

附件 17

《固体废物 苯系物的测定 顶空-气相色谱法（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：钟岩、丁岚、田靖、于亮、来旭国

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和存在的问题.....	5
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.....	8
3.3 本方法参照标准.....	11
4 标准制订的基本原则和技术路线.....	11
4.1 标准制订的基本原则.....	11
4.2 标准制订的技术路线.....	12
5 方法研究报告.....	12
5.1 方法研究报告的目标.....	12
5.2 方法适用范围.....	13
5.3 规范性引用文件.....	13
5.4 方法原理.....	13
5.5 试剂和材料.....	13
5.6 仪器和设备.....	13
5.7 样品.....	14
5.8 分析步骤.....	16
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.....	35
6 方法验证.....	36
6.1 方法验证方案.....	36
6.2 方法验证过程.....	39
6.3 方法验证数据取舍.....	40
7 与开题报告的差异说明.....	40
8 标准实施建议.....	40
9 标准征求意见稿技术审查情况.....	40
10 参考文献.....	44
附 1：方法验证报告.....	46

《固体废物 苯系物的测定 顶空-气相色谱法》

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；参加验证的实验室采用各自采集的实际样品进行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、精密度及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11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。

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）条款中指出，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，均属于固体废物。

2.1.2 苯系物的概念

苯系物，苯及衍生物的总称，狭义上特指苯、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、异丙苯和苯乙烯，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(°C)	沸点(°C)	外观与性状
1	苯	C ₆ H ₆	78.11	5.51	80.1	无色透明,不溶于水,有芳香气味。
2	甲苯	C ₇ H ₈	92.14	-95	110.8	无色易挥发的液体,有芳香气味。
3	乙苯	C ₈ H ₁₀	106.2	-94.9	136.2	无色液体,有芳香气味。
4	对-二甲苯	C ₈ H ₁₀	106.2	13.2	138.5	无色透明液体,有芳香气味。
5	间-二甲苯	C ₈ H ₁₀	106.2	-47.9	139.3	有芳香气味。

序号	化合物名称	分子式	分子量	熔点(°C)	沸点(°C)	外观与性状
6	异丙苯	C ₉ H ₁₂	120.19	-96	152.4	无色液体, 不溶于水, 有芳香气味。
7	邻-二甲苯	C ₈ H ₁₀	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 ₉ H ₁₂	120.19	-99	159	无色液体, 微溶于水, 有芳香气味。
9	苯乙烯	C ₈ H ₈	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、建筑装饰材料中有机溶剂、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和存在的问题

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），《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空-气相色谱法》（HJ 760-2015）。

随着化学工业和石油工业的快速发展，工业固体废物及危险废物种类越来越多，数量越来越大。零星有毒有害固体废物未纳入管理范畴，散失严重；固体废物回收利用渠道和信息不畅，并缺乏系统管理和监督，存在一定安全隐患。目前尚未制定固体废物中苯系物的监测分析方法。随着环境保护的深入发展，人们更加关心其污染问题，急需与其配套的分析方法。所以研究固体废物中苯系物的样品制备方法，对环境监测和环境污染防治具有重要意义，并为相应法律法规的制定提供科学的依据。

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

在美国，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、洗提和提取，上世纪 70 年代美国环保局将分析苯系物的技术应用于固体废物基质。

美国 EPA 对固体废物中苯系物标准分析方法的研究也在不断的建立和完善，前处理方法存在于 EPA 5000 系列中，主要有：溶剂萃取并直接进样（高浓度样品）、顶空分析（EPA 5021）、吹扫捕集（EPA 5030B）、密闭系统吹扫捕集（EPA 5035）；检测分析存在于 EPA 8000 系列中，主要是《GC/MS 方法测定挥发性有机物》（EPA 8260B 和 8260C）、《GC/FID 测定挥发性非卤代烃》（EPA8015D）、《气相色谱/光离子和电导检测器法测定挥发性芳香烃和卤代烃》（EPA 8021B）和《气相色谱/光离子检测器法测定挥发性芳香烃》（EPA 8020A）。

本方法参考EPA 5021和EPA 8021B、8015D的分析方法，见表3-1，立足国内现有仪器，

寻找实验条件，建立固体废物中苯系物标准分析方法并最终得到较好结果。

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	EPA8260B	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	EPA8260C	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	EPA8021B	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	EPA8015D	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) EPA5021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EPA8260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，每个样品采样量为2.0 g，另外采集一瓶样品用于水分测定和高浓度样品测定（如果需要）。

方法中规定了两种采样方法：一是现场加入饱和氯化钠、内标及替代物，二是采集样品后实验室加入饱和氯化钠、内标和替代物。

样品保存：样品在分析之前在4℃条件下保存，保存时间为14 d。

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

高浓度样品制备：方法规定如果采集的样品浓度超出检测范围，需要进行高浓度样品制备。制备方法是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加入到事先装有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。

样品分析方法：采用EPA8260（GC/MS）、EPA8015（GC/FID）和EPA8021（GC/PID）。

(2) EPA8260B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。适合的前处理方法为：EPA3585直接进样、EPA5030/5035吹扫捕集、EPA5021顶空、EPA5032

真空蒸馏。EPA8260B方法列出了108种化合物，其中7种是内标或替代物，适合于顶空分析的苯系物除正丙苯未提到，其余8种都有介绍。

色谱柱：美国EPA方法8260B提供了4种色谱柱，柱1：60 m × 0.75 mm × 1.5 μm，VOCOL；柱2：30-75 m × 0.53 mm × 3.0 μm，DB-624、Rt_x-502.2或VOCOL；柱3：30 m × 0.25- 0.32 mm × 1.0 μm，DB-5、Rt_x-5、SPB-5或等效柱型；柱4：60 m × 0.32 mm × 1.8 μm，DB-624或等效柱型。

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

（3）EPA8260C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种是内标或替代物。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。

色谱柱：美国EPA8260C提供了5种色谱柱，柱1：60 m × 0.32 mm × 1.5 μm，RTX-Volatiles；柱2：30-75 m × 0.53 mm × 3.0 μm，DB-624、Rt_x-502.2或VOCOL；柱3：30 m × 0.25- 0.32 mm × 1.0 μm，DB-5、Rt_x-5、SPB-5或等效柱型；柱4：60 m × 0.32 mm × 1.8 μm，Agilent-VOC或等效柱型；柱5：20 m × 0.18 mm × 1.0 μm，DB-VRX。

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

（4）EPA8021B方法主要内容

方法 EPA8021B 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。EPA8021B 前处理方法为 EPA3585 直接进样、EPA5030/5035 吹扫捕集、EPA5021 顶空、EPA5032 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℃（8 min） $\xrightarrow{4^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 180℃直至所有色谱峰流出。

（5）EPA8015D方法主要内容

方法 EPA8015D 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 种化合物，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 EPA5030/5035 吹扫捕集、EPA5021 顶空、EPA5032 真空蒸馏、EPA5031 共沸蒸馏、液体样品直接进样及 EPA3500 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℃（3 min） $\xrightarrow{8^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 220℃（15 min）；2：50℃（3 min） $\xrightarrow{6^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 170℃（4 min）；3：45℃（4 min） $\xrightarrow{12^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 220℃（3 min）；4：45℃（3 min） $\xrightarrow{12^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 275℃（12 min）；5：45℃（1 min） $\xrightarrow{5^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 100℃（3 min） $\xrightarrow{8^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 275℃（5 min）；6：110℃ $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 1750℃（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 3-2：

表3-2 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。
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 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,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 挥发性芳香烃及卤代烃的测定 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几乎所有苯系物的测定,取样量 2.0 g 置于玻璃顶空瓶中加入基体改性剂,适用于 GC 或 GC/MS 进行分析。方法列出了 58 种化合物,检测浓度范围为 10~200 µg/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,浸提剂为醋酸缓冲溶液。

方法原理: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±2 r/min,于 23±2 °C 下振荡 18±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。

方法原理：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℃，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±2 r/min，于 23±2℃下振荡 18±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，加入内标，立即密封，在往复式振荡器上以 150 次/min 的频次振荡 10 min，进行测定分析。36 种目标物的方法检出限为 0.8 μg/kg ~4 μg/kg，测定下限为 3.2 μg/kg ~16 μg/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 μg/L ~0.3 μg/L，测定下限为 0.4 μg/L ~1.2 μg/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 µg/L ~10.2 µg/L，测定下限为 2.4 µg/L ~40.8 µg/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 8021B 和《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空-气相色谱法》（HJ 760-2015）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-气相色谱法》（HJ 760-2015）标准中采用 DB-624 色谱柱，其中间-二甲苯和对二甲苯，邻-二甲苯和苯乙烯为两对难完全分离的物质，本方法中采用石英毛细管柱（30 m × 0.32 mm，膜厚 0.25 µm，聚乙二醇 20M）将间-二甲苯和对二甲苯，邻-二甲苯和苯乙烯完全分离，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-气相色谱法》（HJ 760-2015）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。

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。

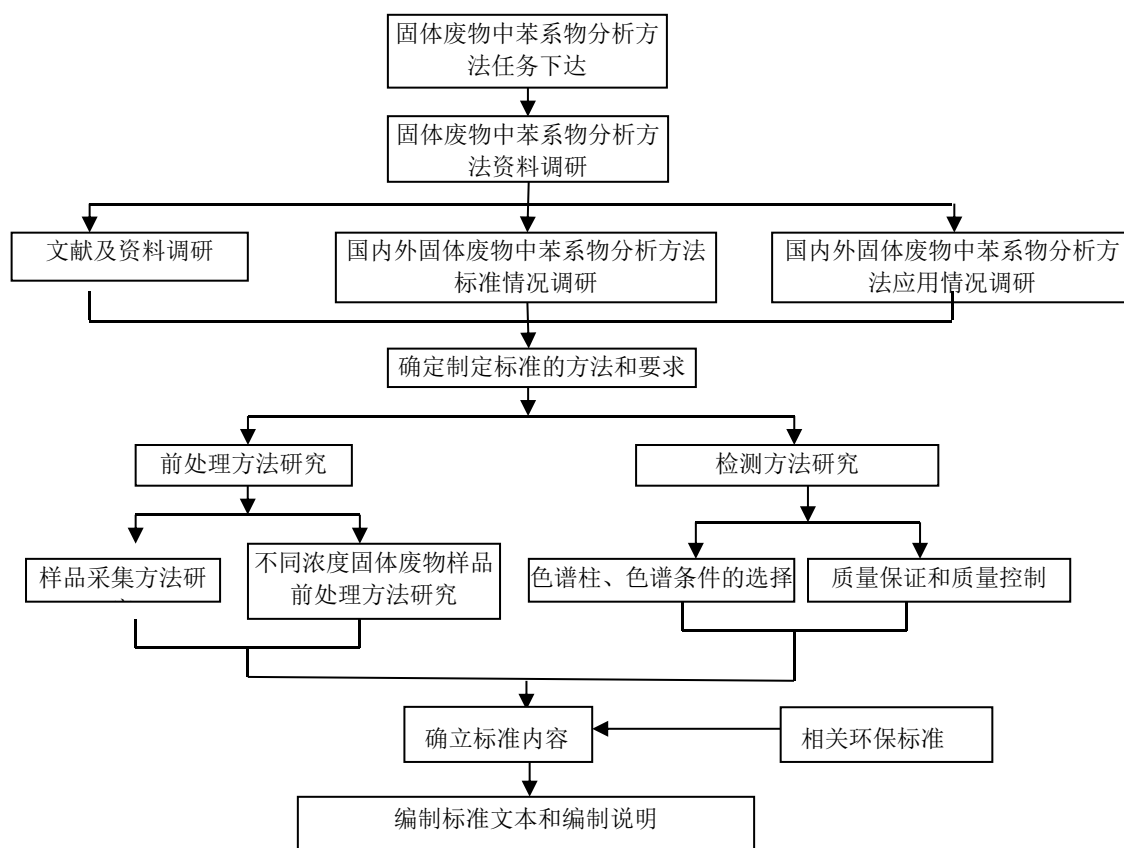


图 4-1 本标准制定的技术路线图

5 方法研究报告

5.1 方法研究报告的目标

(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 8021B 和 8015D,规定了固体废物和固体废物浸出液中苯系物的顶空-气相色谱法。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直接引用了《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 硫酸硝酸法》(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 EPA5021、EPA8015D、EPA8021B 和《固体废物 挥发性有机物的测定 顶空-气相色谱法》(HJ 760-2015)对于原理的描述。

在一定的温度下,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后,气相中的苯系物经气相色谱分离,用火焰离子化检测器检测。以保留时间定性,外标法定量。

5.5 试剂和材料

(1) 本方法规定了实验用水的制备方法与控制指标。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) 标准溶液等均为购置市售有证标准物质。

5.6 仪器和设备

仪器设备参照 EPA 5021、EPA 8015D、EPA 8021B 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 样品采集与保存

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有机试剂的地方 4℃ 下保存 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，本标准确定样品在 4℃ 下保存，保存期为 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，标准规定在没有相关污染物干扰的条件下，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 g（精确至 0.01 g），为了保证样品的代表性，每个监测点位采集 3~4 个样品。本标准规定了 2 g（精确至 0.01 g）样品量，每个监测点位均应至少采集 3 个样品。

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，二是采集样品后实验室加入饱和氯化钠溶液。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 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，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 1000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 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 2g 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℃ 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 2g（精确至 0.01 g）石英砂、10.0 ml 饱和氯化钠溶液和 10~100 μl 甲醇提取液。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 (mg/kg)	固体废物水浸出液 (μg/L)	固体废物醋酸浸出液 (μg/L)
1	苯	322	3.75×10^4	2.23×10^4
2	甲苯	267	3.10×10^4	1.85×10^4
3	乙苯	2.24	255	146
4	对-二甲苯	30.5	3.53×10^3	2.12×10^3
5	间-二甲苯	11.6	1.26×10^3	803
6	异丙苯	—	—	—
7	邻-二甲苯	109	1.25×10^4	7.53×10^3
8	正丙苯	—	—	—
9	苯乙烯	115	1.37×10^4	7.85×10^3

注：“—”表示化合物浓度小于 1 000 μg/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，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）中密封，将其带到采样现场后开封，再密封，之后随样品运回实验室，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 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 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 方法, 取 10.0 ml 浸提剂置于顶空瓶中, 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顶空/气相色谱(氢火焰离子化检测器)方法。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, 当气液固三相间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

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 各种顶空密封垫的特性指标

密封垫类型	最高使用温度 $^{\circ}\text{C}$	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

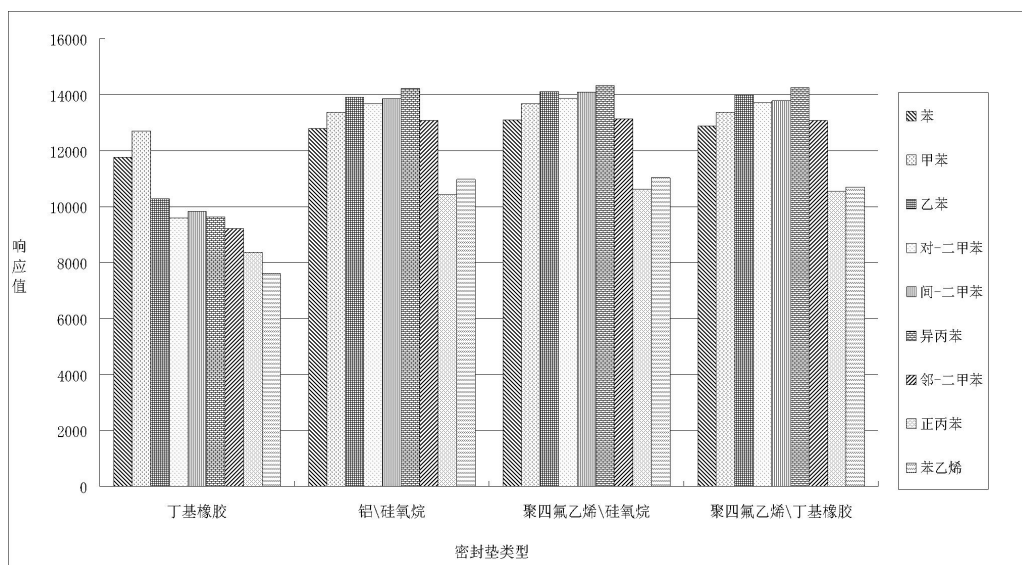


图 5-1 顶空密封垫的选择

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 EPA5021 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。

