限 $r(\mu\text{g/L})$	0.911			2.31			11.7		
再现性限 $R(\mu\text{g/L})$	1.03			3.44			12.1		
实验室号	异丙苯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	4.55	0.433	9.5	19.5	0.358	1.8	99.1	5.19	5.2
2	4.06	0.440	11	19.7	0.961	4.9	100	6.76	6.8



3	3.99	0.318	8.0	18.8	0.803	4.3	99.4	2.61	2.6
4	4.05	0.236	5.8	19.9	0.524	2.6	100	4.23	4.2
5	4.22	0.290	6.9	19.3	0.398	2.1	104	4.43	4.2
6	4.09	0.180	4.4	18.9	1.47	7.8	103	5.28	5.1
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.16			19.3			101		
$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.205			0.449			2.25		
$RSD'$ (%)	4.9			2.3			2.2		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.925			2.37			13.8		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.02			2.50			14.1		
实验室号	邻-二甲苯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	4.60	0.361	7.8	20.1	0.471	2.3	101	4.51	4.4
2	4.24	0.203	4.8	19.3	0.734	3.8	99.9	4.03	4.0
3	4.08	0.502	12	19.1	0.470	2.5	103	5.10	5.0
4	4.00	0.357	8.9	18.8	0.523	2.8	104	3.68	3.6
5	4.16	0.185	4.5	20.8	0.546	2.6	106	3.05	2.9
6	4.46	0.375	8.4	19.1	1.60	8.4	101	4.65	4.6
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.26			19.5			103		
$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.230			0.770			2.14		
$RSD'$ (%)	5.4			3.9			2.1		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.974			2.32			11.8		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.10			3.02			12.3		
实验室号	正丙苯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	4.46	0.416	9.3	19.1	0.405	2.1	97.0	4.65	4.8
2	4.05	0.395	9.8	19.8	0.429	2.2	102	4.46	4.4
3	4.28	0.213	5.0	19.2	0.585	3.0	101	3.78	3.7
4	4.22	0.355	8.4	18.7	0.425	2.3	93.0	3.23	3.5
5	4.34	0.388	8.9	20.7	0.582	2.8	105	2.50	2.4
6	4.08	0.476	12	19.0	1.56	8.2	100	4.44	4.4
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.24			19.4			99.8		

$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.156			0.746			4.25		
$RSD$ (%)	3.7			3.8			4.3		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.07			2.18			11.0		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.07			2.88			15.6		
实验室号	苯乙烯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	4.24	0.416	9.8	19.2	0.304	1.6	101	3.85	3.8
2	4.23	0.439	10	19.0	0.909	4.8	102	4.26	4.2
3	4.25	0.422	10	19.0	0.477	2.5	100	4.55	4.6
4	3.97	0.358	9.0	20.2	0.604	3.0	100	3.74	3.7
5	4.07	0.251	6.2	20.4	0.549	2.7	101	4.52	4.5
6	4.41	0.422	10	19.2	1.62	8.4	103	3.93	3.8
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.19			19.5			101		
$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.155			0.616			1.21		
$RSD$ (%)	3.7			3.2			1.2		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.09			2.41			11.6		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.10			2.79			12.1		
实验室号	4-溴氟苯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	4.33	0.428	9.9	20.3	0.668	3.3	99.4	3.78	3.8
2	4.23	0.433	10	20.4	0.512	2.5	102	3.44	3.4
3	4.37	0.255	5.8	19.5	0.317	1.6	101	4.57	4.5
4	4.37	0.173	4.0	19.8	0.434	2.2	100	4.95	4.9
5	4.22	0.352	8.3	20.4	0.538	2.6	105	3.24	3.1
6	4.66	0.330	7.1	18.3	1.50	8.2	102	3.70	3.6
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.37			19.8			102		
$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.161			0.806			1.78		
$RSD$ (%)	3.7			4.1			1.7		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.955			2.15			11.2		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.982			2.99			11.4		

可见，六家实验室分别对固体废物水浸出液的三种不同含量水平的统一样品进行了测

定。测定结果：相对标准偏差范围分别为 3.7~7.1%、2.1~5.1%和 1.2~4.3%；重复性限范围分别为 0.781~1.64  $\mu\text{g/L}$ 、1.51~2.56  $\mu\text{g/L}$  和 10.1~14.1  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限范围分别为 0.946~2.55  $\mu\text{g/L}$ 、1.91~3.55  $\mu\text{g/L}$  和 10.1~15.6  $\mu\text{g/L}$ 。

表 2-6 固体废物醋酸浸出液精密度测试数据汇总表

实验室号	苯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	4.28	0.232	5.4	19.3	1.65	8.6	97.8	6.99	7.1
2	4.65	0.402	8.7	19.4	1.30	6.7	106	3.28	3.1
3	4.77	0.261	5.5	21.1	0.892	4.2	106	5.42	5.1
4	4.51	0.553	12	19.5	1.82	9.4	100	5.84	5.9
5	4.95	0.203	4.1	19.2	1.45	7.5	102	5.20	5.1
6	4.95	0.184	3.7	19.1	1.22	6.4	102	5.33	5.2
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.68			19.6			102		
$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.264			0.738			3.20		
$RSD'$ (%)	5.6			3.8			3.1		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.932			3.98			15.3		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.13			4.18			16.6		
实验室号	甲苯-D <sub>8</sub>								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	4.88	0.345	7.1	17.8	1.75	9.8	104	4.98	4.8
2	5.10	0.425	8.3	20.6	0.985	4.8	103	4.21	4.1
3	4.59	0.316	6.9	20.8	0.923	4.4	103	5.87	5.7
4	4.99	0.221	4.4	19.5	1.89	9.7	105	5.15	4.9
5	4.91	0.166	3.4	20.2	1.48	7.3	104	4.64	4.5
6	4.67	0.240	5.1	19.0	1.15	6.0	104	5.33	5.1
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.86			19.7			104		
$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.193			1.15			0.722		
$RSD'$ (%)	4.0			5.8			0.7		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.835			3.95			14.2		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.934			4.84			15.2		
实验室号	甲苯								

	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	8.61	0.813	9.4	20.3	1.00	5.0	102	5.00	4.9
2	8.92	0.294	3.3	21.3	1.12	5.3	104	4.21	4.0
3	8.37	0.410	4.9	22.8	0.841	3.7	105	4.86	4.6
4	8.05	0.283	3.5	22.5	0.783	3.5	102	4.57	4.5
5	8.11	0.342	4.2	22.5	0.586	2.6	105	4.63	4.4
6	8.40	0.476	5.7	22.2	1.15	5.2	101	5.65	5.6
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	8.41			21.9			103		
$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.323			0.963			1.67		
$RSD'$ (%)	3.8			4.4			1.6		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.32			2.62			13.6		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	1.51			3.60			13.9		
实验室号	乙苯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	4.25	0.392	9.2	20.3	1.30	6.4	102	4.64	4.5
2	4.54	0.202	4.4	21.2	0.868	4.1	100	3.62	3.6
3	4.49	0.204	4.5	20.6	0.959	4.7	105	2.68	2.6
4	4.42	0.507	11	20.0	1.89	9.4	100	6.94	6.9
5	4.48	0.202	4.5	19.1	1.44	7.6	98.3	5.72	5.8
6	4.59	0.222	4.8	20.7	1.04	5.0	106	8.20	7.8
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.46			20.3			102		
$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.118			0.709			2.86		
$RSD'$ (%)	2.6			3.5			2.8		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.873			3.63			15.8		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.883			3.87			16.5		
实验室号	对-二甲苯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	4.19	0.166	4.0	20.1	1.24	6.2	104	4.60	4.4
2	4.58	0.229	5.0	21.2	0.914	4.3	104	3.25	3.1
3	4.52	0.199	4.4	19.7	1.11	5.7	102	4.50	4.4