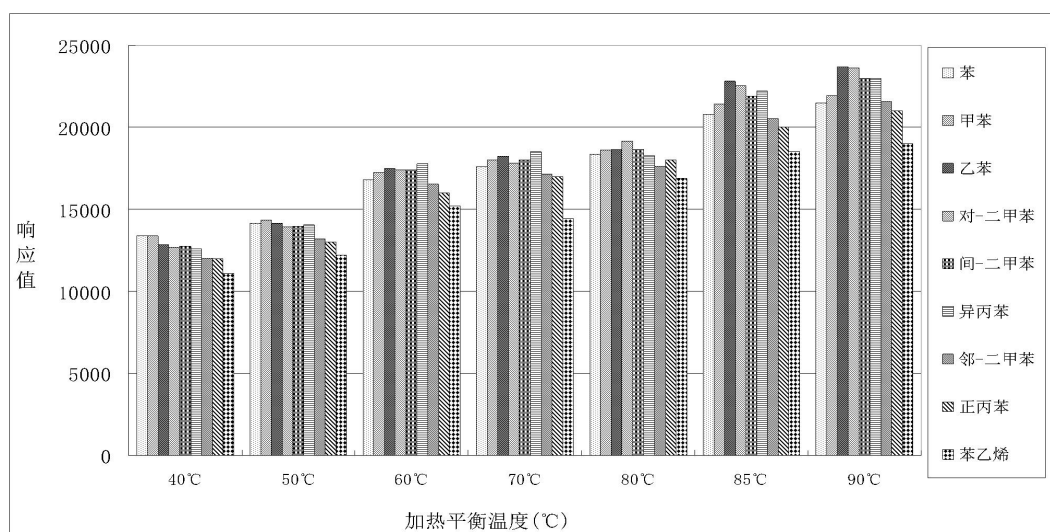


图 5-2 顶空加热平衡温度的确定

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 顶空加热平衡时间的确定

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。

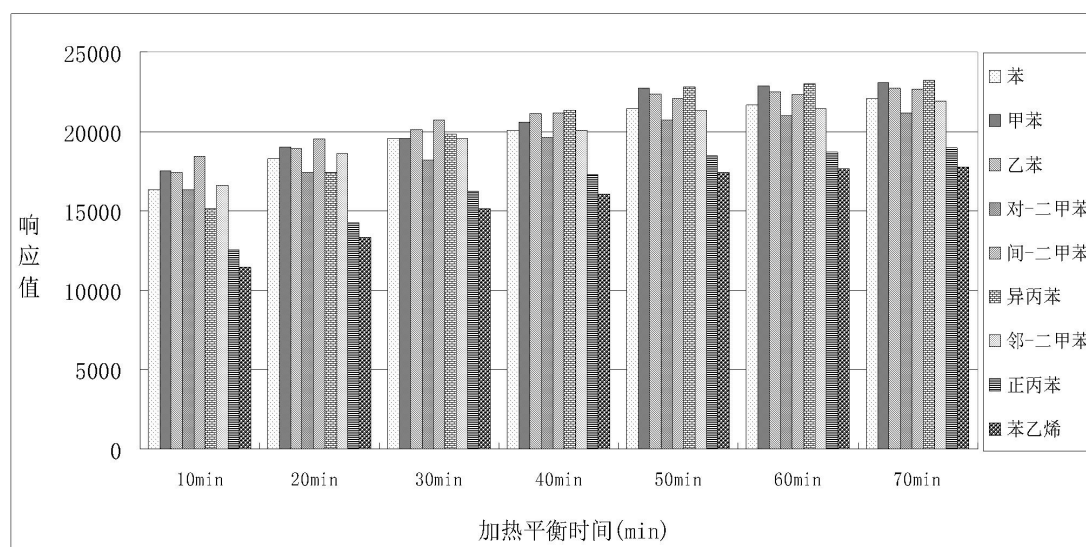


图 5-3 顶空加热平衡时间的确定

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

采样针温度高于加热平衡温度 10~20℃即可，实验用采样针温度为 100℃。

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℃，以防止样品吸附和冷凝，实验用传输线温度为 110℃。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

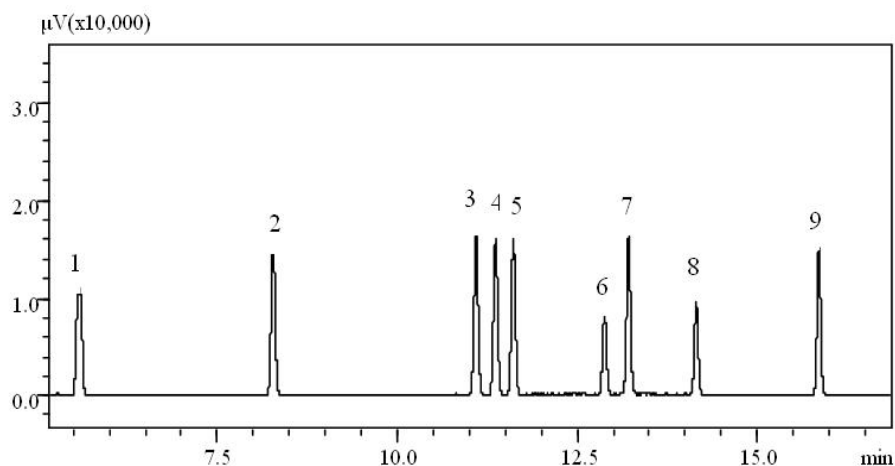
一般压力化平衡时间为 1~3 min，本实验选择 1 min。

以上研究确定顶空进样器参考条件为：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 0.32mm 的石英毛细管柱；压力化平衡时间 1 min。

5.8.2 气相色谱分析条件的确定

色谱条件的选择：根据美国 EPA8260B 和 EPA8260C 提供的色谱柱信息，及国内分析苯系物常用色谱柱。本方法推荐色谱柱为：30 m × 0.32 mm × 0.25 μm (PEG20M)，9 种苯系物在色谱柱上的标准色谱图见图 5-4。

其它色谱条件参照 EPA 8260C 和 EPA 8015D。



1-苯；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。

图 5-4 9 种苯系物标准色谱图

气相色谱仪参考条件为：

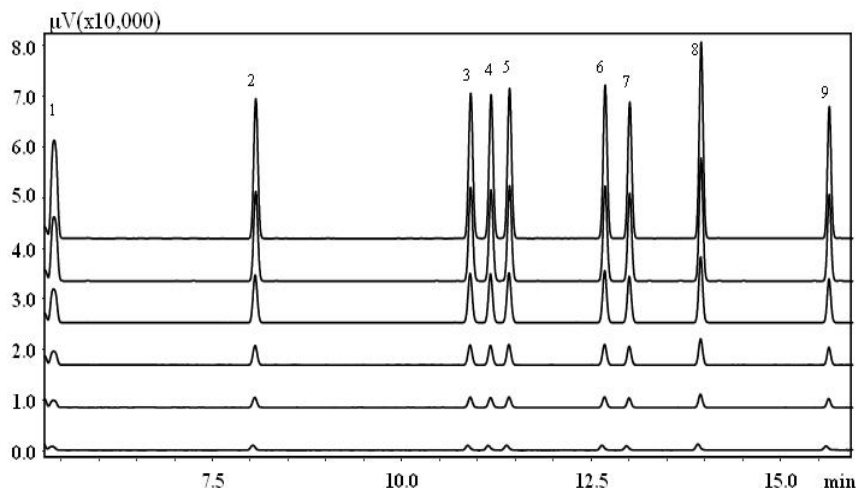
程序升温：40℃（保持 6 min） $\xrightarrow{5^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 110℃（保持 1 min） $\xrightarrow{6^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 200℃（保持 3 min）；
进样口温度：220℃；检测器温度：240℃；载气：氮气；柱流量：1.0 ml/min；氢气流量：40 ml/min；空气流量：400 ml/min；进样方式：分流进样；分流比：10：1。

5.8.3 工作曲线绘制

5.8.3.1 固体废物的工作曲线绘制

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。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。

向 6 支顶空瓶（22 ml）中依次加入 2 g（精确至 0.01 g）石英砂、10.0 ml 饱和氯化钠溶液，再向各瓶中加入一定量的标准使用液，立即密封，配置 6 点不同浓度系列的工作曲线，9 种苯系物 6 点工作曲线分别为 0.05 μg、0.10 μg、0.20 μg、0.50 μg、1.00 μg 和 1.50 μg。将配制好的标准系列样品在往复式振荡器上以 150 次/min 的频率振荡 10 min，按照仪器参考条件，由低浓度到高浓度依次进样分析，以目标化合物质量（μg）为横坐标，峰面积或峰高为纵坐标，绘制工作曲线。目标化合物保留时间和相关系数见表 5-3。



1-苯；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。

图 5-5 9 种苯系物 6 点工作曲线标准色谱图

表 5-3 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	5.584	$y=0.00167x-0.198$	0.9996
2	甲苯	toluene	8.280	$y=0.00160x-3.02$	0.9981
3	乙苯	ethylbenzene	11.094	$y=0.00150x-0.137$	0.9997
4	对-二甲苯	m-xylene	11.400	$y=0.00158x-0.535$	0.9999
5	间-二甲苯	p-xylene	11.654	$y=0.00164x-3.54$	0.9987
6	异丙苯	Isopropylbenzene	12.882	$y=0.00334x-6.60$	0.9970
7	邻-二甲苯	o-xylene	13.215	$y=0.00169x-2.35$	0.9996
8	正丙苯	n-Propylbenzene	14.153	$y=0.00287x-8.50$	0.9946
9	苯乙烯	styrene	15.856	$y=0.00184x-3.94$	0.9995

5.8.3.2 固体废物浸出液的工作曲线绘制

分别向 6 支顶空瓶 (22 ml) 中加入 10.0ml 浸提剂, 再向各瓶中加入一定量的标准使用液, 立即密封, 9 种苯系物 6 点工作曲线浓度为 5.00 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、50.0 μg/L、100 μg/L 和 150 μg/L。按照仪器参考条件, 由低浓度到高浓度依次进样分析, 以目标化合物浓度 (μg/L) 为横坐标, 峰面积或峰高为纵坐标, 绘制工作曲线。

5.8.4 测定

将制备好的试样置于顶空进样器上, 按照与绘制工作曲线相同的仪器参考条件进行测定。

5.8.5 空白试验

将制备好的空白试样置于顶空进样器上, 按照与试样测定相同的仪器参考条件进行测

定。

5.8.6 干扰实验

(1) 卤代烃

本实验向顶空瓶中加入 2 g (精确至 0.01 g) 石英砂和 10.0 ml 饱和氯化钠溶液, 然后加入苯系物标液 (浓度为 0.100 mg/L) 和卤代烃标液 (浓度为 0.100 mg/L), 参照仪器条件, 进行测定分析。色谱图见图 5-6。

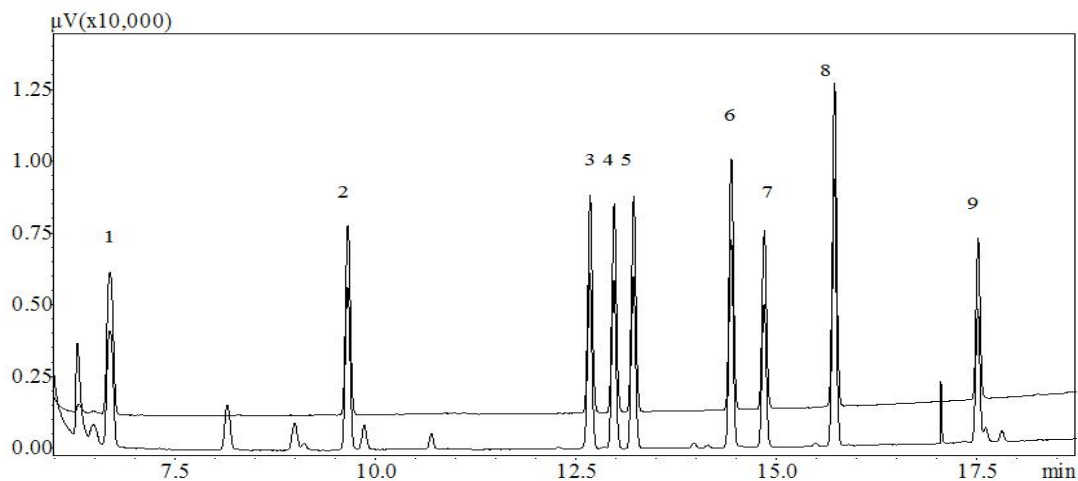


图 5-6 苯系物标准色谱图和苯系物+卤代烃标准色谱图的对照图

注: 卤代烃组分为氯乙烯、顺-1, 2-二氯乙烯、1, 1-二氯乙烯、反-1, 2-二氯乙烯、四氯化碳、1, 1, 1-三氯乙烷、1, 2-二氯乙烯、二氯甲烷、三氯乙烯、四氯乙烯、氯仿、1, 2-二氯丙烷、1, 2-二氯乙烷、溴二氯甲烷、1, 2-二溴乙烷、1, 1, 1, 2-四氯乙烷、1, 1, 2-三氯乙烷、二溴氯甲烷、溴仿、1, 2, 3-三氯丙烷、六氯丁二烯、1, 1, 2, 2-四氯乙烷。

(2) 硝基苯类化合物

本实验向顶空瓶中加入 2 g (精确至 0.01 g) 石英砂和 10.0 ml 饱和氯化钠溶液, 然后加入苯系物标液 (浓度为 0.100 mg/L) 和硝基苯类化合物标液 (浓度为 0.100 mg/L), 参照仪器条件, 进行测定分析。色谱图见图 5-7。

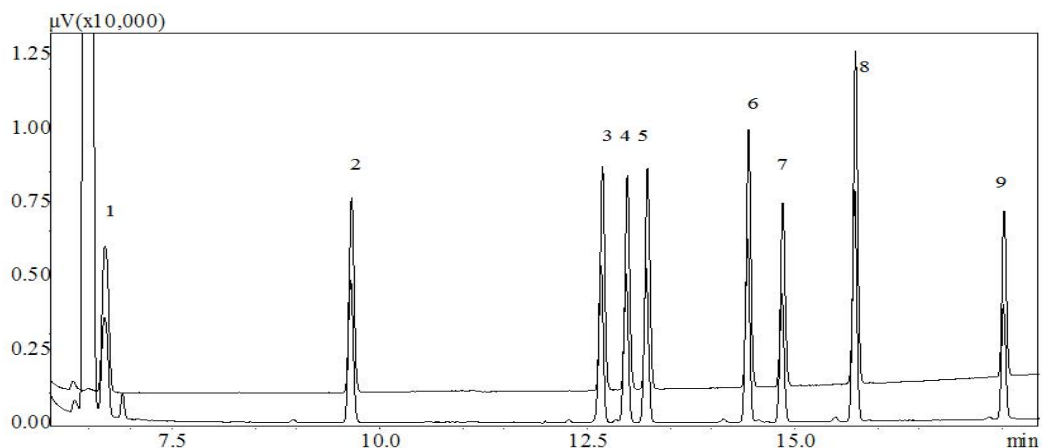


图 5-7 苯系物标准色谱图和苯系物+硝基苯类标准色谱图的对照图

注：硝基苯类组分为硝基苯、间-硝基氯苯、对-硝基氯苯、邻-硝基氯苯、对-二硝基苯、间-二硝基苯、邻-二硝基苯、2, 4-二硝基甲苯、2, 4-二硝基氯苯、2, 4, 6-三硝基甲苯。

(3) 氯苯类化合物

本实验向顶空瓶中加入 2 g（精确至 0.01 g）石英砂和 10.0 ml 饱和氯化钠溶液，然后加入苯系物标液（浓度为 0.100 mg/L）和氯苯类化合物标液（浓度为 0.100 mg/L），参照仪器条件，进行测定分析。色谱图见图 5-8。