4	4.29	0.357	8.3	18.6	1.08	5.8	104	4.79	4.6
5	4.30	0.134	3.1	20.4	1.16	5.7	100	6.68	6.7
6	4.73	0.341	7.2	20.3	1.08	5.3	100	5.73	5.7
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.44			20.0			102		
$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.206			0.868			1.94		
$RSD'$ (%)	4.6			4.3			1.9		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.706			3.08			14.1		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.866			3.72			14.2		
实验室号	间-二甲苯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	4.21	0.390	9.3	19.7	1.26	6.4	106	3.90	3.7
2	4.41	0.202	4.6	21.0	0.888	4.2	106	6.47	6.1
3	4.54	0.181	4.0	20.2	1.24	6.1	104	3.14	3.0
4	4.18	0.371	8.9	20.2	1.62	8.1	101	5.16	5.1
5	4.23	0.291	6.9	19.9	1.23	6.2	106	4.68	4.4
6	4.60	0.481	10	20.3	1.01	5.0	102	4.91	4.8
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.36			20.2			104		
$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.179			0.456			2.27		
$RSD'$ (%)	4.1			2.3			2.2		
重复性限 $r$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.943			3.45			13.5		
再现性限 $R$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.996			3.50			13.9		
实验室号	异丙苯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	$RSD_i$ (%)
1	4.35	0.384	8.8	20.7	1.16	5.6	104	5.85	5.6
2	4.49	0.234	5.2	19.8	1.12	5.7	106	3.76	3.6
3	4.61	0.114	2.5	19.4	1.11	5.7	105	3.02	2.9
4	4.35	0.537	12	20.0	1.47	7.4	102	4.38	4.3
5	4.17	0.342	8.2	20.9	0.933	4.5	103	5.03	4.9
6	4.67	0.339	7.3	20.1	1.11	5.5	103	4.59	4.4
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.44			20.2			104		
$S'$ ( $\mu\text{g/L}$ )	0.187			0.551			1.33		

<i>RSD'</i> (%)	4.2			2.7			1.3		
重复性限 <i>r</i> ( $\mu\text{g/L}$ )	0.980			3.25			12.7		
再现性限 <i>R</i> ( $\mu\text{g/L}$ )	1.04			3.35			13.2		
实验室号	邻-二甲苯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	<i>S<sub>i</sub></i>	<i>RSD<sub>i</sub></i> (%)	$\bar{x}_i$	<i>S<sub>i</sub></i>	<i>RSD<sub>i</sub></i> (%)	$\bar{x}_i$	<i>S<sub>i</sub></i>	<i>RSD<sub>i</sub></i> (%)
1	4.18	0.409	9.8	20.7	1.08	5.2	105	4.45	4.2
2	4.51	0.313	6.9	20.8	0.907	4.4	104	5.08	4.9
3	4.54	0.159	3.5	19.6	1.71	8.7	105	4.47	4.3
4	4.17	0.461	11	19.6	1.39	7.1	107	4.56	4.3
5	4.48	0.334	7.5	20.8	1.02	4.9	106	4.06	3.8
6	4.53	0.419	9.2	18.9	1.25	6.6	101	4.94	4.9
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.40			20.0			105		
<i>S'</i> ( $\mu\text{g/L}$ )	0.177			0.810			1.81		
<i>RSD'</i> (%)	4.0			4.0			1.7		
重复性限 <i>r</i> ( $\mu\text{g/L}$ )	1.02			3.51			12.9		
再现性限 <i>R</i> ( $\mu\text{g/L}$ )	1.05			3.93			13.0		
实验室号	正丙苯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		
	$\bar{x}_i$	<i>S<sub>i</sub></i>	<i>RSD<sub>i</sub></i> (%)	$\bar{x}_i$	<i>S<sub>i</sub></i>	<i>RSD<sub>i</sub></i> (%)	$\bar{x}_i$	<i>S<sub>i</sub></i>	<i>RSD<sub>i</sub></i> (%)
1	3.94	0.287	7.3	19.5	1.31	6.7	98.0	4.67	4.8
2	4.38	0.376	8.6	19.8	1.13	5.7	104	5.41	5.2
3	4.50	0.127	2.8	19.8	1.93	9.7	104	3.74	3.6
4	4.03	0.261	6.5	19.4	1.45	7.4	96.6	5.70	5.9
5	4.26	0.229	5.4	20.4	1.01	5.0	105	4.62	4.4
6	4.40	0.464	11	19.9	1.29	6.5	100	5.40	5.4
$\bar{x}$ ( $\mu\text{g/L}$ )	4.25			19.8			101		
<i>S'</i> ( $\mu\text{g/L}$ )	0.222			0.348			3.52		
<i>RSD'</i> (%)	5.2			1.8			3.5		
重复性限 <i>r</i> ( $\mu\text{g/L}$ )	0.868			3.88			13.9		
再现性限 <i>R</i> ( $\mu\text{g/L}$ )	1.01			4.07			16.1		
实验室号	苯乙烯								
	浓度 (5.00 $\mu\text{g/L}$ )1			浓度 (20.0 $\mu\text{g/L}$ )2			浓度 (100 $\mu\text{g/L}$ )3		

	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
1	4.04	0.326	8.1	20.4	1.37	6.7	104	3.76	3.6
2	4.27	0.257	6.0	20.1	1.09	5.4	103	2.39	2.3
3	4.53	0.263	5.8	19.2	1.80	9.3	104	3.02	2.9
4	4.16	0.372	8.9	20.1	1.39	6.9	104	5.06	4.9
5	4.47	0.279	6.2	19.2	1.20	6.3	98.2	6.97	7.1
6	4.55	0.226	5.0	18.8	1.21	6.5	99.4	6.09	6.1
$\bar{x}$ (μg/L)	4.34			19.6			102		
$S'$ (μg/L)	0.212			0.637			2.55		
RSD(%)	4.9			3.2			2.5		
重复性限 $r$ (μg/L)	0.816			3.81			13.5		
再现性限 $R$ (μg/L)	0.953			3.91			14.3		
实验室号	4-溴氟苯								
	浓度 (5.00μg/L)1			浓度 (20.0μg/L)2			浓度 (100μg/L)3		
	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
1	4.84	0.261	5.4	19.5	1.26	6.5	104	5.36	5.1
2	4.88	0.177	3.6	21.1	0.945	4.5	103	2.50	2.4
3	4.72	0.209	4.4	19.4	1.87	9.7	102	1.85	1.8
4	4.95	0.204	4.1	20.6	1.26	6.1	102	5.98	5.8
5	5.16	0.181	3.5	19.8	1.13	5.7	105	7.15	6.8
6	4.94	0.161	3.3	18.9	0.238	1.3	96.8	7.19	7.4
$\bar{x}$ (μg/L)	4.92			19.9			102		
$S'$ (μg/L)	0.145			0.811			2.95		
RSD(%)	2.9			4.1			2.9		
重复性限 $r$ (μg/L)	0.564			3.41			15.2		
再现性限 $R$ (μg/L)	0.655			3.85			16.1		

可见，六家实验室分别对固体废物水浸出液的三种不同含量水平的统一样品进行了测定。测定结果：相对标准偏差范围分别为 2.6~5.6%、1.8~5.8%和 0.7~3.5%；重复性限范围分别为 0.564~1.32 μg/L、2.62~3.98 μg/L 和 12.7~15.8 μg/L；再现性限范围分别为 0.655~1.51 μg/L、3.35~4.84 μg/L 和 13.0~16.6 μg/L。

### 2.3 方法准确度数据汇总

6 家实验室对《固体废物 苯系物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》中实际固体废物样品、

固体废物水浸出液和醋酸浸出液加标结果的汇总，其结果见表 2-7、表 2-8 和表 2-9。

表 2-7 固体废物样品加标测试数据汇总表

实验 室号	苯			甲苯-D <sub>8</sub>		
	样品 1 $P_i$ (%) (25.0μg/kg)	样品 2 $P_i$ (%) (100μg/kg)	样品 3 $P_i$ (%) (500μg/kg)	样品 1 $P_i$ (%) (25.0μg/kg)	样品 2 $P_i$ (%) (100μg/kg)	样品 3 $P_i$ (%) (500μg/kg)
1	76.0	107	102	77.6	99.3	102
2	74.3	98.4	103	84.6	97.5	107
3	68.6	95.5	105	74.4	102	103
4	72.0	91.3	97.7	73.4	102	98.7
5	70.5	94.4	98.8	74.7	92.6	99.8
6	70.0	96.3	104	73.9	94.9	101
$\bar{p}$ (%)	71.9	97.1	102	76.4	98.0	102
$S_{\bar{p}}$ (%)	2.8	5.2	2.8	4.3	3.7	2.8
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	71.9±5.6	97.1±10	102±5.6	76.4±8.5	98.0±7.4	102±5.5
实验 室号	甲苯			乙苯		
	样品 1 $P_i$ (%) (25.0μg/kg)	样品 2 $P_i$ (%) (100μg/kg)	样品 3 $P_i$ (%) (500μg/kg)	样品 1 $P_i$ (%) (25.0μg/kg)	样品 2 $P_i$ (%) (100μg/kg)	样品 3 $P_i$ (%) (500μg/kg)
1	60.9	78.1	95.2	61.0	95.2	100
2	55.1	84.7	95.0	77.5	100	101
3	60.0	74.2	105	60.5	88.5	105
4	65.9	83.6	91.7	69.2	82.7	92.9
5	59.7	65.7	92.3	68.7	82.8	105
6	57.6	74.4	102	70.5	86.7	103
$\bar{p}$ (%)	60.0	76.8	96.9	67.9	89.3	101
$S_{\bar{p}}$ (%)	3.6	7.0	5.4	6.4	6.9	4.4
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	59.9±7.2	76.8±14	96.9±11	67.9±13	89.3±14	101±8.8
实验 室号	对二甲苯			间二甲苯		
	样品 1 $P_i$ (%) (25.0μg/kg)	样品 2 $P_i$ (%) (100μg/kg)	样品 3 $P_i$ (%) (500μg/kg)	样品 1 $P_i$ (%) (25.0μg/kg)	样品 2 $P_i$ (%) (100μg/kg)	样品 3 $P_i$ (%) (500μg/kg)
1	65.5	95.7	106	60.7	95.5	104
2	69.2	92.8	102	68.7	97.3	107
3	59.9	86.3	100	63.2	82.3	103
4	66.2	79.7	97.6	63.4	78.4	97.9
5	66.0	78.6	101	68.4	76.9	101
6	67.8	93.7	99.7	65.2	84.4	99.1
$\bar{p}$ (%)	65.8	87.8	101	64.9	85.8	102
$S_{\bar{p}}$ (%)	3.2	7.4	2.8	3.2	8.6	3.3
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	65.8±6.4	87.8±15	101±5.6	64.9±6.3	85.8±17	102±6.6
实验	异丙苯			邻二甲苯		



室号	样品 1 $P_i$ (%) (25.0 $\mu$ g/kg)	样品 2 $P_i$ (%) (100 $\mu$ g/kg)	样品 3 $P_i$ (%) (500 $\mu$ g/kg)	样品 1 $P_i$ (%) (25.0 $\mu$ g/kg)	样品 2 $P_i$ (%) (100 $\mu$ g/kg)	样品 3 $P_i$ (%) (500 $\mu$ g/kg)
1	61.0	92.2	104	64.8	97.2	103
2	66.9	93.2	99.0	71.0	92.4	106
3	61.2	81.8	99.1	67.6	83.3	101
4	65.3	80.0	97.9	68.9	74.2	102
5	67.6	73.4	99.7	66.2	72.2	102
6	66.8	79.0	103	63.8	90.8	101
$\bar{p}$ (%)	64.8	83.3	100	67.1	85.0	103
$S_{\bar{p}}$ (%)	3.0	7.8	2.3	2.7	10	1.6
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{p}}$	64.8 $\pm$ 5.9	83.3 $\pm$ 16	100 $\pm$ 4.7	67.1 $\pm$ 5.4	85.0 $\pm$ 20	103 $\pm$ 3.2
实验 室号	正丙苯			苯乙烯		
	样品 1 $P_i$ (%) (25.0 $\mu$ g/kg)	样品 2 $P_i$ (%) (100 $\mu$ g/kg)	样品 3 $P_i$ (%) (500 $\mu$ g/kg)	样品 1 $P_i$ (%) (25.0 $\mu$ g/kg)	样品 2 $P_i$ (%) (100 $\mu$ g/kg)	样品 3 $P_i$ (%) (500 $\mu$ g/kg)
1	60.3	93.6	96.0	58.2	96.0	104
2	74.1	97.9	106	71.5	95.7	101
3	66.9	79.8	104	63.6	78.4	103
4	70.5	75.8	92.5	67.7	73.3	97.0
5	67.1	68.0	101	66.7	64.5	101
6	60.7	91.0	101	63.5	80.7	99.3
$\bar{p}$ (%)	66.6	84.3	100	65.2	81.4	101
$S_{\bar{p}}$ (%)	5.4	12	5.0	4.5	12	2.5
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{p}}$	66.6 $\pm$ 11	84.3 $\pm$ 23	100 $\pm$ 10	65.2 $\pm$ 9.0	81.4 $\pm$ 25	101 $\pm$ 4.9
实验 室号	4-溴氟苯			—		
	样品 1 $P_i$ (%) (25.0 $\mu$ g/kg)	样品 2 $P_i$ (%) (100 $\mu$ g/kg)	样品 3 $P_i$ (%) (500 $\mu$ g/kg)	—	—	—
1	75.7	97.7	103	—	—	—
2	78.6	101	104	—	—	—
3	75.0	98.8	104	—	—	—
4	70.5	98.8	99.4	—	—	—
5	73.3	94.8	106	—	—	—
6	71.3	105	103	—	—	—
$\bar{p}$ (%)	74.1	99.3	103	—	—	—
$S_{\bar{p}}$ (%)	3.0	3.3	2.0	—	—	—
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{p}}$	74.1 $\pm$ 6.0	99.3 $\pm$ 6.5	103 $\pm$ 4.1	—	—	—

六家实验室分别对固体废物的基体加标样品进行了测定，加标回收率范围为 55.1~84.6%、64.5~107%和 91.7~107%。

表 2-8 固体废物水浸出液加标测试数据汇总表

实验 室号	苯			甲苯-D <sub>8</sub>		
	样品 1 $P_i$ (%) (5.00 $\mu$ g/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0 $\mu$ g/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100 $\mu$ g/L)	样品 1 $P_i$ (%) (5.00 $\mu$ g/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0 $\mu$ g/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100 $\mu$ g/L)
1	93.2	100	99.4	93.5	103	100
2	83.1	99.8	99.4	85.0	107	103
3	85.6	101	102	88.3	101	101
4	84.4	98.1	105	81.6	96.3	104
5	83.5	105	102	92.1	104	102
6	91.5	101	102	87.0	94.9	104
$\bar{p}$ (%)	86.9	101	102	87.9	101	102
$S_{\bar{p}}$ (%)	4.4	2.2	2.0	4.4	4.9	1.7
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	86.9 $\pm$ 8.7	101 $\pm$ 4.3	102 $\pm$ 4.0	87.9 $\pm$ 8.9	101 $\pm$ 9.7	102 $\pm$ 3.4
实验 室号	甲苯			乙苯		
	样品 1 $P_i$ (%) (5.00 $\mu$ g/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0 $\mu$ g/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100 $\mu$ g/L)	样品 1 $P_i$ (%) (5.00 $\mu$ g/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0 $\mu$ g/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100 $\mu$ g/L)
1	75.8	89.1	94.9	87.0	99.1	101
2	64.7	89.7	93.5	82.3	100	101
3	74.3	70.9	94.8	82.1	102	101
4	79.1	80.1	95.5	80.4	100	98.1
5	75.2	83.7	96.5	80.1	96.6	104
6	82.8	88.1	96.4	93.0	93.7	106
$\bar{p}$ (%)	75.3	83.6	95.3	84.2	98.5	102
$S_{\bar{p}}$ (%)	6.1	7.2	1.1	5.0	2.9	2.8
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	75.3 $\pm$ 12	83.6 $\pm$ 14	95.3 $\pm$ 2.3	84.2 $\pm$ 10	98.5 $\pm$ 5.7	102 $\pm$ 5.6
实验 室号	对二甲苯			间二甲苯		
	样品 1 $P_i$ (%) (5.00 $\mu$ g/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0 $\mu$ g/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100 $\mu$ g/L)	样品 1 $P_i$ (%) (5.00 $\mu$ g/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0 $\mu$ g/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100 $\mu$ g/L)
1	90.4	105	100	91.7	104	102
2	82.7	92.4	102	88.1	94.5	101
3	81.9	100	101	82.8	89.8	102
4	81.6	102	100	85.2	93.7	101
5	81.2	100	101	79.6	94.8	104
6	84.2	102	105	83.0	96.9	104
$\bar{p}$ (%)	83.7	100	102	85.1	95.7	103
$S_{\bar{p}}$ (%)	3.4	4.3	1.9	4.3	4.9	1.4
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	83.7 $\pm$ 6.9	100 $\pm$ 8.6	102 $\pm$ 3.8	85.1 $\pm$ 8.6	95.7 $\pm$ 9.7	103 $\pm$ 2.8
实验 室号	异丙苯			邻二甲苯		
	样品 1 $P_i$ (%) (5.00 $\mu$ g/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0 $\mu$ g/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100 $\mu$ g/L)	样品 1 $P_i$ (%) (5.00 $\mu$ g/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0 $\mu$ g/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100 $\mu$ g/L)
1	91.0	97.5	99.1	92.0	101	101