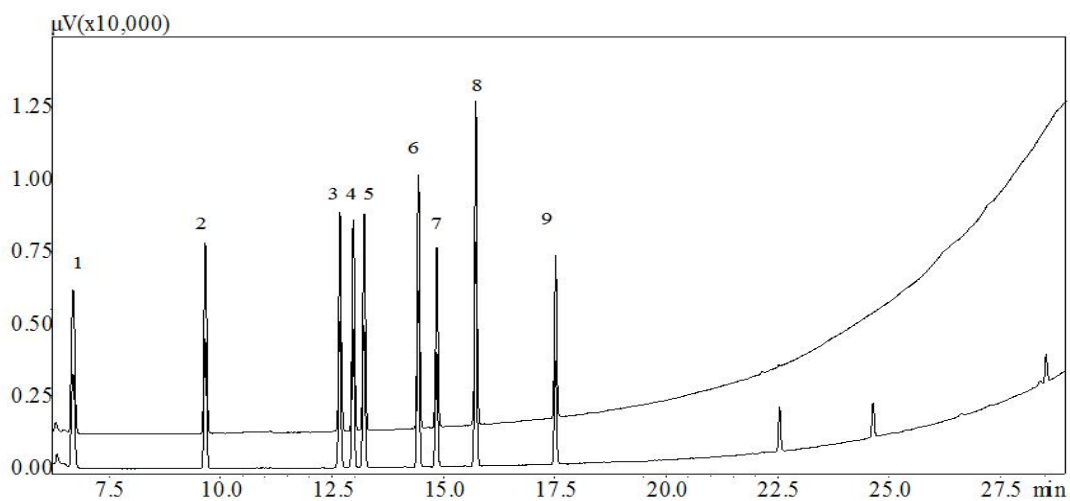


图 5-8 苯系物标准色谱图和苯系物+氯苯类标准色谱图的对照图

注：氯苯类组分为 1, 2-二氯苯、1, 4-二氯苯、1, 3-二氯苯。

表 5-4 干扰实验结果

化合物	未加干扰组分	加入卤代烃		加入硝基苯类		加入氯苯类	
	响应值	响应值	相对偏差 %	响应值	相对偏差 %	响应值	相对偏差 %

苯	18714	17597	3.1	17323	3.9	18323	1.1
甲苯	20042	19346	1.8	18839	3.1	19337	1.8
乙苯	21662	20371	3.1	19579	5.1	20133	3.7
对-二甲苯	20352	19742	1.5	18428	5.0	19921	1.1
间-二甲苯	20965	19431	3.8	19116	4.6	20551	1.0
异丙苯	23857	23427	0.9	22825	2.2	23672	0.4
邻-二甲苯	16524	15835	2.1	15186	4.2	16555	-0.1
正丙苯	29693	29239	0.8	28558	1.9	29380	0.5
苯乙烯	13684	13103	2.2	12716	3.7	13908	-0.8

结果见图 5-6 至图 5-8 和表 5-4, 加入干扰组分后, 9 种苯系物与干扰组分能完全分离。未加入干扰组分目标物响应值与加入干扰组分后目标物响应值的相对偏差范围在 -0.8~5.1%之间。

卤代烃与苯系物按照沸点分类同属于挥发性有机物范畴, 但卤代烃在 FID 检测器上的响应值较小; 硝基苯类化合物虽含有苯环, 但其属于半挥发性有机物范畴, 沸点高于苯系物; 氯苯类化合物虽含有苯环, 也属于挥发性有机物范畴, 但其沸点较高于苯系物, 在目标化合物之后出现色谱峰。所以, 卤代烃、硝基苯类化合物和氯苯类化合物对苯系物的测定均不产生干扰。

5.9 结果计算与表示

5.9.1 结果计算

本标准按照 HJ168 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内容。

5.9.2 结果表示

测定结果小数位数和方法检出限保持一致, 最多保留三位有效数字。

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: $MDL=t_{(n-1, 0.99)} \times S$ (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 0.010 mg/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 固体废物检出限及测定下限

单位：(mg/kg)

序号	化合物名称	测定值							均值	S	检出限	测定下限
		1	2	3	4	5	6	7				
1	苯	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010	0.011	0.009	0.0007	0.002	0.008
2	间-二甲苯	0.007	0.009	0.007	0.010	0.008	0.008	0.009	0.008	0.0010	0.003	0.012
3	乙苯	0.009	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.0007	0.002	0.008
4	对-二甲苯	0.009	0.010	0.010	0.011	0.011	0.010	0.011	0.010	0.0007	0.002	0.008
5	间-二甲苯	0.009	0.010	0.009	0.011	0.011	0.010	0.012	0.010	0.0009	0.003	0.012
6	异丙苯	0.009	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.011	0.010	0.0007	0.002	0.008
7	邻-二甲苯	0.010	0.009	0.010	0.010	0.012	0.010	0.010	0.010	0.0007	0.002	0.008
8	正丙苯	0.007	0.011	0.009	0.009	0.008	0.011	0.010	0.009	0.0015	0.005	0.020
9	苯乙烯	0.008	0.011	0.012	0.011	0.010	0.011	0.011	0.010	0.0010	0.003	0.012

表 5-5 表明，固体废物检出限在 0.002~0.005 mg/kg 之间，测定下限在 0.008~0.020mg/kg 之间。

测定含量为 2.00 µg/L 的实验室固体废物水浸提剂加标样品，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。

表 5-6 固体废物水浸出液检出限及测定下限

单位：

(µg/L)

序号	化合物名称	测定值							均值	S	检出限	测定下限
		1	2	3	4	5	6	7				
1	苯	2.06	1.79	1.80	2.21	1.93	2.07	2.19	2.01	0.170	0.5	2.0
2	间-二甲苯	1.65	1.69	1.46	2.14	1.64	1.68	1.84	1.72	0.213	0.7	2.8
3	乙苯	2.23	1.97	1.88	2.33	2.06	2.09	2.17	2.08	0.157	0.5	2.0
4	对-二甲苯	1.99	1.84	1.73	2.07	1.94	1.84	1.92	1.92	0.112	0.4	1.6
5	间-二甲苯	2.03	1.86	1.71	2.28	1.95	1.90	2.12	1.98	0.184	0.6	2.4
6	异丙苯	2.20	2.04	1.90	2.32	2.09	1.94	2.13	2.09	0.148	0.5	2.0
7	邻-二甲苯	2.01	1.82	1.92	2.32	2.26	1.91	2.02	2.04	0.186	0.6	2.4
8	正丙苯	2.63	2.49	2.17	2.83	1.89	2.49	2.23	2.39	0.316	1.0	4.0
9	苯乙烯	1.93	2.09	2.20	2.08	1.87	2.02	1.98	2.04	0.112	0.4	1.6

表 5-6 表明，固体废物水浸出液检出限在 0.4~1.0 µg/L 之间，测定下限在 1.6~4.0 µg/L 之间。

测定含量为 2.00 µg/L 的实验室固体废物醋酸浸提剂加标样品，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 5-7。

表 5-7 固体废物醋酸浸出液检出限及测定下限

单位: ($\mu\text{g/L}$)

序号	化合物名称	测定值							均值	S	检出限	测定下限
		1	2	3	4	5	6	7				
1	苯	1.89	1.95	2.09	1.87	2.03	2.12	2.24	2.03	0.134	0.4	1.6
2	间-二甲苯	1.55	2.06	2.11	1.87	1.85	1.95	2.02	1.92	0.187	0.6	2.4
3	乙苯	1.81	1.87	1.91	1.97	2.05	2.22	2.23	2.01	0.167	0.5	2.0
4	对-二甲苯	1.66	1.95	1.90	1.83	2.06	2.19	2.32	1.99	0.221	0.7	2.8
5	间-二甲苯	1.65	1.87	1.91	2.03	2.03	2.16	2.18	1.98	0.182	0.6	2.4
6	异丙苯	1.66	1.79	1.95	1.99	2.20	2.14	2.18	1.99	0.204	0.6	2.4
7	邻-二甲苯	1.75	1.89	1.92	1.89	1.99	2.04	2.14	1.94	0.124	0.4	1.6
8	正丙苯	1.94	1.83	1.81	2.40	2.24	2.13	2.00	2.05	0.218	0.7	2.8
9	苯乙烯	1.71	2.07	2.06	2.11	2.04	2.04	2.22	2.03	0.155	0.5	2.0

表 5-7 表明, 固体废物醋酸浸出液检出限在 $0.4\sim 0.7\ \mu\text{g/L}$ 之间, 测定下限在 $1.6\sim 2.8\ \mu\text{g/L}$ 之间。

5.11 精密度和准确度

5.11.1 测定固体废物的精密度

称取 $2\ \text{g}$ (精确至 $0.01\ \text{g}$) 石英砂, 置于顶空瓶中, 迅速向顶空瓶中加入 $10.0\ \text{ml}$ 饱和氯化钠溶液, 配制 $0.025\ \text{mg/kg}$ 、 $0.100\ \text{mg/kg}$ 和 $0.500\ \text{mg/kg}$ 三个浓度级别的标准溶液, 立即密封, 在往复式振荡器上以 $150\ \text{次}/\text{min}$ 的频率振荡 $10\ \text{min}$, 得到不同浓度水平的空白加标样品。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。测定结果见表 5-8 至表 5-10。

表 5-8 固体废物空白加标浓度 $0.025\ \text{mg/kg}$ 的精密度测定结果

序号	组分名称	含量 1 ($0.025\ \text{mg/kg}$)						平均值 (mg/kg)	S (mg/kg)	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	苯	0.025	0.025	0.025	0.027	0.026	0.025	0.025	0.0008	3.2
2	甲苯	0.023	0.024	0.023	0.022	0.023	0.023	0.023	0.0005	2.3
3	乙苯	0.029	0.028	0.028	0.028	0.030	0.029	0.029	0.0007	2.3
4	对-二甲苯	0.031	0.029	0.030	0.029	0.031	0.031	0.030	0.0010	3.4
5	间-二甲苯	0.030	0.028	0.030	0.029	0.029	0.030	0.029	0.0008	2.8
6	异丙苯	0.030	0.029	0.030	0.029	0.030	0.030	0.030	0.0005	1.6
7	邻-二甲苯	0.030	0.029	0.029	0.029	0.028	0.030	0.029	0.0007	2.5
8	正丙苯	0.026	0.025	0.026	0.026	0.027	0.026	0.026	0.0004	1.5
9	苯乙烯	0.024	0.025	0.025	0.025	0.026	0.024	0.025	0.0008	3.1

表5-9 固体废物空白加标浓度0.100 mg/kg的精密度测定结果

序号	组分名称	含量 2 (0.100 mg/kg)						平均值 (mg/kg)	S (mg/kg)	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	苯	0.108	0.108	0.109	0.105	0.108	0.108	0.107	0.001	1.0
2	甲苯	0.109	0.110	0.109	0.105	0.105	0.108	0.108	0.002	1.9
3	乙苯	0.113	0.112	0.113	0.108	0.105	0.108	0.110	0.003	2.9
4	对-二甲苯	0.108	0.108	0.110	0.108	0.106	0.108	0.108	0.001	1.2
5	间-二甲苯	0.109	0.110	0.111	0.107	0.105	0.106	0.108	0.002	2.2
6	异丙苯	0.113	0.113	0.112	0.106	0.102	0.105	0.109	0.005	4.5
7	邻-二甲苯	0.108	0.109	0.109	0.105	0.105	0.106	0.107	0.002	1.9
8	正丙苯	0.100	0.101	0.101	0.097	0.101	0.103	0.101	0.002	2.0
9	苯乙烯	0.086	0.083	0.087	0.084	0.084	0.085	0.085	0.001	1.6

表5-10 固体废物空白加标浓度0.500 mg/kg的精密度测定结果

序号	组分名称	含量 3 (0.500 mg/kg)						平均值 (mg/kg)	S (mg/kg)	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	苯	0.487	0.485	0.485	0.508	0.479	0.490	0.489	0.010	2.1
2	甲苯	0.483	0.485	0.481	0.503	0.475	0.483	0.485	0.010	2.0
3	乙苯	0.484	0.488	0.479	0.488	0.464	0.479	0.480	0.009	1.9
4	对-二甲苯	0.479	0.485	0.474	0.478	0.455	0.466	0.473	0.011	2.3
5	间-二甲苯	0.471	0.474	0.468	0.486	0.460	0.467	0.471	0.009	1.9
6	异丙苯	0.470	0.474	0.461	0.480	0.455	0.466	0.468	0.009	1.9
7	邻-二甲苯	0.474	0.473	0.467	0.485	0.458	0.463	0.470	0.009	2.0
8	正丙苯	0.454	0.456	0.451	0.470	0.443	0.444	0.453	0.010	2.1
9	苯乙烯	0.422	0.417	0.405	0.396	0.371	0.361	0.395	0.025	6.2

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6.2%以内。

分别对污水处理厂底泥、焦油固废、化工厂底泥等固体废物样品进行了加标浓度为0.100 mg/kg的加标样品测定，每个样品做6个加标平行样，得到的结果分别计算平均值、标准偏差、相对标准偏差。测定结果见表5-11至表5-13。

表5-11 污水处理厂底泥加标精密度测定结果

序号	组分名称	污水处理厂底泥加标浓度为 0.100 mg/kg						平均值 (mg/kg)	S (mg/kg)	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	苯	0.078	0.088	0.080	0.083	0.101	0.090	0.087	0.008	9.8
2	甲苯	0.111	0.121	0.086	0.108	0.108	0.113	0.108	0.012	11
3	乙苯	0.134	0.138	0.109	0.138	0.126	0.123	0.128	0.011	8.7

序号	组分名称	污水处理厂底泥加标浓度为 0.100 mg/kg								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (mg/kg)	S (mg/kg)	RSD (%)
4	对-二甲苯	0.058	0.057	0.045	0.056	0.055	0.056	0.055	0.005	8.5
5	间-二甲苯	0.076	0.073	0.067	0.075	0.078	0.072	0.074	0.004	5.3
6	异丙苯	0.072	0.069	0.068	0.080	0.084	0.081	0.076	0.007	8.9
7	邻-二甲苯	0.061	0.061	0.053	0.061	0.057	0.058	0.059	0.003	5.3
8	正丙苯	0.065	0.082	0.084	0.078	0.083	0.079	0.078	0.007	8.8
9	苯乙烯	0.060	0.064	0.065	0.079	0.068	0.071	0.068	0.007	9.7

表5-12 焦油固废加标精密度测定结果

序号	组分名称	焦油固废加标浓度为 0.100 mg/kg								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (mg/kg)	S (mg/kg)	RSD (%)
1	苯	0.066	0.060	0.080	0.076	0.072	0.080	0.072	0.008	11
2	甲苯	0.253	0.201	0.258	0.247	0.291	0.293	0.257	0.034	13
3	乙苯	0.203	0.220	0.177	0.208	0.224	0.203	0.206	0.017	8.0
4	对-二甲苯	0.073	0.051	0.068	0.072	0.072	0.059	0.066	0.009	14
5	间-二甲苯	0.058	0.047	0.063	0.062	0.057	0.053	0.057	0.006	11
6	异丙苯	0.076	0.058	0.081	0.077	0.075	0.081	0.075	0.009	11
7	邻-二甲苯	0.066	0.055	0.073	0.068	0.070	0.072	0.067	0.007	9.9
8	正丙苯	0.062	0.041	0.067	0.063	0.064	0.062	0.060	0.010	16
9	苯乙烯	0.065	0.038	0.065	0.062	0.069	0.066	0.061	0.012	19

表5-13 化工厂底泥加标精密度测定结果

序号	组分名称	化工厂底泥加标浓度为 0.100 mg/kg								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (mg/kg)	S (mg/kg)	RSD (%)
1	苯	0.077	0.070	0.068	0.076	0.066	0.070	0.071	0.004	6.2
2	甲苯	0.097	0.110	0.105	0.103	0.101	0.117	0.105	0.007	6.8
3	乙苯	0.088	0.077	0.105	0.081	0.105	0.100	0.093	0.012	13
4	对-二甲苯	0.075	0.074	0.080	0.072	0.070	0.106	0.080	0.013	17
5	间-二甲苯	0.064	0.072	0.074	0.070	0.069	0.067	0.069	0.004	5.5
6	异丙苯	0.059	0.066	0.066	0.065	0.062	0.060	0.063	0.003	4.6
7	邻-二甲苯	0.077	0.065	0.068	0.071	0.063	0.063	0.068	0.005	7.8
8	正丙苯	0.063	0.041	0.054	0.054	0.048	0.056	0.053	0.007	14
9	苯乙烯	0.059	0.068	0.055	0.056	0.052	0.053	0.057	0.006	10

表5-11至表5-13表明，固体废物基体加标精密度均在19%以内。

5.11.2 测定固体废物浸出液的精密度

分别对水浸提剂和醋酸浸提剂进行了加标浓度为标浓度为5.00 μg/L、20.0 μg/L、100 μg/L

的加标样品测定，每个样品做6个加标平行样，得到的结果分别计算平均值、标准偏差、相对标准偏差。测定结果见表5-14至表5-19。

表5-14 水浸提剂加标浓度5.00 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	水浸提剂加标浓度 5.00 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	4.58	4.69	4.68	3.94	3.98	4.84	4.45	0.392	8.8
2	甲苯	4.77	3.99	4.16	4.04	4.04	3.95	4.16	0.308	7.4
3	乙苯	4.47	4.68	4.63	5.00	4.69	4.92	4.73	0.195	4.1
4	对-二甲苯	4.36	3.60	4.74	4.86	4.47	3.67	4.28	0.533	12
5	间-二甲苯	4.49	4.68	4.66	4.91	4.67	4.76	4.69	0.136	2.9
6	异丙苯	4.24	4.51	4.48	4.62	4.44	4.64	4.49	0.145	3.2
7	邻-二甲苯	4.48	4.36	4.63	4.81	4.46	4.66	4.57	0.165	3.6
8	正丙苯	4.22	4.11	4.55	4.28	4.06	4.19	4.24	0.173	4.1
9	苯乙烯	5.01	4.11	4.55	4.39	4.31	4.38	4.46	0.308	6.9

表5-15 醋酸浸提剂加标浓度5.00 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	醋酸浸提剂加标浓度 5.00 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	5.03	4.94	4.96	4.36	5.19	5.03	4.92	0.287	5.8
2	甲苯	4.62	4.72	4.51	4.43	4.67	5.42	4.73	0.355	7.5
3	乙苯	5.79	5.69	5.29	5.63	6.01	5.79	5.70	0.240	4.2
4	对-二甲苯	6.24	5.88	5.99	5.79	6.23	6.24	6.06	0.203	3.4
5	间-二甲苯	6.00	5.17	5.98	5.86	5.89	6.00	5.82	0.322	5.5
6	异丙苯	6.00	5.09	5.95	5.89	6.25	6.00	5.86	0.399	6.8
7	邻-二甲苯	6.02	5.03	5.07	5.85	5.69	6.02	5.61	0.454	8.1
8	正丙苯	5.21	5.09	5.14	5.20	4.32	5.21	5.03	0.351	7.0
9	苯乙烯	4.83	5.04	4.98	5.08	5.24	4.03	4.87	0.429	8.8

表5-16 水浸提剂加标浓度20.0 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	水浸提剂加标浓度 20.0 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	21.8	24.4	21.5	21.4	22.3	22.3	22.3	1.12	5.0
2	甲苯	20.4	22.9	19.4	20.7	19.8	19.0	20.4	1.36	6.7
3	乙苯	20.6	23.0	20.7	20.5	21.4	21.2	21.2	0.955	4.5
4	对-二甲苯	20.3	22.7	20.3	20.8	21.0	20.9	21.0	0.889	4.2
5	间-二甲苯	20.1	21.3	20.6	20.3	20.8	20.8	20.7	0.428	2.1
6	异丙苯	20.8	21.7	20.0	20.2	21.2	20.8	20.8	0.621	3.0

序号	组分名称	水浸提剂加标浓度 20.0 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
7	邻-二甲苯	20.5	21.8	20.8	20.7	20.9	21.5	21.1	0.510	2.4
8	正丙苯	19.9	21.1	20.4	20.5	21.8	21.8	20.9	0.779	3.7
9	苯乙烯	20.0	22.8	25.2	24.1	24.4	25.2	23.6	1.97	8.3

表5-17 醋酸浸提剂加标浓度20.0 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	醋酸浸提剂加标浓度 20.0 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	24.6	21.7	19.6	20.3	20.7	19.7	21.1	1.89	8.9
2	甲苯	20.3	20.7	20.7	18.5	20.9	20.1	20.2	0.883	4.4
3	乙苯	20.5	21.1	18.7	21.6	19.2	21.4	20.4	1.19	5.8
4	对-二甲苯	20.5	21.2	19.2	20.9	19.3	18.2	19.9	1.18	5.9
5	间-二甲苯	20.8	21.1	20.8	20.3	16.4	19.3	19.8	1.80	9.1
6	异丙苯	20.5	25.4	19.3	19.3	24.1	25.4	22.3	2.97	13
7	邻-二甲苯	21.0	17.7	20.8	21.2	16.5	17.0	19.0	2.19	12
8	正丙苯	19.9	16.5	18.7	17.2	20.9	16.7	18.3	1.82	10
9	苯乙烯	24.2	21.2	19.2	17.8	20.5	16.9	20.0	2.61	13

表5-18 水浸提剂加标浓度100 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	水浸提剂加标浓度 100 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	97.4	97.1	96.9	101.7	95.9	98.0	97.8	2.02	2.1
2	甲苯	96.6	97.0	96.2	100.6	94.9	96.5	97.0	1.92	2.0
3	乙苯	96.7	97.6	95.8	97.6	92.8	95.9	96.1	1.78	1.9
4	对-二甲苯	95.7	96.9	94.9	95.5	91.0	93.3	94.5	2.13	2.3
5	间-二甲苯	94.3	94.9	93.6	97.3	91.9	93.4	94.2	1.79	1.9
6	异丙苯	94.0	94.8	92.2	95.9	91.1	93.3	93.5	1.75	1.9
7	邻-二甲苯	94.9	94.6	93.5	97.0	91.6	92.7	94.0	1.89	2.0
8	正丙苯	90.7	91.2	90.3	94.0	88.7	88.9	90.6	1.95	2.1
9	苯乙烯	84.4	83.4	86.9	89.2	84.2	82.2	85.0	2.55	3.0

表5-19 醋酸浸提剂加标浓度100 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	醋酸浸提剂加标浓度 100 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	90.9	91.5	94.3	91.6	91.9	95.2	92.5	1.74	1.9
2	甲苯	89.6	91.5	92.5	90.0	82.9	92.4	89.8	3.60	4.0

序号	组分名称	醋酸浸提剂加标浓度 100 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
3	乙苯	81.0	83.4	82.2	81.3	85.7	83.3	82.8	1.73	2.1
4	对-二甲苯	89.9	82.1	80.9	89.6	84.1	81.6	84.7	4.06	4.8
5	间-二甲苯	88.9	81.3	80.2	88.8	83.6	80.9	83.9	3.95	4.7
6	异丙苯	86.6	89.1	87.9	86.5	82.5	88.3	86.8	2.34	2.7
7	邻-二甲苯	85.6	87.9	87.3	85.3	90.0	87.9	87.3	1.73	2.0
8	正丙苯	82.7	85.0	85.2	83.2	85.6	85.6	84.5	1.27	1.5
9	苯乙烯	81.7	85.1	84.7	91.9	85.0	84.6	85.5	3.39	4.0

表5-14至表5-19表明，固体废物水浸提剂加标和醋酸浸提剂加标精密度均在13%以内。

对污水处理厂底泥固体废物水浸出液样品和醋酸浸出液样品进行了加标浓度为5.00 µg/L、20.0 µg/L的加标样品测定，每个样品做6个加标平行样，得到的结果分别计算平均值、标准偏差、相对标准偏差。测定结果见表5-20至表5-23。

表5-20 固体废物水浸出液加标浓度5.00 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	水浸出液加标浓度 5.00 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	5.30	4.92	6.04	5.50	5.19	4.52	5.24	0.517	11
2	甲苯	7.69	6.40	7.20	6.93	5.88	7.70	6.97	0.723	9.4
3	乙苯	10.8	9.60	10.0	9.91	10.7	9.14	10.0	0.631	6.9
4	对-二甲苯	5.21	4.94	4.39	5.19	5.09	4.48	4.88	0.362	8.1
5	间-二甲苯	5.28	4.98	5.13	5.62	6.03	5.06	5.35	0.404	8.0
6	异丙苯	4.29	4.23	4.67	4.37	5.11	4.88	4.59	0.355	7.3
7	邻-二甲苯	4.85	4.96	4.80	4.08	4.85	4.70	4.71	0.319	6.8
8	正丙苯	4.32	4.23	4.71	4.41	4.23	4.38	4.38	0.176	4.0
9	苯乙烯	5.07	4.77	5.01	4.29	4.34	4.93	4.74	0.342	6.9

表5-21 固体废物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	醋酸浸出液加标浓度 5.00 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	5.19	5.35	4.81	4.79	5.00	4.94	5.01	0.219	4.4
2	甲苯	6.04	7.86	7.71	6.49	7.86	6.07	7.01	0.899	15
3	乙苯	8.02	8.71	7.98	8.92	8.55	7.80	8.33	0.456	5.8
4	对-二甲苯	4.91	4.33	5.07	4.34	4.25	4.34	4.54	0.355	8.2
5	间-二甲苯	3.56	4.29	4.02	4.76	3.89	3.88	4.07	0.416	11
6	异丙苯	3.85	3.96	3.80	4.08	4.85	4.70	4.21	0.453	9.6

序号	组分名称	醋酸浸出液加标浓度 5.00 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
7	邻-二甲苯	4.57	4.72	3.85	3.83	5.85	5.62	4.74	0.856	15
8	正丙苯	4.96	4.17	3.92	3.89	5.89	5.62	4.74	0.881	16
9	苯乙烯	5.57	4.25	5.01	4.94	4.50	6.32	5.10	0.751	12

表5-22 固体废物水浸出液加标浓度20.0 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	水浸出液加标浓度 20.0 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	24.8	21.7	21.5	21.4	22.3	22.3	22.3	1.28	5.7
2	甲苯	28.1	20.7	23.4	20.7	19.8	27.0	23.3	3.54	13
3	乙苯	26.5	31.1	20.7	28.5	27.4	31.2	27.6	3.86	12
4	对-二甲苯	16.5	21.0	20.3	20.8	21.0	22.9	20.4	2.12	9.2
5	间-二甲苯	16.8	21.0	20.6	20.3	20.8	21.8	20.2	1.76	8.1
6	异丙苯	20.5	25.4	20.0	20.2	21.2	21.8	21.5	2.02	9.3
7	邻-二甲苯	21.0	16.7	20.8	20.7	20.9	22.5	20.4	1.97	8.8
8	正丙苯	19.9	16.5	20.4	20.5	21.8	22.8	20.3	2.16	9.5
9	苯乙烯	16.2	21.2	21.2	22.1	24.4	24.2	21.5	2.99	12

表5-23 固体废物醋酸浸出液加标20.0 µg/L的精密度测定结果

序号	组分名称	醋酸浸出液加标浓度 20.0 µg/L								
		1	2	3	4	5	6	平均值 (µg/L)	S (µg/L)	RSD (%)
1	苯	21.8	22.4	19.5	20.3	20.7	19.7	20.7	1.15	5.8
2	甲苯	28.0	20.9	20.7	26.5	20.9	24.1	23.5	3.21	13
3	乙苯	22.6	24.0	23.7	24.6	22.2	25.4	23.7	1.215	4.8
4	对-二甲苯	20.3	20.7	19.0	20.9	19.3	18.2	19.7	1.07	5.9
5	间-二甲苯	20.1	20.3	20.8	20.3	16.4	19.3	19.5	1.63	8.5
6	异丙苯	20.8	20.7	19.3	19.3	22.1	23.4	20.9	1.62	6.9
7	邻-二甲苯	20.5	20.8	20.8	21.2	17.5	18.0	19.8	1.62	9.0
8	正丙苯	19.9	20.1	18.7	17.2	20.9	17.7	19.1	1.47	8.3
9	苯乙烯	20.0	20.8	19.2	17.8	20.5	17.9	19.4	1.28	7.1

表5-20至表5-23表明，固体废物水浸出液基体加标和醋酸浸出液基体加标精密度均在16%以内。

5.11.3 测定固体废物的准确度

称取2 g（精确至0.01 g）石英砂代替样品，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，配制0.025 mg/kg、0.100 mg/kg和0.500 mg/kg三个浓度级别的标准溶液，

立即密封，在往复式振荡器上以150次/min的频率振荡10 min，得到不同浓度水平的空白加标样品。每个浓度做6个平行样（6次测定结果见表5-8至表5-10），计算加标回收率。测定结果见表5-24。

表5-24 固体废物空白加标回收率测定结果

序号	化合物名称	含量 1 (0.025 mg/kg)			含量 2 (0.100 mg/kg)			含量 3 (0.500 mg/kg)		
		实际含量 (mg/kg)	加标后浓度 (mg/kg)	回收率 (%)	实际含量 (mg/kg)	加标后浓度 (mg/kg)	回收率 (%)	实际含量 (mg/kg)	加标后浓度 (mg/kg)	回收率 (%)
1	苯	0	0.025	100	0	0.107	107	0	0.489	97.8
2	甲苯	0	0.023	92.0	0	0.108	108	0	0.485	97.0
3	乙苯	0	0.029	116	0	0.110	110	0	0.480	96.0
4	对-二甲苯	0	0.030	120	0	0.108	108	0	0.473	94.6
5	间-二甲苯	0	0.029	116	0	0.108	108	0	0.471	94.2
6	异丙苯	0	0.030	120	0	0.109	109	0	0.468	93.6
7	邻-二甲苯	0	0.029	116	0	0.107	107	0	0.470	94.0
8	正丙苯	0	0.026	104	0	0.101	101	0	0.453	90.6
9	苯乙烯	0	0.025	100	0	0.085	85.0	0	0.395	79.0

表5-24表明，固体废物空白加标回收率在79.0~120%以内。

分别对污水处理厂底泥、焦油固废、化工厂底泥等固体废物样品进行了加标浓度为0.100 mg/kg的基体加标样品测定，每个样品做6个基体加标平行样（6次测定结果见表5-11至表5-13），得到的结果分别计算加标回收率。测定结果见表5-25。

表5-25 固体废物样品加标回收率测定结果

序号	化合物名称	污水处理厂底泥 0.100 mg/kg			焦油固废 0.100 mg/kg			化工厂底泥 0.100 mg/kg		
		实际样品含量 (mg/kg)	加标后浓度 (mg/kg)	回收率 (%)	实际样品含量 (mg/kg)	加标后浓度 (mg/kg)	回收率 (%)	实际样品含量 (mg/kg)	加标后浓度 (mg/kg)	回收率 (%)
1	苯	0	0.087	86.9	0	0.072	72.3	0	0.071	71.2
2	甲苯	0.039	0.108	69.2	0.210	0.257	46.8	0.043	0.105	62.1
3	乙苯	0.082	0.128	45.3	0.152	0.206	53.5	0.022	0.093	70.5
4	对-二甲苯	0	0.055	54.8	0	0.066	66.0	0	0.080	79.5
5	间-二甲苯	0	0.074	73.8	0	0.057	56.6	0	0.069	69.5
6	异丙苯	0	0.076	75.6	0	0.075	74.7	0	0.063	63.1
7	邻-二甲苯	0	0.059	58.8	0	0.067	67.3	0	0.068	67.8
8	正丙苯	0	0.078	78.5	0	0.060	59.9	0	0.053	52.5
9	苯乙烯	0	0.068	67.8	0	0.061	60.8	0	0.057	57.0

表 5-25 表明，固体废物实际样品加标回收率在 45.3~79.5%以内。回收率较低，说明样品存在基体效应。

5.11.4 测定固体废物浸出液的准确度

对水浸提剂和醋酸浸提剂分别进行了加标浓度为5.00 µg/L、20.0 µg/L、100 µg/L的加标回收率测定（水浸提剂加标的6次测定结果见表5-14、5-16和5-18，醋酸浸提剂加标的6次测定结果见表5-15、5-17和5-19），测定结果见表5-26至表5-28。

表 5-26 水浸提剂和醋酸浸提剂加标浓度 5.00 µg/L 的回收率测定结果

序号	化合物名称	水浸提剂 5.00 µg/L			醋酸浸提剂 5.00 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	4.45	89.0	0	4.92	98.4
2	甲苯	0	4.16	83.2	0	4.73	94.6
3	乙苯	0	4.73	94.6	0	5.70	114
4	对-二甲苯	0	4.28	85.6	0	6.06	121
5	间-二甲苯	0	4.69	93.9	0	5.82	116
6	异丙苯	0	4.49	89.8	0	5.86	117
7	邻-二甲苯	0	4.57	91.4	0	5.61	112
8	正丙苯	0	4.24	84.7	0	5.03	101
9	苯乙烯	0	4.46	89.1	0	4.87	97.4

表 5-27 水浸提剂和醋酸浸提剂加标浓度 20.0 µg/L 的回收率测定结果

序号	化合物名称	水浸出液 20.0 µg/L			醋酸浸出液 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	22.3	111	0	21.1	106
2	甲苯	0	20.4	102	0	20.2	101
3	乙苯	0	21.2	106	0	20.4	102
4	对-二甲苯	0	21.0	105	0	19.9	99.4
5	间-二甲苯	0	20.7	103	0	19.8	98.9
6	异丙苯	0	20.8	104	0	22.3	112
7	邻-二甲苯	0	21.1	105	0	19.0	95.1
8	正丙苯	0	20.9	105	0	18.3	91.5
9	苯乙烯	0	23.6	118	0	20.0	100

表 5-28 水浸提剂和醋酸浸提剂加标浓度 100 µg/L 的回收率测定结果

序号	化合物名称	水浸出液 100 µg/L			醋酸浸出液 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 (%)
1	苯	0	97.8	97.8	0	92.5	92.5
2	甲苯	0	97.0	97.0	0	89.8	89.8
3	乙苯	0	96.1	96.1	0	82.8	82.8
4	对-二甲苯	0	94.5	94.5	0	84.7	84.7
5	间-二甲苯	0	94.2	94.2	0	83.9	83.9
6	异丙苯	0	93.5	93.5	0	86.8	86.8
7	邻-二甲苯	0	94.0	94.0	0	87.3	87.3
8	正丙苯	0	90.6	90.6	0	84.5	84.5
9	苯乙烯	0	85.0	85.0	0	85.5	85.5