1	85.6	96.3	97.8	97.6	88.8	104
2	92.9	97.2	106	102	103	103
3	95.3	105	106	91.8	104	103
4	90.2	97.3	99.8	99.9	97.3	105
5	99.1	96.1	102	98.2	101	104
6	99.1	95.6	102	93.4	95.1	104
$\bar{p}$ (%)	93.7	98.0	102	97.1	98.3	104
$S_{\bar{p}}$ (%)	5.3	3.7	3.2	3.9	5.7	0.7
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	93.7±11	98.0±7.4	102±6.4	97.1±7.7	98.3±11	104±1.4
实验 室号	甲苯			乙苯		
	样品 1 $P_i$ (%) (5.00μg/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0μg/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100μg/L)	样品 1 $P_i$ (%) (5.00μg/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0μg/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100μg/L)
1	81.6	78.7	97.4	85.1	102	102
2	81.1	82.3	99.1	90.8	106	100
3	83.3	93.1	101	89.9	103	105
4	68.8	89.4	97.6	88.3	100	100
5	71.4	89.7	100	89.5	95.6	98.3
6	87.6	91.1	97.3	91.8	103	106
$\bar{p}$ (%)	79.0	87.4	98.8	89.2	102	102
$S_{\bar{p}}$ (%)	7.3	5.6	1.6	2.4	3.5	2.9
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	79.0±15	87.4±11	98.8±3.3	89.2±4.7	102±7.1	102±5.7
实验 室号	对二甲苯			间二甲苯		
	样品 1 $P_i$ (%) (5.00μg/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0μg/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100μg/L)	样品 1 $P_i$ (%) (5.00μg/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0μg/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100μg/L)
1	83.8	101	104	84.2	98.6	106
2	91.6	106	104	88.1	105	106
3	90.4	98.3	102	90.8	101	104
4	85.9	92.9	104	83.6	101	101
5	86.1	102	100	84.6	99.3	106
6	94.6	102	100	91.9	101	102
$\bar{p}$ (%)	88.7	100	102	87.2	101	104
$S_{\bar{p}}$ (%)	4.1	4.3	1.9	3.6	2.3	2.3
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	88.7±8.2	100±8.7	102±3.9	87.2±7.2	101±4.6	104±4.5
实验 室号	异丙苯			邻二甲苯		
	样品 1 $P_i$ (%) (5.00μg/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0μg/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100μg/L)	样品 1 $P_i$ (%) (5.00μg/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0μg/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100μg/L)
1	86.9	104	104	83.5	104	105
2	89.8	99.2	106	90.2	104	104
3	92.2	97.1	105	90.8	97.8	105
4	87.0	100	102	83.4	97.9	107

5	83.4	104	103	89.5	104	106
6	93.3	100	103	90.6	94.4	101
$\bar{p}$ (%)	88.8	101	104	88.0	100	105
$S_{\bar{p}}$ (%)	3.7	2.8	1.3	3.5	4.1	1.8
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{p}}$	88.8±7.5	101±5.5	104±2.7	88.0±7.1	100±8.1	105±3.6
实验 室号	正丙苯			苯乙烯		
	样品 1 $P_i$ (%) (5.00μg/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0μg/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100μg/L)	样品 1 $P_i$ (%) (5.00μg/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0μg/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100μg/L)
1	78.7	97.6	98.0	80.9	102	104
2	87.6	98.9	104	85.4	100	103
3	89.9	99.1	104	90.6	96.2	104
4	80.7	97.2	96.6	83.2	101	104
5	85.1	102	105	89.5	96.1	98.2
6	88.0	99.6	99.8	91.1	94.0	99.4
$\bar{p}$ (%)	85.0	99.1	101	86.8	98.2	102
$S_{\bar{p}}$ (%)	4.4	1.7	3.5	4.2	3.2	2.6
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{p}}$	85.0±8.9	99.1±3.5	101±7.0	86.8±8.5	98.2±6.4	102±5.1
实验 室号	4-溴氟苯			—		
	样品 1 $P_i$ (%) (5.00μg/L)	样品 2 $P_i$ (%) (20.0μg/L)	样品 3 $P_i$ (%) (100μg/L)	—	—	—
1	96.8	97.3	104	—	—	—
2	97.7	105	103	—	—	—
3	94.5	96.8	102	—	—	—
4	99.0	103	102	—	—	—
5	103	99.1	105	—	—	—
6	98.7	94.7	96.8	—	—	—
$\bar{p}$ (%)	98.3	99.4	102	—	—	—
$S_{\bar{p}}$ (%)	2.9	4.1	2.9	—	—	—
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{p}}$	98.3±5.8	99.4±8.1	102±5.9	—	—	—

六家实验室分别对固体废物水浸出液加标样品进行了测定，加标回收率范围为 68.8~103%、78.7~106%和 96.6~107%。

### 3 方法验证结论

- (1) 本标准在进行数据统计时，所有数据全部采用，未进行取舍。
- (2) 六家验证单位测试水平的检出限、测定下限见表 3-1。实验室内相对标准偏差、实验室内相对标准偏差、重复性限  $r$ 、再现性限  $R$ 、加标回收率等精密度和准确度指标汇总结果见表 3-2 至 3-4。

表 3-1 方法的检出限和测定下限

序号	化合物名称	英文名称	固体废物		固体废物浸出液	
			检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	检出限 ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	测定下限 ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )
1	苯	Benzene	3	12	0.7	2.8
2	甲苯	Toluene	3	12	0.8	3.2
3	乙苯	Ethylbenzene	3	12	0.6	2.4
4	对-二甲苯	p-Xylene	3	12	0.8	3.2
5	间-二甲苯	m-Xylene	3	12	0.8	3.2
6	异丙苯	Isopropylbenzene	3	12	0.7	2.8
7	邻-二甲苯	o-Xylene	4	16	0.8	3.2
8	正丙苯	n-Propylbenzene	3	12	0.8	3.2
9	苯乙烯	Styrene	4	16	0.8	3.2

表3-1表明,当取样量为2g时,固体废物的方法检出限为3~4  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,测定下限为12~16  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ;当取样量为10.0 ml时,固体废物浸出液的方法检出限为0.6~0.8  $\mu\text{g}/\text{L}$ ,测定下限为2.4~3.2  $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

表3-2 固体废物方法的精密度

序号	化合物名称	含量/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	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/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限R/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
1	苯	18.0	6.3~13	3.9	5	5
		97.1	2.4~9.5	5.4	21	24
		508	3.6~6.3	2.8	69	74
2	甲苯-d <sub>8</sub>	19.1	4.0~5.9	5.6	3	4
		98.0	2.0~5.1	3.8	8	13
		509	1.2~5.5	2.7	64	70
3	甲苯	60.0	6.8~10	6.3	13	16
		122	3.6~5.6	6.9	15	27
		530	2.1~6.3	5.2	74	102
4	乙苯	17.0	7.8~18	9.4	7	8
		89.3	3.5~12	7.7	19	26
		504	1.6~6.0	4.4	60	83
5	对-二甲苯	16.4	7.9~18	4.8	7	7
		87.8	2.3~13	8.4	20	27
		506	2.7~7.2	2.8	70	75
6	间-二甲苯	16.2	7.6~17	4.9	6	6
		85.8	3.1~14	10	19	30
		510	3.6~8.9	3.2	81	87