表 5-26 至表 5-28 表明，水浸提剂和醋酸浸提剂加标回收率在 82.8~121%以内。

对污水处理厂底泥水浸出液样品和醋酸浸出液样品进行了加标浓度为5.00 µg/L、20.0 µg/L的加标回收率测定（水浸出液加标的6次测定结果见表5-20和表5-22，醋酸浸出液加标的6次测定结果见表5-21和表5-23），测定结果见表5-29和表5-30。

表 5-29 污水处理厂底泥水浸出液和醋酸浸出液加标浓度 5.00µg/L 的回收率测定结果

序号	化合物名称	水浸出液 5.00 µg/L			醋酸浸出液 5.00 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	5.24	105	0	5.01	100
2	甲苯	2.53	6.97	88.8	2.39	7.01	92.4
3	乙苯	4.09	10.0	119	4.20	8.33	82.8
4	对-二甲苯	0	4.88	97.7	0	4.54	90.9
5	间-二甲苯	0	5.35	107	0	4.07	81.3
6	异丙苯	0	4.59	91.8	0	4.21	84.1
7	邻-二甲苯	0	4.71	94.1	0	4.74	94.8
8	正丙苯	0	4.38	87.6	0	4.74	94.9
9	苯乙烯	0	4.74	94.7	0	5.10	102

表 5-30 污水处理厂底泥水浸出液和醋酸浸出液加标浓度 20.0µg/L 的回收率测定结果

序号	化合物名称	水浸出液 20.0 µg/L			醋酸浸出液 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	22.3	112	0	20.7	104

序号	化合物名称	水浸出液 20.0 µg/L			醋酸浸出液 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 (%)
2	甲苯	2.53	23.3	104	2.39	23.5	106
3	乙苯	4.09	27.6	117	4.20	23.7	97.7
4	对-二甲苯	0	20.4	102	0	19.7	98.6
5	间-二甲苯	0	20.2	101	0	19.5	97.7
6	异丙苯	0	21.5	108	0	20.9	105
7	邻-二甲苯	0	20.4	102	0	19.8	99.1
8	正丙苯	0	20.3	102	0	19.1	95.3
9	苯乙烯	0	21.5	108	0	19.4	96.8

表 5-29 和表 5-30 表明, 固体废物水浸出液和醋酸浸出液基体加标回收率在 81.3~119% 以内。

5.12 质量保证和质量控制

样品空白控制指标参照 EPA8000C。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 2.00 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 EPA8000C 中的部分规定及 HJ168-2010 的相关规定。

5.12.1 工作曲线

根据目标物的质量或浓度和响应值绘制工作曲线, 其相关系数应大于 0.990, 若不能满足要求, 需查明原因, 然后重新绘制工作曲线。

各种目标化合物的相关系数见表 5-3, 可见, 正丙苯的相关系数为 0.9946, 其余目标化合物的相关系数均在 0.995 以上。

5.12.2 校准确认

每批样品分析前或 24 h 之内, 利用标准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 标准曲线中间浓度点, 进行校准确认, 目标化合物校准确认数据见表 5-31。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，%；

C₁—目标化合物的初始值，μg；

C_c—目标化合物测定值，μg。

表 5-31 校准确认数据

序号	化合物名称	C ₁ (μg)	C _c (μg)	D (%)	序号	化合物名称	C ₁ (μg)	C _c (μg)	D (%)
1	苯	0.20	0.186	93.2	6	异丙苯	0.20	0.184	91.8
2	甲苯	0.20	0.180	89.8	7	邻-二甲苯	0.20	0.186	93.0
3	乙苯	0.20	0.168	84.2	8	正丙苯	0.20	0.180	89.8
4	对-二甲苯	0.20	0.180	90.2	9	苯乙烯	0.20	0.186	93.0
5	间-二甲苯	0.20	0.166	83.2	-	-	-	-	-

表 5-31 表明，目标化合物的测定值与初始值的比值范围为 83.2~93.2%，均在 80%~120% 之间。

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 ≤ 20%。

每一批样品（最多 20 个）应测定一个空白加标样品和基体加标样品，空白样品中目标物加标回收率应在 70%~120%，否则重新分析样品。若固体废物样品回收率较低，说明样品存在基体效应。

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

具有实验室资质的六家单位参加了方法验证工作，验证人员基本情况见表 6-1。

表 6-1 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
谷贺	女	26	助理工程师	应用化学	2 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,组织六家有能力的实验室进行验证,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。

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) $\xrightarrow{5^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 110℃ (保持 1 min) $\xrightarrow{6^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 200℃ (保持 3 min); 进样口温度: 220℃; 检测器温度: 240℃; 载气: 氮气; 柱流量: 1.0 ml/min; 氢气流量: 40 ml/min; 空气流量: 400 ml/min; 进样方式: 分流进样; 分流比: 10: 1。

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 6 支顶空瓶 (22 ml) 中依次加入 2 g (精确至 0.01 g) 石英砂、10.0 ml 饱和氯化钠溶液, 再向各瓶中加入一定量的标准使用液, 立即密封, 配制目标化合物质量分别为 0.05 μg、0.10 μg、0.20 μg、0.50 μg、1.00 μg 和 1.50 μg 的 6 点工作曲线系列。将配制好的工作曲线系列样品在往复式振荡器上以 150 次/min 的频率振荡 10 min, 按照仪器参考条件

(6.1.2) 依次进样分析, 以质量 (μg) 为横坐标, 峰面积或峰高为纵坐标, 绘制工作曲线。

6.1.3.2 测定固体废物浸出液的工作曲线绘制

分别向 6 支顶空瓶（22 ml）中加入 10.0 ml 浸提剂（醋酸），再向各瓶中加入一定量的标准使用液，立即密封，配制目标化合物分别为 5.00 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 和 150 $\mu\text{g/L}$ 的 6 点工作曲线系列。按照仪器参考条件（6.1.2）依次进样分析，以浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）为横坐标，峰面积或峰高为纵坐标，绘制工作曲线。

分别向 6 支顶空瓶（22 ml）中加入 10.0 ml 浸提剂（水），再向各瓶中加入一定量的标准使用液，立即密封，配制目标化合物分别为 5.00 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 和 150 $\mu\text{g/L}$ 的 6 点工作曲线系列。按照仪器参考条件（6.1.2）依次进样分析，以浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）为横坐标，峰面积或峰高为纵坐标，绘制工作曲线。

6.1.4 方法检出限及测定下限的确定

测定含量为 0.010 mg/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，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，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 0.025 mg/kg、0.100 mg/kg 和 0.500 mg/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 0.025 mg/kg、0.100 mg/kg 和 0.500 mg/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 0.010 mg/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。

在气相色谱法中开展了干扰实验。

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>			

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。

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 审查会其它意见和协调处理情况

序号	意见	协调处理情况
1	标准文本 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，并规范固体废物浸出液方法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“固体废物浸出液体积为10.0 ml时，9种目标物的方法检出限为0.7 μg/L~1.5 μg/L，测定下限为2.8 μg/L~6.0 μg/L。”修改为“固体废物浸出液体积为10 ml时，9种目标物的方法检出限为0.7~2 μg/L，测定下限为2.8~8 μg/L。”。
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	增加“4.4磷酸”密度。	已增加。增加“ρ=1.69 g/ml”内容。
5	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4.6和4.7中。	已修改。
6	修改“4.8石英砂”单位。	已修改，将“20目~50目”修改为“0.30~0.85 mm”。
7	修改“5.2色谱柱”。	已修改。将“30 m × 0.32 mm，膜厚0.25 μm”修改为“30 m × 0.32 mm × 0.25 μm”。
8	将“5.4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。
9	将“5.8便携式冷藏箱：容积20 L，温度4℃以下。”中“容积20 L，温度4℃以下”删除。	已修改。
10	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。
11	合并“注2：当样品中苯系物浓度大于1 000 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	已修改。见注1。

	容。先叙述注4内容，再叙述注2内容。	
12	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。
13	在6.3中增加“全程序空白试样”内容。	已增加。见6.3.1。
14	将7.2中“校准曲线”修改为“工作曲线”。	已修改。
15	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。
16	删除“8.1定性分析”和“8.2定量分析”。	已修改。
17	修改高含量固体废物中苯系物的计算公式。	已修改。 将公式“ $\omega = \frac{m_0 \times 10.0 \times f}{m_1 \times V_S}$ ”修改为“ $\omega = \frac{m_0 \times V \times f}{m_1 \times V_S}$ ”，其中，V-提取液的实际体积，ml。
18	规范9.1中重复性限和再现性限的小数位。	已修改。重复性限和再现性限的小数位数与检出限一致。
19	修改10.1内容。将“校准曲线”改为“工作曲线”；将“需更换色谱柱或采取其他措施”修改为“需查明原因”。	已修改。
20	修改10.2内容。将“目标化合物的测定值与标准值的相对偏差应≤20%”修改为“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。
21	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。
22	在10.3.3中给出基体加标回收率范围。	已增加。
23	删除“12.2样品的保存和运输过程中，要避免沾污，样品应放在密闭、避光的便携式冷藏箱（5.8）中冷藏贮存。”和“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	已删除。

	是否含有对分析测定有干扰目标物测定的物质。器具、材料可采用甲醇清洗，通过空白检验是否有干扰物质。” 内容。	
24	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。
25	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。
26	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。
27	增加全程序空白相关内容。	已补充。见5.7.3.1。
28	将“5.8.1”中顶空进样器条件实验进行详细论述，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。
29	将“5.8.3”中“校准曲线”改为“工作曲线”。	已修改。
30	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%”修改为“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“ $D = \frac{C_c}{C_1} \times 100$ ”。
31	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3.1和3.2内容。

10 参考文献

[1] 美国环保局标准 .Volatile organic compounds in soils and other solid matrixe using equilibrium headspace analysis.U.S.EPA Method 5021[M].Revision0.December 1996.

[2] 美国环保局标准. Volatile organic compounds in various sample matrices using equilibrium headspace analysis. U.S.EPA Method 5021A[M]. Revision1.June 2003.

- [3]美国环保局标准. Volatile organic compounds by gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS) .U.S.EPA Method 8260B[M].Revision2. December 1996.
- [4]美国环保局标准.Volatile organic compounds by gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS) .U.S.EPA Method 8260C[M].Revision3. August 2006.
- [5] 美国环保局标准. Aromatic and halogenated volatiles by gas chromatography using photoionization and/or electrolytic conductivity detectors. U.S.EPA Method 8021B[M].Draft Revision 2. December 1996.
- [6] 美国环保局标准. Nonhalogenated organics using GC/FID .U.S.EPA Method 8015D[M].Revision 4. June 2003.
- [7] 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.
- [8] 美国环保局标准 . Purge-and-trap for aqueous samples.U.S.EPA Method 5030 B[M].Revision2.December 1996.
- [9]美国环保局标准. Determinative chromatographic separations. .U.S.EPA Method 8000C [M].Revision3.March 2003.
- [10]Bruno Kolb and Leslie S Ettre. 《Static Headspace-Gas Chromatography Theory and Practice》.WILEY-VCH.
- [11] 《方法的精密度通过实验室间确定标准测试方法的重复性和再现性》GB/T 1379-1986
- [12] 刘虎威等.《气相色谱方法及应用》(化学工业出版社, 2000年6月)。
- [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] 《危险废物鉴别标准 毒性物质含量鉴别》(GB 5085.6-2007)。
- [18] 《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)。
- [19] 《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)。
- [20] 《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)。
- [21] 《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)。
- [22] 《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)。
- [23] 《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-气相色谱法

项目主编单位: 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

报告编写人及职称: 钟岩工程师

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	45	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
谷贺	女	26	助理工程师	应用化学	2 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
气相色谱仪	ThermoTRACE 1300	713100178	良好	辽宁省环境监测实验中心
顶空前处理仪	ThermoTriPlus 300	511542003	良好	
气相色谱仪	Aglient 6890N	US10320100	良好	沈阳市环境监测中心站
顶空前处理仪	PE TurboMatrix 16	M41L0304227	良好	
气相色谱仪	Aglient 6890N	CN10644031	良好	大连市环境监测中心
顶空前处理仪	PE TurboMatrix 40	TH40L1303135	良好	
气相色谱仪	Aglient 7890B	CN15413092	良好	抚顺市环境监测中心站
顶空前处理仪	Aglient 7697A	CN15470002	良好	
气相色谱仪	Aglient 7890A	US10921002	良好	辽阳市环境监测站
顶空前处理仪	G1888	IT00907006	良好	

气相色谱仪	Thermo Trace 1300	71300264	良好	锦州市环境监测中心站
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、测定下限表

化合物名称	实验室号	测定值(mg/kg)							平均值 \bar{X}_i (mg/kg)	标准偏差 Si (mg/kg)	t 值	检出限 (mg/kg)	测定 下限 (mg/kg)
		1	2	3	4	5	6	7					
苯	1	0.013	0.014	0.016	0.015	0.015	0.015	0.012	0.014	0.001	3.143	0.005	0.020
	2	0.011	0.011	0.010	0.009	0.008	0.010	0.010	0.010	0.001	3.143	0.003	0.012
	3	0.010	0.008	0.009	0.008	0.007	0.011	0.009	0.009	0.001	3.143	0.003	0.012
	4	0.011	0.012	0.012	0.011	0.010	0.010	0.009	0.011	0.001	3.143	0.003	0.012
	5	0.007	0.010	0.010	0.008	0.009	0.008	0.008	0.009	0.001	3.143	0.004	0.016
	6	0.011	0.008	0.007	0.008	0.009	0.009	0.008	0.009	0.001	3.143	0.004	0.016
甲苯	1	0.015	0.011	0.011	0.011	0.010	0.011	0.013	0.012	0.002	3.143	0.005	0.020
	2	0.009	0.008	0.008	0.008	0.011	0.009	0.007	0.009	0.001	3.143	0.004	0.016
	3	0.009	0.012	0.009	0.010	0.010	0.010	0.009	0.010	0.001	3.143	0.003	0.012
	4	0.010	0.011	0.012	0.010	0.010	0.009	0.008	0.010	0.001	3.143	0.003	0.012
	5	0.008	0.009	0.011	0.008	0.009	0.009	0.008	0.009	0.001	3.143	0.003	0.012
	6	0.011	0.009	0.008	0.009	0.009	0.008	0.007	0.009	0.001	3.143	0.003	0.012
乙	1	0.012	0.013	0.016	0.017	0.016	0.016	0.014	0.015	0.002	3.143	0.005	0.020

化合物名称	实验室号	测定值(mg/kg)							平均值 \bar{X}_i (mg/kg)	标准偏差 Si (mg/kg)	t 值	检出限 (mg/kg)	测定 下限 (mg/kg)
		1	2	3	4	5	6	7					
苯	2	0.007	0.009	0.008	0.007	0.009	0.010	0.009	0.009	0.001	3.143	0.003	0.012
	3	0.008	0.010	0.007	0.010	0.011	0.007	0.009	0.009	0.002	3.143	0.005	0.020
	4	0.010	0.008	0.009	0.008	0.009	0.008	0.008	0.009	0.001	3.143	0.002	0.008
	5	0.007	0.008	0.008	0.007	0.009	0.008	0.008	0.008	0.001	3.143	0.002	0.008
	6	0.012	0.008	0.007	0.009	0.010	0.008	0.007	0.009	0.002	3.143	0.005	0.020
对-二甲苯	1	0.013	0.010	0.012	0.011	0.010	0.010	0.010	0.011	0.001	3.143	0.004	0.016
	2	0.010	0.009	0.009	0.011	0.009	0.008	0.009	0.009	0.001	3.143	0.003	0.012
	3	0.009	0.011	0.008	0.008	0.007	0.007	0.010	0.009	0.001	3.143	0.004	0.016
	4	0.009	0.009	0.008	0.008	0.007	0.007	0.007	0.008	0.001	3.143	0.003	0.012
	5	0.007	0.010	0.009	0.009	0.008	0.007	0.007	0.008	0.001	3.143	0.003	0.012
	6	0.009	0.008	0.009	0.010	0.008	0.009	0.008	0.009	0.001	3.143	0.003	0.012
间-二甲苯	1	0.010	0.012	0.010	0.011	0.012	0.013	0.009	0.011	0.001	3.143	0.004	0.016
	2	0.010	0.013	0.013	0.010	0.008	0.010	0.009	0.010	0.002	3.143	0.005	0.020
	3	0.008	0.009	0.008	0.008	0.008	0.010	0.009	0.009	0.001	3.143	0.003	0.012
	4	0.010	0.009	0.010	0.009	0.008	0.010	0.010	0.010	0.001	3.143	0.002	0.008
	5	0.008	0.008	0.009	0.008	0.008	0.008	0.006	0.008	0.001	3.143	0.002	0.008
	6	0.008	0.008	0.009	0.008	0.008	0.008	0.006	0.008	0.001	3.143	0.002	0.008
异丙苯	1	0.011	0.012	0.011	0.012	0.012	0.014	0.012	0.012	0.001	3.143	0.003	0.012
	2	0.013	0.011	0.013	0.010	0.011	0.013	0.013	0.012	0.001	3.143	0.004	0.016
	3	0.011	0.011	0.011	0.012	0.013	0.012	0.013	0.012	0.001	3.143	0.003	0.012
	4	0.008	0.008	0.009	0.008	0.008	0.008	0.006	0.008	0.001	3.143	0.002	0.008
	5	0.006	0.007	0.007	0.007	0.008	0.007	0.006	0.007	0.001	3.143	0.002	0.008
	6	0.006	0.007	0.007	0.007	0.008	0.007	0.006	0.007	0.001	3.143	0.002	0.008
邻-二甲苯	1	0.012	0.012	0.011	0.011	0.010	0.010	0.010	0.011	0.001	3.143	0.003	0.012
	2	0.013	0.015	0.011	0.015	0.014	0.013	0.012	0.013	0.002	3.143	0.005	0.020
	3	0.012	0.011	0.011	0.008	0.011	0.011	0.011	0.011	0.001	3.143	0.004	0.016
	4	0.010	0.009	0.009	0.009	0.008	0.007	0.008	0.009	0.001	3.143	0.003	0.012
	5	0.007	0.007	0.007	0.008	0.008	0.008	0.008	0.007	0.001	3.143	0.002	0.008
	6	0.012	0.008	0.008	0.008	0.009	0.010	0.007	0.009	0.002	3.143	0.005	0.020
正丙苯	1	0.010	0.011	0.010	0.009	0.009	0.011	0.011	0.010	0.001	3.143	0.002	0.008
	2	0.009	0.009	0.012	0.010	0.013	0.010	0.010	0.010	0.001	3.143	0.004	0.016
	3	0.011	0.010	0.010	0.008	0.011	0.010	0.011	0.010	0.001	3.143	0.003	0.012
	4	0.009	0.009	0.008	0.007	0.009	0.008	0.007	0.008	0.001	3.143	0.003	0.012
	5	0.008	0.008	0.006	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	0.001	3.143	0.002	0.008
	6	0.008	0.008	0.006	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	0.001	3.143	0.002	0.008
苯乙烯	1	0.012	0.015	0.010	0.010	0.013	0.010	0.013	0.012	0.002	3.143	0.006	0.024
	2	0.012	0.010	0.011	0.011	0.012	0.011	0.012	0.011	0.001	3.143	0.003	0.012
	3	0.008	0.010	0.011	0.011	0.009	0.010	0.011	0.010	0.001	3.143	0.004	0.016
	4	0.013	0.013	0.013	0.012	0.013	0.012	0.009	0.012	0.001	3.143	0.005	0.020

化合物名称	实验室号	测定值(mg/kg)							平均值 — X_i (mg/kg)	标准 偏差 Si (mg/kg)	t 值	检出限 (mg/kg)	测定 下限 (mg/kg)
		1	2	3	4	5	6	7					
	5	0.008	0.010	0.009	0.007	0.007	0.006	0.006	0.008	0.002	3.143	0.005	0.020
	6	0.008	0.007	0.007	0.007	0.007	0.006	0.006	0.007	0.001	3.143	0.002	0.008

表 1-5 水浸出液方法检出限、测定下限表

化合物名称	实验室号	测定值($\mu\text{g/L}$)							平均值 — X_i ($\mu\text{g/L}$)	标准 偏差 Si ($\mu\text{g/L}$)	t 值	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定 下限 ($\mu\text{g/L}$)
		1	2	3	4	5	6	7					
苯	1	1.77	1.72	1.74	1.93	1.87	1.99	2.11	1.88	0.143	3.143	0.5	2.0
	2	2.06	1.79	1.80	2.21	1.93	2.07	2.19	2.01	0.170	3.143	0.5	2.0
	3	1.89	1.95	2.09	1.87	2.03	2.12	2.24	2.03	0.134	3.143	0.4	1.6
	4	1.80	1.85	1.98	1.78	1.93	2.02	2.13	1.93	0.127	3.143	0.4	1.6
	5	1.76	1.81	1.94	1.74	1.89	1.97	2.09	1.89	0.124	3.143	0.4	1.6
	6	1.50	1.50	1.48	1.70	1.59	1.71	1.93	1.63	0.163	3.143	0.5	2.0
甲苯	1	1.45	1.70	1.47	2.01	1.64	1.69	1.85	1.66	0.204	3.143	0.6	2.4
	2	1.65	1.69	1.46	2.14	1.64	1.68	1.84	1.72	0.255	3.143	0.8	3.2
	3	1.55	2.06	2.11	1.87	1.85	1.95	2.02	1.92	0.187	3.143	0.6	2.4
	4	1.66	2.22	2.26	2.01	1.99	2.09	2.16	2.06	0.201	3.143	0.6	2.4
	5	1.59	2.11	2.16	1.92	1.90	2.00	2.07	1.96	0.191	3.143	0.6	2.4
	6	1.68	1.46	1.57	2.85	1.57	1.67	1.80	1.80	0.473	3.143	1.5	6.0
乙苯	1	1.72	1.97	1.88	2.00	2.06	2.09	2.17	1.98	0.150	3.143	0.5	2.0
	2	2.23	1.97	1.88	2.33	2.06	2.09	2.17	2.08	0.148	3.143	0.4	1.6
	3	1.81	1.87	1.91	1.97	2.05	2.22	2.23	2.01	0.117	3.143	0.3	1.2
	4	1.71	1.77	1.81	1.87	1.95	2.10	2.11	1.90	0.158	3.143	0.5	2.0
	5	1.74	1.80	1.83	1.90	1.98	2.14	2.14	1.93	0.160	3.143	0.5	2.0
	6	1.27	1.31	1.27	1.40	1.52	1.76	1.65	1.46	0.193	3.143	0.6	2.4
对-二甲苯	1	1.80	2.03	1.91	2.21	2.15	2.03	2.12	2.02	0.149	3.143	0.5	2.0
	2	1.99	1.84	1.73	2.07	1.94	1.84	1.92	1.92	0.132	3.143	0.4	1.6
	3	1.66	1.95	1.90	1.83	2.06	2.19	2.32	1.99	0.221	3.143	0.7	2.8
	4	1.68	1.98	1.93	1.86	2.09	2.21	2.34	2.01	0.224	3.143	0.7	2.8
	5	1.52	1.80	1.75	1.69	1.90	2.01	2.13	1.83	0.203	3.143	0.6	2.4
	6	1.28	1.31	1.46	1.41	1.52	1.61	1.62	1.46	0.135	3.143	0.4	1.6
间-二甲苯	1	1.81	2.03	1.87	2.18	2.13	2.07	2.31	2.06	0.176	3.143	0.6	2.4
	2	2.03	1.86	1.71	2.28	1.95	1.90	2.12	1.98	0.154	3.143	0.4	1.6
	3	1.65	1.87	1.91	2.03	2.03	2.16	2.18	1.98	0.182	3.143	0.6	2.4
	4	1.59	1.80	1.84	1.95	1.96	2.07	2.09	1.90	0.145	3.143	0.3	1.2
	5	1.61	1.83	1.86	1.98	1.98	2.10	2.12	1.93	0.177	3.143	0.6	2.4
	6	1.25	1.40	1.17	1.47	1.45	1.85	1.58	1.45	0.222	3.143	0.7	2.8
异丙	1	1.76	2.05	1.91	2.01	2.10	1.95	2.14	1.99	0.131	3.143	0.4	1.6
	2	2.20	2.04	1.90	2.32	2.09	1.94	2.13	2.09	0.148	3.143	0.5	2.0

化合物名称	实验室号	测定值(μg/L)							平均值 — X_i (μg/L)	标准 偏差 Si (μg/L)	t 值	检出限 (μg/L)	测定 下限 (μg/L)
		1	2	3	4	5	6	7					
苯	3	1.66	1.79	1.95	1.99	2.20	2.14	2.18	1.99	0.204	3.143	0.6	2.4
	4	1.62	1.74	1.90	1.94	2.15	2.09	2.12	1.94	0.199	3.143	0.6	2.4
	5	1.63	1.76	1.91	1.96	2.16	2.10	2.14	1.95	0.201	3.143	0.6	2.4
	6	1.26	1.30	1.39	1.37	1.56	1.71	1.61	1.46	0.171	3.143	0.5	2.0
邻-二甲苯	1	1.95	1.88	1.98	2.06	2.33	1.97	2.09	2.04	0.147	3.143	0.5	2.0
	2	2.01	1.82	1.92	2.32	2.26	1.91	2.02	2.04	0.186	3.143	0.6	2.4
	3	1.75	1.89	1.92	1.89	1.99	2.04	2.14	1.94	0.124	3.143	0.4	1.6
	4	1.75	1.89	1.92	1.89	1.99	2.04	2.14	1.94	0.124	3.143	0.4	1.6
	5	1.74	1.88	1.90	1.87	1.98	2.02	2.12	1.93	0.123	3.143	0.4	1.6
	6	1.19	1.52	1.10	1.44	1.57	1.61	1.74	1.45	0.230	3.143	0.7	2.8
正丙苯	1	1.43	2.16	1.88	1.74	1.64	2.16	1.93	1.85	0.268	3.143	0.8	3.2
	2	2.63	2.49	2.17	2.83	1.89	2.49	2.23	2.39	0.316	3.143	1.0	4.0
	3	1.94	1.83	1.81	2.40	2.24	2.13	2.00	2.05	0.218	3.143	0.7	2.8
	4	1.93	1.83	1.80	2.39	2.23	2.12	2.00	2.04	0.218	3.143	0.7	2.8
	5	1.89	1.78	1.76	2.34	2.18	2.07	1.95	1.99	0.212	3.143	0.7	2.8
	6	1.25	1.45	1.14	1.38	1.37	1.51	1.65	1.39	0.167	3.143	0.5	2.0
苯乙烯	1	1.69	2.23	2.35	2.13	1.99	2.15	2.11	2.09	0.209	3.143	0.7	2.8
	2	1.93	2.09	2.20	2.08	1.87	2.02	1.98	2.04	0.112	3.143	0.4	1.2
	3	1.71	2.07	2.06	2.11	2.04	2.04	2.22	2.03	0.155	3.143	0.5	2.0
	4	1.63	1.96	1.96	2.00	1.94	1.93	2.11	1.93	0.147	3.143	0.5	2.0
	5	1.62	1.95	1.95	1.99	1.93	1.92	2.10	1.92	0.146	3.143	0.5	2.0
	6	1.64	1.66	1.68	1.73	1.89	2.02	1.89	1.79	0.147	3.143	0.5	2.0

表 1-6 醋酸浸出液方法检出限、测定下限表

化合物名称	实验室号	测定值(μg/L)							平均值 — X_i (μg/L)	标准 偏差 Si (μg/L)	t 值	检出限 (μg/L)	测定 下限 (μg/L)
		1	2	3	4	5	6	7					
苯	1	1.75	1.75	1.73	2.07	1.86	2.00	2.25	1.92	0.199	3.143	0.6	2.4
	2	1.72	1.72	1.70	1.83	1.97	2.21	2.00	1.88	0.192	3.143	0.6	2.4
	3	1.85	2.00	2.25	2.03	2.28	2.07	1.74	2.03	0.193	3.143	0.6	2.4
	4	1.70	1.89	1.54	1.91	2.23	1.80	1.72	1.85	0.230	3.143	0.7	2.8
	5	1.69	2.05	1.78	1.84	1.91	2.20	2.11	1.94	0.188	3.143	0.6	2.4
	6	1.36	1.60	1.62	1.54	1.58	1.76	1.43	1.55	0.129	3.143	0.4	1.6
甲苯	1	1.98	1.72	1.85	1.94	1.86	1.97	2.13	1.92	0.127	3.143	0.4	1.6
	2	1.85	1.61	1.73	1.73	1.84	1.99	1.93	1.81	0.129	3.143	0.4	1.6
	3	1.87	1.99	2.15	2.08	2.10	1.96	1.74	2.00	0.148	3.143	0.5	2.0
	4	2.05	2.54	2.01	1.94	1.98	2.18	1.69	2.05	0.259	3.143	0.8	3.2
	5	1.98	1.84	1.82	1.77	2.04	2.18	2.14	1.97	0.165	3.143	0.5	2.0

化合物名称	实验室号	测定值($\mu\text{g/L}$)							平均值 \bar{X}_i ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 S_i ($\mu\text{g/L}$)	t 值	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定 下限 ($\mu\text{g/L}$)
		1	2	3	4	5	6	7					
	6	1.77	1.48	1.43	1.72	1.79	2.22	1.76	1.74	0.258	3.143	0.8	3.2
乙苯	1	1.52	1.57	1.52	2.22	1.82	2.10	1.97	1.82	0.291	3.143	0.9	3.6
	2	1.54	1.59	1.53	1.84	2.12	1.99	1.96	1.80	0.243	3.143	0.8	3.2
	3	1.74	2.01	1.88	1.85	2.09	2.13	1.50	1.91	0.229	3.143	0.7	2.8
	4	2.18	2.08	1.93	1.87	2.31	1.78	1.82	1.99	0.200	3.143	0.6	2.4
	5	1.73	2.06	2.44	2.14	2.49	2.13	2.10	2.16	0.253	3.143	0.8	3.2
	6	1.60	1.62	1.40	1.75	1.94	1.85	1.72	1.70	0.179	3.143	0.6	2.4
对-二甲苯	1	1.53	1.57	1.75	1.73	1.82	1.93	1.94	1.75	0.160	3.143	0.5	2.0
	2	1.44	1.48	1.65	1.72	1.82	1.83	1.94	1.70	0.184	3.143	0.6	2.4
	3	1.81	1.92	1.93	2.04	2.18	1.72	1.56	1.88	0.206	3.143	0.6	2.4
	4	1.70	1.98	1.71	2.07	1.81	2.20	2.14	1.91	0.203	3.143	0.6	2.4
	5	1.74	2.12	1.83	1.89	1.97	2.27	2.18	2.00	0.194	3.143	0.6	2.4
	6	1.50	1.77	1.79	1.85	1.74	1.94	1.58	1.74	0.150	3.143	0.5	2.0
间-二甲苯	1	1.59	1.78	1.48	1.86	1.84	2.34	2.00	1.84	0.282	3.143	0.9	3.6
	2	1.42	1.59	1.32	1.65	2.09	1.79	1.93	1.68	0.275	3.143	0.9	3.6
	3	1.69	2.15	1.84	1.98	2.25	1.71	1.63	1.89	0.242	3.143	0.8	3.2
	4	1.66	1.98	1.88	1.77	2.12	2.09	2.08	1.94	0.177	3.143	0.6	2.4
	5	1.91	1.77	1.75	1.71	1.97	2.11	2.07	1.90	0.159	3.143	0.5	2.0
	6	1.84	1.54	1.49	1.98	1.87	2.31	1.83	1.84	0.276	3.143	0.9	3.6
异丙苯	1	1.51	1.57	1.68	1.97	1.88	2.06	1.94	1.80	0.214	3.143	0.7	2.8
	2	1.42	1.47	1.57	1.76	1.93	1.82	1.86	1.69	0.203	3.143	0.6	2.4
	3	1.93	2.13	2.00	2.05	2.30	2.03	1.61	2.01	0.210	3.143	0.7	2.8
	4	1.70	1.82	1.63	1.96	1.78	1.98	1.80	1.81	0.129	3.143	0.4	1.6
	5	1.59	1.88	2.23	1.96	2.28	1.95	1.93	1.97	0.231	3.143	0.7	2.8
	6	1.68	1.70	1.46	1.66	2.04	1.94	1.80	1.75	0.190	3.143	0.6	2.4
邻-二甲苯	1	1.45	1.86	1.35	2.03	1.91	1.96	2.12	1.81	0.296	3.143	0.9	3.6
	2	1.40	1.79	1.29	1.84	1.89	2.04	1.84	1.73	0.274	3.143	0.9	3.6
	3	1.91	1.96	2.12	1.91	2.01	2.02	1.86	1.97	0.089	3.143	0.3	1.2
	4	2.24	1.92	1.65	2.36	1.74	2.12	2.07	1.98	0.309	3.143	1.0	4.0
	5	1.68	2.04	1.77	1.82	1.90	2.19	2.10	1.93	0.187	3.143	0.6	2.4
	6	1.50	1.76	1.79	1.74	1.94	1.58	1.96	1.75	0.169	3.143	0.5	2.0
正丙苯	1	1.54	1.78	1.41	1.77	1.69	1.86	2.04	1.73	0.206	3.143	0.6	2.4
	2	1.41	1.64	1.30	1.55	1.71	1.87	2.00	1.64	0.248	3.143	0.8	3.2
	3	1.58	1.74	1.90	2.04	1.93	1.65	1.67	1.79	0.170	3.143	0.5	2.0
	4	2.22	2.23	2.13	2.81	2.39	2.36	2.35	2.36	0.223	3.143	0.7	2.8
	5	1.90	1.77	1.74	1.70	1.96	2.10	2.06	1.89	0.158	3.143	0.5	2.0
	6	1.87	1.57	1.51	1.90	2.35	1.86	1.79	1.84	0.273	3.143	0.9	3.6
苯乙	1	1.56	1.58	1.60	1.91	1.80	1.92	1.80	1.74	0.158	3.143	0.5	2.0
	2	1.80	1.82	1.84	2.08	2.22	2.08	2.26	2.01	0.193	3.143	0.6	2.4