序号	化合物名称	含量/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	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/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	再现性限R/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
7	异丙苯	16.2	6.0~19	4.6	6	7
		83.3	3.3~15	9.4	18	27
		502	3.6~5.7	2.3	61	65
8	邻-二甲苯	16.8	9.4~18	4.0	6	6
		85.0	4.1~13	12	20	34
		513	3.2~6.6	1.6	72	74
9	正丙苯	16.6	7.8~15	8.1	6	6
		84.3	3.3~14	14	18	37
		501	3.1~6.5	5.0	70	95
10	苯乙烯	16.3	7.8~18	6.9	7	7
		81.4	4.8~11	15	18	39
		504	2.2~6.7	2.4	74	76
11	4-溴氟苯	18.5	4.0~7.3	4.0	3	3
		99.3	2.4~4.9	3.3	10	13
		515	4.2~7.3	2.0	78	79

表3-3 固体废物方法的准确度

序号	化合物名称	含量/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 的均值 (%)	加标回收率的 标准偏差	加标回收率范 围 (%)	加标回收率最终 值/ (%) $\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$
1	苯	18.0	71.9	2.80	68.6~76.0	71.9 $\pm$ 5.6
		97.1	97.1	5.25	91.3~107	97.1 $\pm$ 10
		508	102	2.81	97.7~105	102 $\pm$ 5.6
2	甲苯-d <sub>8</sub>	19.1	76.4	4.27	73.4~84.6	76.4 $\pm$ 8.5
		98.0	98.0	3.70	92.6~102	98.0 $\pm$ 7.4
		509	102	2.77	98.7~107	102 $\pm$ 5.5
3	甲苯	60.0	60.0	5.12	55.1~65.9	60.0 $\pm$ 7.2
		122	76.8	7.03	65.7~84.7	76.8 $\pm$ 14
		530	96.9	6.03	91.7~105	96.9 $\pm$ 11
4	乙苯	17.0	67.9	6.37	60.5~77.5	67.9 $\pm$ 13
		89.3	89.3	6.90	82.7~100	89.3 $\pm$ 14
		504	101	4.40	92.9~105	101 $\pm$ 8.8
5	对-二甲苯	16.4	65.8	3.19	59.9~69.2	65.8 $\pm$ 6.4
		87.8	87.8	7.40	78.6~95.7	87.8 $\pm$ 15
		506	101	2.81	97.6~106	101 $\pm$ 5.6
6	间-二甲苯	16.2	64.9	3.17	60.7~68.7	64.9 $\pm$ 6.3
		85.8	85.8	8.65	82.3~97.3	85.8 $\pm$ 17

序号	化合物名称	含量/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标回收率 的均值(%)	加标回收率的 标准偏差	加标回收率范 围(%)	加标回收率最终 值/(%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
		510	102	3.28	97.9~107	102 $\pm$ 6.6
7	异丙苯	16.2	64.8	2.95	61.0~67.6	64.8 $\pm$ 5.9
		83.3	83.3	7.84	73.4~93.2	83.3 $\pm$ 16
		502	100	2.33	97.9~104	100 $\pm$ 4.7
8	邻-二甲苯	16.8	67.1	2.68	63.8~71.0	67.1 $\pm$ 5.4
		85.0	85.0	10.2	72.2~97.2	85.0 $\pm$ 20
		513	103	1.62	101~106	103 $\pm$ 3.2
9	正丙苯	16.6	66.6	5.40	60.3~74.1	66.6 $\pm$ 11
		84.3	84.3	11.6	68.0~97.9	84.3 $\pm$ 23
		501	100	5.02	92.5~106	100 $\pm$ 10
10	苯乙烯	16.3	65.2	4.51	58.2~71.5	65.2 $\pm$ 9.0
		81.4	81.4	12.5	64.5~96.0	81.4 $\pm$ 25
		504	101	2.45	97.0~104	101 $\pm$ 4.9
11	4-溴氟苯	18.5	74.1	3.00	70.5~78.6	74.1 $\pm$ 6.0
		99.3	99.3	3.27	94.8~105	99.3 $\pm$ 6.5
		515	103	2.04	99.4~106	103 $\pm$ 4.1

表3-4 固体废物水浸出液方法的精密度

序号	化合物名称	含量/ ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	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/ ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	再现性限R/ ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )
1	苯	4.34	3.8~11	5.0	0.9	1
		20.2	2.2~3.6	2.1	2	2
		102	1.8~5.3	2.0	12	12
2	甲苯-d <sub>8</sub>	4.40	3.8~7.4	5.1	0.8	0.9
		20.2	2.1~3.3	4.8	2	3
		102	1.9~5.7	1.6	11	11
3	甲苯	10.4	2.6~9.5	7.1	2	3
		23.4	1.6~6.4	4.4	2	4
		102	2.9~4.9	1.4	10	10
4	乙苯	4.21	5.5~8.8	5.9	0.8	1
		19.7	2.0~3.8	2.9	2	2
		102	2.3~7.5	2.7	14	15
5	对-二甲苯	4.18	6.7~9.4	4.1	1	1
		20.0	2.0~7.0	4.3	3	3
		102	1.8~5.1	1.9	11	11
6	间-二甲苯	4.25	5.2~9.1	5.1	0.9	1



序号	化合物名称	含量/ ( $\mu\text{g/L}$ )	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/ ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限R/ ( $\mu\text{g/L}$ )
		19.1	1.9~8.6	5.1	2	3
		103	3.2~4.9	1.4	12	12
7	异丙苯	4.16	4.4~11	4.9	0.9	1
		19.3	1.8~7.8	2.3	2	3
		101	2.6~6.8	2.2	14	14
8	邻-二甲苯	4.26	4.5~12	5.4	1	1
		19.5	2.3~8.4	3.9	2	3
		103	2.9~5.0	2.1	12	12
9	正丙苯	4.24	5.0~12	3.7	1	1
		19.4	2.1~8.2	3.8	2	3
		99.8	2.4~4.8	4.3	11	16
10	苯乙烯	4.19	6.2~10	3.7	1	1
		19.5	1.6~8.4	3.2	2	3
		101	3.7~4.6	1.2	12	12
11	4-溴氟苯	4.37	4.0~10	3.7	1	1
		19.8	1.6~8.2	4.1	2	3
		102	3.1~4.9	1.7	11	11

表3-5 固体废物水浸出液方法准确度

序号	化合物名称	含量/ ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率的 均值 (%)	加标回收率 的标准偏差	加标回收率范 围 (%)	加标回收率最终 值/ (%) $\bar{P} \pm 2S_P$
1	苯	4.34	86.9	4.37	83.1~93.2	86.9 $\pm$ 8.7
		20.2	101	2.15	98.1~105	101 $\pm$ 4.3
		102	102	1.99	99.4~105	102 $\pm$ 4.0
2	甲苯-d <sub>8</sub>	4.40	87.9	4.44	81.6~93.5	87.9 $\pm$ 8.9
		20.2	101	4.86	96.3~107	101 $\pm$ 9.7
		102	102	1.68	100~104	102 $\pm$ 3.4
3	甲苯	10.4	75.3	6.29	64.7~82.8	75.3 $\pm$ 12
		23.4	83.6	3.92	70.9~89.7	83.6 $\pm$ 14
		102	95.3	1.63	93.5~96.5	95.3 $\pm$ 2.3
4	乙苯	4.21	84.2	4.99	80.1~93.0	84.2 $\pm$ 10
		19.7	98.5	2.86	93.7~102	98.5 $\pm$ 5.7
		102	102	2.79	98.1~106	102 $\pm$ 5.6
5	对-二甲苯	4.18	83.7	3.45	81.2~90.4	83.7 $\pm$ 6.9
		20.0	100	4.28	92.4~105	100 $\pm$ 8.6
		102	102	1.91	100~105	102 $\pm$ 3.8