化合物名称	实验室号	测定值($\mu\text{g/L}$)							平均值 \bar{X}_i ($\mu\text{g/L}$)	标准偏差 S_i ($\mu\text{g/L}$)	t 值	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定 下限 ($\mu\text{g/L}$)
		1	2	3	4	5	6	7					
烯	3	1.80	1.92	1.80	1.96	2.01	1.91	1.58	1.85	0.144	3.143	0.5	2.0
	4	2.06	1.85	1.66	2.25	1.81	2.02	1.83	1.90	0.206	3.143	0.6	2.4
	5	1.55	1.84	2.19	1.92	2.23	1.91	1.89	1.93	0.226	3.143	0.7	2.8
	6	1.69	1.71	1.47	2.05	1.95	1.81	1.76	1.78	0.188	3.143	0.6	2.4

1.3 方法精密度测试数据

表 1-7 固体废物精密度测试数据

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	实验室号	测定值(mg/kg)						平均值 \bar{X}_i (mg/kg)	标准偏差 S_i (mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
苯	0.025	1	0.015	0.016	0.017	0.018	0.018	0.018	0.017	0.001	8.0
		2	0.015	0.020	0.019	0.016	0.016	0.011	0.016	0.003	19
		3	0.017	0.019	0.019	0.017	0.016	0.017	0.017	0.001	5.5
		4	0.019	0.015	0.017	0.018	0.018	0.015	0.017	0.002	9.6
		5	0.015	0.016	0.018	0.018	0.021	0.019	0.018	0.002	12
		6	0.016	0.014	0.012	0.016	0.015	0.017	0.015	0.002	11
	0.100	1	0.072	0.077	0.064	0.070	0.077	0.064	0.071	0.006	8.2
		2	0.057	0.060	0.074	0.068	0.061	0.081	0.067	0.009	14
		3	0.063	0.064	0.057	0.064	0.056	0.059	0.060	0.004	5.9
		4	0.054	0.057	0.062	0.066	0.064	0.065	0.061	0.005	8.1
		5	0.062	0.069	0.062	0.065	0.064	0.062	0.064	0.003	4.3
		6	0.065	0.058	0.050	0.064	0.061	0.069	0.061	0.007	11
	0.500	1	0.472	0.434	0.484	0.447	0.401	0.422	0.443	0.031	7.0
		2	0.433	0.390	0.448	0.432	0.384	0.448	0.423	0.029	6.8
		3	0.398	0.411	0.415	0.484	0.465	0.450	0.437	0.034	7.8
		4	0.459	0.442	0.360	0.429	0.412	0.443	0.424	0.035	8.3
		5	0.448	0.360	0.371	0.474	0.483	0.465	0.433	0.054	12
		6	0.451	0.413	0.374	0.444	0.428	0.470	0.430	0.034	7.8
甲苯	0.025	1	0.076	0.074	0.071	0.071	0.075	0.070	0.073	0.002	3.4
		2	0.069	0.062	0.070	0.063	0.065	0.063	0.065	0.003	5.2
		3	0.060	0.057	0.048	0.057	0.065	0.058	0.058	0.006	9.6
		4	0.074	0.064	0.066	0.069	0.061	0.064	0.066	0.005	6.9
		5	0.079	0.074	0.072	0.070	0.067	0.066	0.071	0.005	6.7
		6	0.068	0.073	0.070	0.068	0.061	0.068	0.068	0.004	5.8
	0.100	1	0.128	0.119	0.152	0.110	0.099	0.145	0.126	0.020	16
		2	0.105	0.143	0.101	0.140	0.128	0.119	0.123	0.018	14
		3	0.092	0.095	0.099	0.095	0.105	0.093	0.097	0.005	5.0
		4	0.096	0.115	0.128	0.119	0.113	0.106	0.113	0.011	10

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	实验室号	测定值(mg/kg)						平均值 — \bar{x}_i (mg/kg)	标准偏差 Si (mg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)	
			1	2	3	4	5	6				
		5	0.100	0.116	0.106	0.114	0.107	0.115	0.110	0.006	5.8	
		6	0.102	0.123	0.109	0.119	0.128	0.126	0.118	0.010	8.7	
	0.500	1	0.521	0.494	0.544	0.477	0.470	0.509	0.502	0.028	5.5	
		2	0.535	0.515	0.454	0.519	0.496	0.477	0.499	0.030	6.0	
		3	0.462	0.497	0.540	0.526	0.541	0.519	0.514	0.030	5.9	
		4	0.509	0.522	0.488	0.524	0.493	0.514	0.508	0.015	3.0	
		5	0.555	0.483	0.444	0.569	0.507	0.515	0.512	0.046	9.0	
		6	0.510	0.491	0.544	0.469	0.450	0.480	0.490	0.033	6.7	
	乙苯	0.025	1	0.009	0.011	0.011	0.009	0.014	0.009	0.010	0.002	19
			2	0.013	0.011	0.014	0.011	0.009	0.009	0.011	0.002	19
			3	0.015	0.015	0.014	0.012	0.011	0.011	0.013	0.002	15
			4	0.017	0.014	0.014	0.010	0.014	0.014	0.014	0.002	16
5			0.011	0.013	0.012	0.010	0.015	0.010	0.012	0.002	16	
6			0.016	0.011	0.015	0.015	0.013	0.011	0.014	0.002	16	
0.100		1	0.063	0.062	0.051	0.056	0.075	0.064	0.062	0.008	13	
		2	0.051	0.048	0.050	0.070	0.073	0.062	0.059	0.011	18	
		3	0.051	0.056	0.039	0.054	0.051	0.043	0.049	0.006	13	
		4	0.045	0.065	0.053	0.052	0.056	0.046	0.053	0.007	14	
		5	0.050	0.065	0.052	0.064	0.046	0.055	0.055	0.008	14	
		6	0.064	0.064	0.073	0.060	0.050	0.046	0.060	0.010	17	
0.500		1	0.396	0.407	0.407	0.377	0.429	0.366	0.397	0.023	5.8	
		2	0.423	0.381	0.414	0.423	0.387	0.427	0.409	0.020	4.9	
		3	0.377	0.405	0.409	0.417	0.427	0.416	0.408	0.017	4.2	
		4	0.363	0.404	0.350	0.394	0.357	0.423	0.382	0.029	7.7	
		5	0.427	0.331	0.341	0.427	0.427	0.465	0.403	0.054	13	
		6	0.443	0.446	0.491	0.452	0.377	0.355	0.427	0.051	12	
对-二甲苯	0.025	1	0.010	0.012	0.009	0.009	0.013	0.009	0.010	0.002	16	
		2	0.013	0.009	0.011	0.009	0.009	0.007	0.010	0.002	20	
		3	0.015	0.011	0.012	0.010	0.010	0.012	0.012	0.002	15	
		4	0.015	0.012	0.012	0.010	0.010	0.010	0.011	0.002	19	
		5	0.011	0.011	0.012	0.011	0.015	0.015	0.012	0.002	17	
		6	0.013	0.010	0.014	0.015	0.015	0.015	0.014	0.002	15	
	0.100	1	0.064	0.060	0.071	0.050	0.055	0.074	0.062	0.009	15	
		2	0.048	0.068	0.043	0.070	0.065	0.061	0.059	0.011	19	
		3	0.046	0.046	0.056	0.045	0.070	0.049	0.052	0.010	19	
		4	0.044	0.046	0.065	0.061	0.056	0.056	0.055	0.008	15	
		5	0.056	0.055	0.070	0.074	0.044	0.056	0.059	0.011	19	
		6	0.052	0.064	0.058	0.066	0.070	0.062	0.062	0.006	10	
	0.500	1	0.300	0.397	0.397	0.419	0.434	0.327	0.379	0.053	14	

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	实验室号	测定值(mg/kg)						平均值 — \bar{x}_i (mg/kg)	标准 偏差 Si (mg/kg)	相对标准 偏差 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
		2	0.388	0.320	0.336	0.305	0.367	0.419	0.356	0.043	12
		3	0.419	0.442	0.458	0.345	0.356	0.385	0.401	0.046	12
		4	0.301	0.319	0.365	0.433	0.465	0.460	0.390	0.072	18
		5	0.478	0.398	0.411	0.379	0.347	0.360	0.395	0.047	12
		6	0.483	0.395	0.413	0.329	0.348	0.310	0.380	0.064	17
间-二甲苯	0.025	1	0.010	0.014	0.015	0.011	0.015	0.011	0.013	0.002	18
		2	0.012	0.014	0.014	0.014	0.008	0.013	0.013	0.002	19
		3	0.009	0.009	0.010	0.009	0.014	0.011	0.010	0.002	19
		4	0.012	0.011	0.009	0.011	0.010	0.010	0.011	0.001	9.5
		5	0.012	0.011	0.016	0.013	0.017	0.013	0.014	0.002	17
		6	0.010	0.010	0.013	0.012	0.011	0.013	0.012	0.001	11
	0.100	1	0.053	0.064	0.055	0.064	0.051	0.070	0.060	0.007	12
		2	0.052	0.057	0.046	0.069	0.044	0.064	0.055	0.010	18
		3	0.046	0.050	0.057	0.045	0.068	0.042	0.051	0.010	19
		4	0.046	0.055	0.059	0.064	0.056	0.045	0.054	0.007	14
		5	0.043	0.046	0.054	0.063	0.047	0.060	0.052	0.008	16
		6	0.050	0.059	0.062	0.067	0.055	0.066	0.060	0.006	11
	0.500	1	0.299	0.397	0.397	0.418	0.431	0.327	0.378	0.053	14
		2	0.398	0.330	0.344	0.314	0.378	0.422	0.364	0.042	12
		3	0.422	0.445	0.458	0.347	0.359	0.337	0.395	0.053	13
		4	0.301	0.320	0.367	0.487	0.466	0.462	0.401	0.081	20
		5	0.478	0.400	0.414	0.331	0.347	0.311	0.380	0.062	16
		6	0.476	0.396	0.410	0.333	0.399	0.329	0.390	0.055	14
异丙苯	0.025	1	0.008	0.009	0.008	0.008	0.011	0.010	0.009	0.001	11
		2	0.010	0.008	0.012	0.008	0.010	0.008	0.009	0.002	18
		3	0.010	0.010	0.011	0.009	0.009	0.012	0.010	0.001	11
		4	0.014	0.012	0.010	0.009	0.009	0.010	0.011	0.002	19
		5	0.012	0.011	0.010	0.012	0.016	0.012	0.012	0.002	17
		6	0.012	0.010	0.013	0.012	0.010	0.013	0.012	0.001	9.7
	0.100	1	0.062	0.059	0.054	0.058	0.058	0.052	0.057	0.004	6.4
		2	0.051	0.071	0.044	0.069	0.062	0.059	0.059	0.010	17
		3	0.049	0.053	0.063	0.052	0.051	0.051	0.053	0.005	10
		4	0.054	0.069	0.062	0.049	0.049	0.049	0.055	0.008	15
		5	0.049	0.058	0.053	0.051	0.045	0.069	0.054	0.008	16
		6	0.060	0.051	0.060	0.067	0.058	0.050	0.058	0.006	11
	0.500	1	0.326	0.399	0.399	0.329	0.335	0.356	0.357	0.034	9.5
		2	0.368	0.316	0.353	0.306	0.360	0.410	0.352	0.038	11
		3	0.410	0.452	0.459	0.352	0.368	0.347	0.398	0.050	13
		4	0.348	0.282	0.334	0.443	0.402	0.487	0.383	0.076	20

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	实验室号	测定值(mg/kg)						平均值 — \bar{x}_i (mg/kg)	标准偏差 Si (mg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
		5	0.446	0.379	0.397	0.320	0.375	0.304	0.370	0.052	14
		6	0.452	0.379	0.399	0.335	0.390	0.352	0.384	0.041	11
邻-二甲苯	0.025	1	0.009	0.011	0.014	0.009	0.013	0.009	0.011	0.002	20
		2	0.012	0.012	0.013	0.011	0.008	0.011	0.011	0.002	16
		3	0.010	0.009	0.012	0.012	0.012	0.010	0.011	0.002	14
		4	0.011	0.009	0.009	0.013	0.009	0.008	0.010	0.002	19
		5	0.010	0.013	0.014	0.011	0.017	0.012	0.013	0.002	18
		6	0.014	0.010	0.011	0.013	0.011	0.011	0.012	0.002	13
	0.100	1	0.052	0.043	0.057	0.066	0.068	0.062	0.058	0.009	16
		2	0.049	0.068	0.043	0.057	0.047	0.063	0.054	0.010	18
		3	0.053	0.061	0.038	0.047	0.049	0.048	0.049	0.008	15
		4	0.043	0.057	0.053	0.063	0.043	0.046	0.051	0.008	16
		5	0.048	0.067	0.050	0.059	0.044	0.052	0.053	0.008	16
		6	0.064	0.048	0.061	0.070	0.073	0.066	0.063	0.009	14
	0.500	1	0.285	0.391	0.391	0.392	0.407	0.361	0.371	0.045	12
		2	0.372	0.357	0.321	0.341	0.358	0.409	0.360	0.030	8.3
		3	0.409	0.411	0.426	0.326	0.327	0.308	0.368	0.053	14
		4	0.323	0.292	0.344	0.452	0.440	0.449	0.383	0.072	19
		5	0.441	0.376	0.377	0.348	0.365	0.379	0.381	0.032	8.3
		6	0.446	0.364	0.378	0.348	0.364	0.328	0.371	0.040	11
正丙苯	0.025	1	0.008	0.009	0.009	0.008	0.012	0.008	0.009	0.002	18
		2	0.009	0.009	0.011	0.009	0.008	0.008	0.009	0.001	14
		3	0.011	0.013	0.010	0.012	0.009	0.009	0.011	0.002	15
		4	0.012	0.009	0.009	0.008	0.007	0.008	0.009	0.002	19
		5	0.010	0.009	0.010	0.010	0.014	0.010	0.010	0.002	16
		6	0.012	0.010	0.011	0.013	0.010	0.009	0.011	0.001	12
	0.100	1	0.053	0.052	0.065	0.066	0.060	0.055	0.059	0.006	10
		2	0.047	0.054	0.037	0.063	0.059	0.057	0.053	0.009	18
		3	0.050	0.052	0.056	0.050	0.048	0.049	0.051	0.003	5.6
		4	0.038	0.064	0.059	0.057	0.065	0.067	0.058	0.010	18
		5	0.041	0.061	0.048	0.065	0.044	0.064	0.054	0.010	19
		6	0.064	0.052	0.067	0.069	0.065	0.067	0.064	0.006	9.8
	0.500	1	0.384	0.314	0.314	0.345	0.360	0.366	0.347	0.028	8.2
		2	0.382	0.374	0.332	0.309	0.336	0.384	0.353	0.031	8.9
		3	0.384	0.421	0.439	0.325	0.345	0.324	0.373	0.050	13
		4	0.303	0.320	0.318	0.427	0.418	0.468	0.376	0.070	19
		5	0.438	0.362	0.383	0.354	0.315	0.384	0.373	0.041	11
		6	0.443	0.383	0.385	0.343	0.325	0.334	0.369	0.044	12
苯	0.025	1	0.006	0.010	0.009	0.009	0.010	0.007	0.009	0.002	19