序号	化合物名称	含量/ ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率的 均值 (%)	加标回收率 的标准偏差	加标回收率范 围 (%)	加标回收率最终 值/ (%) $\bar{P} \pm 2S_P$
6	间-二甲苯	4.25	85.1	4.31	79.6~91.7	85.1 $\pm$ 8.6
		19.1	95.7	4.85	89.8~104	95.7 $\pm$ 9.7
		103	103	1.41	101~104	103 $\pm$ 2.8
7	异丙苯	4.16	83.2	4.10	79.9~91.0	83.2 $\pm$ 8.2
		19.3	96.7	2.24	93.8~99.4	96.7 $\pm$ 4.5
		101	101	2.25	99.1~104	101 $\pm$ 4.5
8	邻-二甲苯	4.26	85.1	4.61	80.0~92.0	85.1 $\pm$ 9.2
		19.5	97.7	3.85	94.0~104	97.7 $\pm$ 7.7
		103	103	2.14	100~106	103 $\pm$ 4.3
9	正丙苯	4.24	84.8	3.12	80.9~89.2	84.8 $\pm$ 6.2
		19.4	97.1	3.73	93.3~104	97.1 $\pm$ 7.5
		99.8	99.8	4.25	93.0~105	99.8 $\pm$ 8.5
10	苯乙烯	4.19	83.8	3.11	79.3~88.1	83.8 $\pm$ 6.2
		19.5	97.5	3.08	94.8~102	97.5 $\pm$ 6.2
		101	101	1.21	100~103	101 $\pm$ 2.4
11	4-溴氟苯	4.37	87.3	3.22	84.6~93.3	87.3 $\pm$ 6.4
		19.8	98.8	4.03	91.4~102	98.8 $\pm$ 8.1
		102	102	1.78	99.4~105	102 $\pm$ 3.6

表3-6 固体废物醋酸浸出液方法的精密度

序号	化合物名称	含量/ ( $\mu\text{g/L}$ )	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/ ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限R/ ( $\mu\text{g/L}$ )
1	苯	4.68	3.7~12	5.6	0.9	1
		19.6	4.2~9.4	3.8	4	4
		102	3.1~7.1	3.1	15	17
2	甲苯-d <sub>8</sub>	4.86	3.4~8.3	4.0	0.8	0.9
		19.7	4.4~9.8	5.8	4	5
		104	4.1~5.7	0.7	14	15
3	甲苯	8.41	3.3~9.4	3.8	1	2
		21.9	2.6~5.3	4.4	3	4
		103	4.0~5.6	1.6	14	14
4	乙苯	4.46	4.4~11	2.6	0.9	0.9
		20.3	4.1~9.4	3.5	4	4
		102	2.6~7.8	2.8	16	17
5	对-二甲苯	4.44	3.1~8.3	4.6	0.7	0.9

序号	化合物名称	含量/ ( $\mu\text{g/L}$ )	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/ ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限R/ ( $\mu\text{g/L}$ )
		20.0	4.3~6.2	4.3	3	4
		102	3.1~6.7	1.9	14	14
6	间-二甲苯	4.36	4.0~10	4.1	0.9	1
		20.2	4.2~8.1	2.3	3	4
		104	3.0~6.1	2.2	14	14
7	异丙苯	4.44	2.5~12	4.2	1	1
		20.2	4.5~7.4	2.7	3	3
		104	2.9~5.6	1.3	13	13
8	邻-二甲苯	4.40	3.5~11	4.0	1	1
		20.0	4.4~8.7	4.0	4	4
		105	3.8~4.9	1.7	13	13
9	正丙苯	4.25	2.8~11	5.2	0.9	1
		19.8	5.0~9.7	1.8	4	4
		101	3.6~5.9	3.5	14	16
10	苯乙烯	4.34	5.0~8.9	4.9	0.8	1
		19.6	5.4~9.3	3.2	4	4
		101	2.3~7.1	2.5	14	14
11	4-溴氟苯	4.92	3.3~5.4	2.9	0.6	0.7
		19.9	1.3~9.7	4.1	3	4
		102	1.8~7.4	2.9	15	16

表3-7 固体废物醋酸浸出液方法的准确度

序号	化合物名称	含量/ ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率的 均值 (%)	加标回收率的 标准偏差	加标回收率范 围 (%)	加标回收率最终 值/ (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
1	苯	4.68	93.7	5.28	85.6~99.1	93.7 $\pm$ 11
		19.6	98.0	3.69	95.6~105	98.0 $\pm$ 7.4
		102	102	3.20	97.8~106	102 $\pm$ 6.4
2	甲苯-d <sub>8</sub>	4.86	97.1	3.86	91.8~102	97.1 $\pm$ 7.7
		19.7	98.3	5.75	88.8~104	98.3 $\pm$ 11
		104	104	0.72	103~105	104 $\pm$ 1.4
3	甲苯	8.41	79.0	7.29	68.8~87.6	79.0 $\pm$ 15
		21.9	87.4	5.61	78.7~93.1	87.4 $\pm$ 11
		103	98.8	1.64	97.3~101	98.8 $\pm$ 3.3
4	乙苯	4.46	89.2	2.35	85.1~91.8	89.2 $\pm$ 4.7
		20.3	102	3.55	95.6~106	102 $\pm$ 7.1

序号	化合物名称	含量/ ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率的 均值 (%)	加标回收率的 标准偏差	加标回收率范 围 (%)	加标回收率最终 值/ (%) $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
		102	102	2.86	98.3~106	102 $\pm$ 5.7
5	对-二甲苯	4.44	88.7	4.12	83.8~94.6	88.7 $\pm$ 8.2
		20.0	100	4.34	92.9~106	100 $\pm$ 8.7
		102	102	1.94	100~104	102 $\pm$ 3.9
6	间-二甲苯	4.36	87.2	3.59	83.6~91.9	87.2 $\pm$ 7.2
		20.2	101	2.28	98.6~105	101 $\pm$ 4.6
		104	104	2.27	101~106	104 $\pm$ 4.5
7	异丙苯	4.44	88.8	3.73	83.4~93.3	88.8 $\pm$ 7.5
		20.2	101	2.75	97.1~104	101 $\pm$ 5.5
		104	104	1.33	102~106	104 $\pm$ 2.7
8	邻-二甲苯	4.40	88.0	3.54	83.4~90.8	88.0 $\pm$ 7.1
		20.0	100	4.05	94.4~104	100 $\pm$ 8.1
		105	105	1.81	101~107	105 $\pm$ 3.6
9	正丙苯	4.25	85.0	4.43	78.7~89.9	85.0 $\pm$ 8.9
		19.8	99.1	1.74	97.2~102	99.1 $\pm$ 3.5
		101	101	3.52	96.6~105	101 $\pm$ 7.0
10	苯乙烯	4.34	86.8	4.25	80.9~91.1	86.8 $\pm$ 8.5
		19.6	98.2	3.18	94.0~102	98.2 $\pm$ 6.4
		101	102	2.55	98.2~104	102 $\pm$ 5.1
11	4-溴氟苯	4.92	98.3	2.90	94.5~103	98.3 $\pm$ 5.8
		19.9	99.4	4.05	94.7~105	99.4 $\pm$ 8.1
		102	102	2.95	96.8~105	102 $\pm$ 5.9

六家实验室分别对三个不同浓度水平的固体废物样品、固体废物水浸出液和醋酸浸出液进行了精密度测定。固体废物测定结果：实验室内相对标准偏差范围分别为 4.0%~19%、2.0%~15%和 1.2%~8.9%；实验室间相对标准偏差范围分别 3.9%~9.4%、3.3%~15%和 1.6%~5.2%；重复性限范围分别为 3~13  $\mu\text{g/kg}$ 、8~21  $\mu\text{g/kg}$  和 60~81  $\mu\text{g/kg}$ ；再现性限范围分别为 3~16  $\mu\text{g/kg}$ 、13~39  $\mu\text{g/kg}$  和 65~102  $\mu\text{g/kg}$ 。

固体废物水浸出液测定结果：实验室内相对标准偏差范围分别为：2.6%~12%、1.6%~8.6%和 1.8%~7.5%；实验室间相对标准偏差范围分别为：3.7%~7.1%、2.1%~5.1%和 1.2%~4.3%；重复性限范围分别为：0.8~2  $\mu\text{g/L}$ 、2~3  $\mu\text{g/L}$  和 10~14  $\mu\text{g/L}$ ；再现性限范围分别为：0.9~2  $\mu\text{g/L}$ 、2~4  $\mu\text{g/L}$  和 10~16  $\mu\text{g/L}$ 。

固体废物醋酸浸出液测定结果：实验室内相对标准偏差范围分别为：2.5%~12%、

1.3%~9.8%和 1.8%~7.8%；实验室间相对标准偏差范围分别为：2.6%~5.6%、1.8%~5.8%和 0.7%~3.5%；重复性限范围分别为：0.6~1 μg/L、3~4 μg/L 和 13~16 μg/L；再现性限范围分别为：0.7~2 μg/L、3~5 μg/L 和 13~17 μg/L。

六家实验室分别对三个不同浓度水平的固体废物样品、固体废物水浸出液和醋酸浸出液进行了准确度测定。固体废物水浸出液测定结果：样品加标含量为 25.0 μg/kg，目标化合物的加标回收率范围为 55.1%~84.6%；样品加标含量为 100 μg/kg，化合物的加标回收率范围为 64.5%~107%；样品加标含量为 500 μg/kg，目标化合物的加标回收率范围为 91.7%~107%。

固体废物水浸出液测定结果：样品加标含量为 5.00 μg/L，目标物的加标回收率范围为 64.7%~93.5%；样品加标含量为 20.0 μg/L，目标物的加标回收率范围为 70.9%~107%；样品加标含量为 100 μg/L，目标物的加标回收率范围为 93.0%~106%。

固体废物醋酸浸出液测定结果：样品加标含量为 5.00 μg/L，目标物的加标回收率范围为 68.8 %~103%；样品加标含量为 20.0 μg/L，目标物的加标回收率范围为 78.7%~106%；样品加标含量为 100 μg/L，目标物的加标回收率范围为 96.6%~107%。

(3) 从方法验证结果可以看出，本方法检出限满足环保标准的要求。同时，方法精密度和准确度统计结果也能够满足方法特性指标要求。

#### 4 验证单位各自采集实际样品的精密度和准确度

参加验证的六家实验室各自采集了实际固体废物样品进行了精密度和准确度的测定实验。辽宁省环境监测实验中心、沈阳市环境监测中心站采集了化工厂处理底泥；大连市环境监测中心采集了焦油厂废渣；抚顺市环境监测中心站采集了煤化厂粗苯土壤；辽阳市环境监测中心站采集了焦化厂焦油废渣；锦州市环境监测中心站采集了环保脱水污泥。六家验证单位按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010)和《固体废物 苯系物的测定 顶空-气相色谱法》的验证要求，对各自采集的固体废物样品进行了精密度和准确度的测定，测定结果见表4-1至4-6。

##### 4.1 辽宁省环境监测实验中心测定的精密度和准确度数据

表4-1 化工厂处理底泥样品的精密度和准确度

序号	化合物	加标浓度 μg/kg	测定浓度 μg/kg						平均值 μg/kg	标准偏差 μg/kg	RSD %	回收 率%
			1	2	3	4	5	6				
1	苯	0	7.45	6.55	7.01	6.12	6.65	6.43	6.70	—	—	72.0
		100	73.1	71.8	80.7	81.2	82.4	83.1	78.7	4.95	6.3	

2	甲苯-D <sub>8</sub>	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	92.8
		100	83.1	92.6	100.6	90.5	88.1	102	92.8	7.23	7.8	
3	甲苯	0	5.15	6.15	5.50	5.75	5.23	6.06	5.64	—	—	91.0
		100	95.5	93.9	96.0	89	102	103	96.7	5.52	5.7	
4	乙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	74.9
		100	72.6	68.3	82.3	77.5	67.6	81.2	74.9	6.39	8.5	
5	对-二甲苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	84.4
		100	83.7	82.8	79.0	86.5	86.1	88.3	84.4	3.31	3.9	
6	间-二甲苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	71.3
		100	68.4	67.0	72.7	70.4	75.9	73.5	71.3	3.34	4.7	
7	异丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	81.5
		100	78.3	77.0	83.2	77.8	87.7	85.0	81.5	4.40	5.4	
8	邻-二甲苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	87.9
		100	86.5	84.7	83.9	91.6	92.5	88.4	87.9	3.55	4.0	
9	正丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	73.2
		100	70.7	68.5	75.9	70.5	78.7	75.2	73.2	3.93	5.4	
10	苯乙烯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	81.0
		100	92.6	78.9	82.5	86.3	75.2	70.6	81.0	7.89	9.7	
11	4-溴氟苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	102
		100	97.6	97.7	109	99.9	101	105	102	4.56	4.5	

结论：辽宁省环境监测实验中心对化工厂处理底泥样品进行了测定，其相对标准偏差范围在3.9~9.7%之间，加标回收率在71.3~102%之间。

#### 4.2 沈阳市环境监测中心站测定的精密度和准确度数据

表4-2 化工厂处理底泥样品的精密度和准确度

序号	化合物	加标浓度 μg/kg	测定浓度 μg/kg						平均值 μg/kg	标准偏差 μg/kg	RSD %	回收率%
			1	2	3	4	5	6				
1	苯	0	7.72	8.26	8.11	7.13	6.75	5.42	7.23	—	—	81.4
		100	87.3	82.0	88.1	103	81.5	89.5	88.6	7.83	8.8	

2	甲苯-D <sub>8</sub>	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	84.6
		100	79.7	89.1	85.4	89.8	86.9	76.7	84.6	5.29	6.3	
3	甲苯	0	8.12	7.06	7.79	6.78	5.69	6.23	6.95	—	—	75.0
		100	85.6	79.1	72.3	86.7	79.2	88.9	82.0	6.24	7.6	
4	乙苯	0	2.55	2.71	3.01	2.03	3.61	3.33	2.87	—	—	93.0
		100	106	94.6	86.3	103	99.5	86.5	95.9	8.21	8.6	
5	对-二甲苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	87.5
		100	98.7	78.3	70.5	95.8	92.9	88.7	87.5	10.9	12	
6	间-二甲苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	94.1
		100	101	90.6	81.4	96.2	93.7	101	94.1	7.50	8.0	
7	异丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	91.6
		100	96.6	87.8	81.5	95.2	91.7	96.9	91.6	6.06	6.6	
8	邻-二甲苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	89.9
		100	73.5	94.1	87.3	102	98.2	84.6	89.9	10.4	12	
9	正丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	84.6
		100	89.8	80.3	76.1	85.1	81.1	95.2	84.6	6.96	8.2	
10	苯乙烯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	90.6
		100	96.2	86.0	81.5	91.2	86.9	102	90.6	7.46	8.2	
11	4-溴氟苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	91.1
		100	82.4	94.0	96.5	98.3	96.5	78.8	91.1	8.30	9.1	

结论：沈阳市环境监测中心站对化工厂处理底泥样品进行了测定，其相对标准偏差范围在6.3~12%之间，加标回收率在75.0~94.1%之间。

#### 4.3 大连市环境监测中心测定的精密度和准确度数据

表4-3 焦油厂废渣样品的精密度和准确度

序号	化合物	加标浓度 μg/kg	测定浓度 μg/kg						平均值 μg/kg	标准偏差 μg/kg	RSD %	回收率%
			1	2	3	4	5	6				
1	苯	0	28.8	30.4	26.2	30.4	28.0	34.5	29.7	—	—	70.9
		100	82.4	108	98.1	98.6	106	110	101	10.2	10	

2	甲苯-D <sub>8</sub>	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	90.0
		100	83.3	76.2	90.8	101	93.4	95.7	90.0	8.92	9.9	
3	甲苯	0	60.5	80.2	64.8	64.7	67.8	91.7	71.6	—	—	73.5
		100	148	135	165	142	121	159	145	15.9	11	
4	乙苯	0	7.31	9.66	7.55	6.82	8.14	8.24	7.95	—	—	77.7
		100	71.4	70.8	87.5	92.1	91.3	101	85.7	12.1	14	
5	对-二甲苯	0	53.0	59.9	55.6	41.2	67.4	51.6	54.8	—	—	66.5
		100	132	145	120	114	114	103	121	14.9	12	
6	间-二甲苯	0	33.0	36.9	35.6	21.2	27.4	31.6	31.0	—	—	61.1
		100	70.5	89.6	101	105	90.2	95.6	92.0	12.2	13	
7	异丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	69.7
		100	66.3	72.5	70.8	84.4	67.1	57.2	69.7	8.94	13	
8	邻-二甲苯	0	41.3	72.4	55.3	49.5	58.1	53.9	55.1	—	—	64.4
		100	103	130	135	125	104	119	120	13.3	11	
9	正丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	72.1
		100	63.8	74.8	83.7	76.9	72.6	60.8	72.1	8.50	12	
10	苯乙烯	0	130	122	170	147	167	137	146	—	—	66.1
		100	209	196	223	185	189	269	212	31.2	15	
11	4-溴氟苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	84.3
		100	79.0	90.2	72.0	74.2	90.7	100	84.3	11.0	13	

结论：大连市环境监测中心对焦油厂废渣样品进行了测定，其相对标准偏差范围在9.9~15%之间，加标回收率在61.1~90.0%之间。

#### 4.4 抚顺市环境监测中心站测定的精密度和准确度数据

表4-4 粗苯土壤样品的精密度和准确度

序号	化合物	加标浓度 μg/kg	测定浓度 μg/kg						平均值 μg/kg	标准偏差 μg/kg	RSD %	回收率%
			1	2	3	4	5	6				
1	苯	0	6.26	7.21	7.44	6.65	8.13	7.75	7.24	—	—	85.8
		100	83.1	94.3	108	89.9	105	78.8	93.0	11.5	12	



2	甲苯-D <sub>8</sub>	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	92.1
		100	85.2	86.4	102	80.6	103	95.2	92.1	9.37	10	
3	甲苯	0	5.52	6.01	6.23	5.42	6.32	5.26	5.79	—	—	82.9
		100	75.8	88.1	84.9	90.4	102	90.8	88.7	8.56	9.7	
4	乙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	78.5
		100	76.1	84.0	81.7	91.2	79.0	58.9	78.5	10.9	14	
5	对-二甲苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	81.2
		100	68.7	80.7	91.4	90.2	78.2	77.9	81.2	8.50	10	
6	间-二甲苯	0	5.66	5.03	6.12	5.41	6.24	5.06	5.59	—	—	73.9
		100	76.9	67.9	90.9	88.6	82.7	69.5	79.4	9.63	12	
7	异丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	82.6
		100	64.4	97.1	87.2	86.0	96.9	64.2	82.6	14.9	18	
8	邻-二甲苯	0	4.13	4.69	5.33	4.51	5.81	5.37	4.97	—	—	71.2
		100	64.3	85.6	84.8	73.6	75.3	73.7	76.2	7.97	10	
9	正丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	83.1
		100	76.9	84.3	89.1	72.4	95.7	80.0	83.1	8.47	10	
10	苯乙烯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	89.5
		100	76.3	95.0	101	77.3	105.0	82.5	89.5	12.5	14	
11	4-溴氟苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	92.2
		100	77.4	90.6	85.6	95.7	101	103	92.2	9.71	11	

结论：抚顺市环境监测中心站对粗苯土壤样品进行了测定，其相对标准偏差范围在9.7~18%之间，加标回收率在71.2~92.2%之间。

#### 4.5 辽阳市环境监测站测定的精密度和准确度数据

表4-5 焦油废渣样品的精密度和准确度

序号	化合物	加标浓度 μg/kg	测定浓度 μg/kg						平均值 μg/kg	标准偏差 μg/kg	RSD %	回收率%
			1	2	3	4	5	6				
1	苯	0	162	203	255	189	174	191	196	—	—	121
		100	254	378	352	330	256	328	316	50.9	16	

2	甲苯-D <sub>8</sub>	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	93.0
		100	73.6	108	96.3	92.5	96.0	92.3	93.0	11.0	12	
3	甲苯	0	202	234	258	172	195	188	208	—	—	110
		100	263	346	338	284	410	265	318	57.9	18	
4	乙苯	0	43.7	66.9	72.4	50.1	49.8	53.2	56.0	—	—	127
		100	166	195	186	176	214	162	183	19.6	11	
5	对-二甲苯	0	47.9	50.8	52.6	60.7	41.5	46.3	50.0	—	—	135
		100	150	175	219	165	232	170	185	32.4	17	
6	间-二甲苯	0	101	123	131	89.6	98.4	112	109	—	—	89.4
		100	175	219	183	212	221	182	199	21.2	11	
7	异丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	94.8
		100	85.2	108	114	91.5	77.4	93.0	94.8	13.7	14	
8	邻-二甲苯	0	56.1	65.4	67.5	50.3	54.2	60.6	59.0	—	—	101
		100	141	175	151	147	203	139	159.5	24.9	16	
9	正丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	84.3
		100	86.8	83.6	77.4	68.6	96.2	93.4	84.3	10.2	12	
10	苯乙烯	0	181	223	242	194	172	203	203	—	—	76.3
		100	233	318	250	298	278	296	278.8	32.1	12	
11	4-溴氟苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	91.2
		100	82.1	98.7	89.7	95.0	108.5	73.4	91.2	12.4	14	

结论：辽阳市环境监测站对粗苯土壤样品进行了测定，其相对标准偏差范围在11~18%之间，加标回收率在76.3~135%之间。

#### 4.6 锦州市环境监测中心站测定的精密度和准确度数据

表4-6 环保脱水污泥样品的精密度和准确度

序号	化合物	加标浓度 μg/kg	测定浓度 μg/kg						平均值 μg/kg	标准偏差 μg/kg	RSD %	回收率%
			1	2	3	4	5	6				
1	苯	0	0	0	0	0	0	0	—	—	88.3	
		100	73.9	100	79.2	94.4	88.0	93.8	88.3	10.0		11

2	甲苯-D <sub>8</sub>	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	84.3
		100	73.8	96.8	78.8	80.3	102	74.5	84.3	11.9	14	
3	甲苯	0	8.62	6.72	8.14	9.03	8.02	6.89	7.90	—	—	75.8
		100	69.7	91.3	73.5	87.7	92.3	87.5	83.7	9.59	11	
4	乙苯	0	6.52	4.96	6.31	6.64	5.36	5.03	5.80	—	—	81.2
		100	88.8	101	84.6	79.0	87.7	80.8	87.0	7.84	9.0	
5	对-二甲苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	91.3
		100	79.4	94.0	90.0	98.5	84.9	101	91.3	8.28	9.1	
6	间-二甲苯	0	11.5	9.89	12.0	10.3	9.76	8.85	10.4	—	—	82.8
		100	81.9	107.6	86.3	91.7	96.1	95.4	93.2	8.92	10	
7	异丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	90.3
		100	75.8	97.6	85.3	91.3	98.9	92.7	90.3	8.60	10	
8	邻-二甲苯	0	5.64	4.66	6.03	6.26	5.44	5.03	5.51	—	—	84.9
		100	97.9	96.7	80.3	95.7	79.4	92.6	90.4	8.38	9.3	
9	正丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	89.8
		100	95.3	83.6	94.6	72.7	89.5	103	89.8	10.7	12	
10	苯乙烯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	87.5
		100	87.3	104	71.6	85.3	94.1	82.6	87.5	11.0	13	
11	4-溴氟苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	81.9
		100	80.9	89.0	76.3	81.7	76.0	87.8	81.9	5.51	6.7	

结论：锦州市环境监测中心站对环保脱水污泥样品进行了测定，其相对标准偏差范围在6.7~14%之间，加标回收率在75.8~91.3%之间。

从结论看，参加验证的六家实验室各自采用的实际样品的精密度和准确度测定结果能够满足方法特性指标要求。