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	实验室号	测定值(mg/kg)						平均值 — \bar{x}_i (mg/kg)	标准偏差 Si (mg/kg)	相对标准偏差 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
乙烯		2	0.008	0.008	0.010	0.010	0.009	0.009	0.009	0.001	12
		3	0.010	0.008	0.009	0.009	0.011	0.009	0.009	0.001	10
		4	0.013	0.009	0.010	0.009	0.010	0.009	0.010	0.002	15
		5	0.009	0.010	0.011	0.010	0.009	0.010	0.010	0.001	6.3
		6	0.011	0.013	0.012	0.011	0.013	0.010	0.012	0.001	12
		0.100	1	0.043	0.042	0.053	0.059	0.054	0.054	0.051	0.007
	2	0.054	0.046	0.045	0.040	0.050	0.059	0.049	0.007	14	
	3	0.040	0.046	0.043	0.042	0.035	0.048	0.042	0.005	11	
	4	0.040	0.062	0.044	0.048	0.049	0.055	0.050	0.008	16	
	5	0.041	0.061	0.042	0.062	0.047	0.061	0.052	0.010	19	
	6	0.045	0.052	0.047	0.045	0.057	0.056	0.050	0.006	11	
	0.500	1	0.296	0.333	0.333	0.359	0.318	0.350	0.331	0.023	6.9
	2	0.299	0.350	0.363	0.341	0.385	0.390	0.355	0.033	9.4	
	3	0.340	0.311	0.322	0.390	0.389	0.380	0.355	0.035	10	
	4	0.346	0.369	0.279	0.317	0.324	0.336	0.328	0.031	9.3	
	5	0.367	0.344	0.328	0.344	0.362	0.332	0.346	0.016	4.5	
	6	0.352	0.359	0.358	0.350	0.412	0.282	0.352	0.041	12	

表 1-8 固体废物水浸出液精密度测试数据

化合物名称	加标浓度 (μg/L)	实验室号	测定值(mg/kg)						平均值 — \bar{x}_i (μg/L)	标准偏差 Si (μg/L)	相对标准偏差 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
苯	5.00	1	4.53	4.44	4.46	4.86	4.69	4.53	4.59	0.161	3.5
		2	4.88	4.62	4.13	4.00	4.88	4.52	4.51	0.372	8.2
		3	4.28	4.24	4.50	4.79	4.51	4.65	4.49	0.211	4.7
		4	4.48	4.42	4.56	4.81	4.69	4.89	4.64	0.186	4.0
		5	4.02	4.09	4.26	4.53	4.50	4.61	4.33	0.248	5.7
		6	4.63	4.62	4.72	4.99	4.94	5.10	4.83	0.201	4.2
	20.0	1	19.6	18.4	18.0	20.1	20.0	20.0	19.3	0.926	4.8
	2	18.7	18.6	20.0	20.6	19.9	20.0	19.7	0.817	4.2	
	3	19.1	18.8	19.6	20.9	20.2	21.2	20.0	0.952	4.8	
	4	19.3	18.9	19.4	20.2	20.0	21.5	19.9	0.917	4.6	
	5	18.4	18.6	17.0	16.0	18.7	17.0	17.6	1.08	6.1	
	6	19.4	18.9	19.3	19.4	19.8	19.7	19.4	0.301	1.6	
	100	1	99.7	96.0	93.9	100	100	102	98.7	3.12	3.2
	2	96.6	96.0	101	104	101	101	100	3.17	3.2	
	3	96.2	94.4	98.6	105	102	101	99.5	3.88	3.9	
	4	96.1	94.5	96.9	101	99.8	101	98.3	2.80	2.8	

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	测定值(mg/kg)						平均值 — \bar{x}_i (μg/L)	标准偏差 Si (μg/L)	相对标准偏差 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
		5	96.0	97.4	102	96.4	95.0	102	98.2	3.13	3.2
		6	98.0	95.7	97.4	98.2	99.0	99.4	98.0	1.31	1.3
甲苯	5.00	1	8.77	9.17	7.66	7.58	8.82	8.77	8.46	0.669	7.9
		2	9.32	8.66	8.02	7.89	8.31	8.52	8.45	0.515	6.1
		3	7.26	8.22	8.51	7.82	7.54	7.70	7.84	0.454	5.8
		4	9.48	9.42	9.51	8.94	9.67	8.96	9.33	0.304	3.3
		5	8.58	8.57	8.60	8.69	8.49	7.99	8.49	0.252	3.0
		6	9.52	9.51	8.65	8.98	8.83	9.07	9.09	0.356	3.9
	20.0	1	23.0	22.9	23.8	23.3	22.9	22.6	23.1	0.408	1.8
		2	21.7	21.5	21.4	21.8	21.9	21.8	21.7	0.193	0.9
		3	23.1	22.9	22.7	22.8	23.1	22.2	22.8	0.330	1.4
		4	24.1	24.9	25.3	24.1	24.0	24.3	24.4	0.526	2.2
		5	21.4	21.3	20.7	21.8	21.9	20.0	21.2	0.703	3.3
		6	24.4	24.5	24.8	24.2	24.3	24.7	24.5	0.228	0.9
	100	1	95.5	95.0	99.5	102	100	102	99.1	3.26	3.3
		2	100	99.6	104	102	103	102	102	1.63	1.6
		3	96.0	95.0	99.1	105	101	107	101	4.72	4.7
		4	95.7	94.8	96.7	101	100	103	98.5	3.19	3.2
		5	97.5	97.0	99.0	99.4	99.9	96.7	98.3	1.38	1.4
		6	100	99.7	101	97.9	102	101	100	1.40	1.4
乙苯	5.00	1	4.29	4.69	4.69	4.63	4.01	4.79	4.52	0.303	6.7
		2	4.79	4.65	4.19	4.58	4.50	4.84	4.59	0.235	5.1
		3	4.25	4.23	4.55	4.69	4.53	4.55	4.47	0.186	4.2
		4	4.50	4.41	4.61	4.90	4.75	4.97	4.69	0.224	4.8
		5	3.94	3.86	3.98	4.17	4.11	4.46	4.09	0.216	5.3
		6	4.82	4.94	4.65	4.64	4.63	4.37	4.68	0.193	4.1
	20.0	1	19.0	18.9	20.2	20.9	19.9	20.7	19.9	0.871	4.4
		2	19.3	19.1	19.2	20.8	19.8	20.8	19.8	0.795	4.0
		3	19.1	18.8	19.8	20.7	20.0	20.5	19.8	0.750	3.8
		4	18.9	19.1	19.7	20.4	19.8	20.2	19.7	0.585	3.0
		5	19.9	19.3	20.1	19.5	20.1	19.4	19.7	0.329	1.7
		6	19.2	19.2	19.2	19.6	19.4	19.1	19.3	0.170	0.9
	100	1	95.3	94.6	102	101	100	104	99.4	3.65	3.7
		2	96.6	97.8	96.3	102	99.3	101	99.0	2.50	2.5
		3	101	99.0	104	107	105	105	104	3.07	3.0
		4	100	101	104	97.8	103	102	101	2.13	2.1
		5	99.7	97.0	101	98.0	102	97.5	99.1	1.91	1.9
		6	96.1	96.2	96.5	97.2	97.1	96.0	96.5	0.534	0.6
对	5.00	1	4.24	4.88	3.99	4.79	4.23	4.24	4.39	0.354	8.1

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	测定值(mg/kg)						平均值 — \bar{x}_i (μg/L)	标准偏差 Si (μg/L)	相对标准偏差 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
-二甲苯		2	4.33	4.31	4.51	4.87	4.54	4.71	4.55	0.218	4.8
		3	4.59	4.55	5.02	5.12	4.90	4.86	4.84	0.229	4.7
		4	4.48	4.44	4.63	4.89	4.74	4.99	4.69	0.220	4.7
		5	3.89	3.85	3.94	4.14	4.11	4.41	4.06	0.207	5.1
		6	4.65	4.32	4.87	4.66	4.35	4.89	4.62	0.245	5.3
		20.0	1	18.8	18.7	19.6	21.0	19.7	20.2	19.7	0.854
	2	19.2	19.0	19.2	20.3	19.7	20.5	19.7	0.649	3.3	
	3	19.5	19.9	20.2	21.5	21.0	21.3	20.6	0.817	4.0	
	4	18.0	17.2	19.5	19.1	18.2	17.8	18.3	0.858	4.7	
	5	19.2	18.9	19.2	19.3	19.3	18.8	19.1	0.238	1.2	
	6	19.1	19.0	19.1	19.6	19.5	19.5	19.3	0.258	1.3	
	100	1	95.1	94.3	98.9	102	100	102	98.6	3.31	3.4
	2	96.7	95.9	96.6	102	99.5	102	98.8	2.79	2.8	
	3	99.0	98.7	100	107	104	106	102	3.60	3.5	
	4	86.6	84.6	91.9	92.0	95.2	90.6	90.2	3.89	4.3	
	5	96.8	95.2	97.2	97.6	97.7	96.0	96.8	0.987	1.0	
	6	96.2	95.6	96.4	98.6	98.3	98.3	97.2	1.30	1.3	
	间-二甲苯	5.00	1	4.00	4.57	4.98	4.86	4.89	5.00	4.72	0.384
2			4.28	4.25	4.56	4.72	4.48	4.67	4.49	0.196	4.4
3			4.53	4.49	4.51	4.88	4.65	4.89	4.66	0.187	4.0
4			4.28	4.20	4.46	4.68	4.50	4.63	4.46	0.188	4.2
5			4.21	4.24	4.39	4.58	4.42	4.52	4.39	0.148	3.4
6			4.42	4.40	4.49	4.51	4.53	4.39	4.46	0.063	1.4
20.0		1	18.8	18.7	19.7	20.6	19.6	20.0	19.6	0.725	3.7
		2	19.1	18.9	19.3	20.5	19.8	20.7	19.7	0.748	3.8
		3	19.2	19.9	20.6	21.3	20.7	20.5	20.4	0.708	3.5
		4	19.1	18.8	19.5	20.4	19.9	20.5	19.7	0.682	3.5
		5	19.1	18.8	19.3	19.4	19.6	19.0	19.2	0.273	1.4
		6	19.3	19.2	19.4	19.7	19.6	19.6	19.4	0.204	1.1
100		1	95.6	95.3	100	102	100	102	99.1	2.93	3.0
		2	96.8	95.8	97.7	104	100	101	99.2	3.02	3.0
		3	102	106	99.4	105	102	102	103	2.34	2.3
		4	99.7	98.5	102	101	102	101	101	1.38	1.4
		5	97.4	95.5	98.0	98.6	102	96.8	98.1	2.37	2.4
		6	97.6	98.0	97.9	99.7	99.0	99.2	98.6	0.818	0.8
异丙苯	5.00	1	4.00	4.79	4.95	4.89	4.05	5.00	4.61	0.462	10
		2	4.30	4.27	4.48	4.79	4.51	4.61	4.49	0.195	4.3
		3	4.51	4.47	4.50	4.77	4.64	4.83	4.62	0.153	3.3
		4	4.62	3.70	3.77	4.08	3.97	4.04	4.03	0.325	8.1

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	测定值(mg/kg)						平均值 — \bar{x}_i (μg/L)	标准偏差 Si (μg/L)	相对标准偏差 RSD(%)	
			1	2	3	4	5	6				
		5	3.96	3.86	4.33	4.33	4.01	3.79	4.05	0.235	5.8	
		6	4.48	4.36	4.52	4.40	4.53	4.38	4.44	0.074	1.7	
	20.0	1	19.0	18.7	19.9	21.1	20.0	20.3	19.8	0.864	4.4	
		2	20.2	20.1	20.8	21.2	19.7	20.2	20.4	0.539	2.6	
		3	18.1	18.8	18.9	19.7	19.3	18.9	18.9	0.519	2.7	
		4	19.3	19.0	19.7	20.5	20.1	20.5	19.8	0.640	3.2	
		5	19.4	19.0	19.5	19.5	19.7	19.2	19.4	0.238	1.2	
		6	20.6	20.2	20.8	18.9	20.3	18.9	20.0	0.836	4.2	
	100	1	95.9	94.4	101	102	101	102	99.3	3.30	3.3	
		2	96.9	96.5	97.6	100	98.3	102	98.5	2.20	2.2	
		3	96.0	99.4	100	101	102	100	99.8	2.08	2.1	
		4	100	98.8	103	101	104	104	102	2.19	2.2	
		5	98.0	96.1	98.6	98.4	101	96.8	98.2	1.80	1.8	
		6	96.7	94.9	96.8	89.0	95.5	88.8	93.6	3.74	4.0	
	邻-二甲苯	5.00	1	4.02	4.73	4.77	4.85	4.69	4.02	4.51	0.385	8.5
			2	4.28	4.27	4.48	4.70	4.46	4.56	4.46	0.165	3.7
			3	4.48	4.44	4.52	4.81	4.64	4.85	4.62	0.176	3.8
			4	3.96	4.12	4.30	4.49	4.33	4.27	4.25	0.182	4.3
5			4.19	4.13	4.30	4.53	4.41	4.54	4.35	0.171	3.9	
6			4.38	4.31	4.40	4.42	4.42	4.30	4.37	0.054	1.2	
20.0		1	18.7	18.6	19.8	20.7	19.8	20.0	19.6	0.807	4.1	
		2	19.0	18.8	19.8	20.5	19.5	20.1	19.6	0.653	3.3	
		3	17.6	19.6	18.1	18.0	19.3	17.6	18.4	0.872	4.7	
		4	19.0	18.7	19.3	20.3	19.9	20.4	19.6	0.715	3.6	
		5	19.2	18.8	19.3	19.4	19.5	19.0	19.2	0.262	1.4	
		6	19.1	18.4	18.5	17.7	18.7	18.2	18.4	0.463	2.5	
100		1	95.4	94.6	101	101	101	103	99.2	3.35	3.4	
		2	100	99.3	105	102	103	101	102	1.95	1.9	
		3	99.7	101	91.1	90.4	97.4	98.7	96.3	4.45	4.6	
		4	98.3	96.9	100	100	103	103	100	2.47	2.5	
		5	97.7	95.8	98.5	98.6	101	96.9	98.2	1.94	2.0	
		6	101	97.4	97.8	96.8	99.2	96.2	98.0	1.74	1.8	
正丙苯	5.00	1	4.21	4.09	4.14	4.20	4.32	4.21	4.19	0.076	1.8	
		2	4.38	4.31	4.59	4.85	4.60	4.69	4.57	0.199	4.4	
		3	4.53	4.51	4.65	4.75	4.40	4.98	4.64	0.207	4.5	
		4	4.61	4.77	4.81	4.00	4.89	4.80	4.65	0.329	7.1	
		5	4.24	4.17	4.35	4.55	4.44	4.56	4.39	0.161	3.7	
		6	4.36	4.27	4.39	4.41	4.45	4.33	4.37	0.062	1.4	
	20.0	1	19.0	18.8	19.9	21.2	20.0	20.6	19.9	0.934	4.7	

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	测定值(mg/kg)						平均值 — \bar{x}_i (μg/L)	标准偏差 Si (μg/L)	相对标准偏差 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
		2	19.0	18.8	19.4	20.4	19.9	20.8	19.7	0.790	4.0
		3	19.3	19.6	20.3	21.4	21.3	21.8	20.6	1.03	5.0
		4	19.2	19.2	19.6	20.7	20.5	21.2	20.1	0.835	4.2
		5	19.5	19.2	19.7	19.7	19.9	19.2	19.5	0.272	1.4
		6	19.3	19.2	19.5	19.9	19.8	19.9	19.6	0.282	1.4
		100	1	95.5	94.7	100	101	101	102	99.1	3.11
	2	96.7	95.4	98.3	104	101	102	99.5	3.19	3.2	
	3	96.7	98.3	102	104	103	101	101	2.66	2.6	
	4	95.1	94.9	96.9	102	101	102	98.7	3.47	3.5	
	5	98.1	96.9	99.0	99.2	102	96.6	98.6	2.00	2.0	
	6	98.3	97.7	99.3	101	98.4	99.2	99.0	1.12	1.1	
	苯乙烯	5.00	1	4.83	4.04	4.98	4.08	4.24	4.83	4.50	0.427
2			4.27	4.24	4.50	4.72	4.51	4.57	4.47	0.184	4.1
3			3.75	3.70	3.95	4.13	4.89	5.02	4.24	0.579	14
4			4.42	4.94	4.53	4.50	4.83	4.42	4.61	0.223	4.9
5			4.14	4.07	4.23	4.47	4.38	4.50	4.30	0.179	4.2
6			4.48	4.39	4.50	4.50	4.53	4.42	4.47	0.055	1.2
20.0		1	19.0	18.8	20.0	21.4	20.2	20.9	20.1	1.05	5.2
		2	19.2	18.9	19.3	21.2	20.0	21.3	20.0	1.02	5.1
		3	20.0	19.9	20.1	20.5	19.6	21.8	20.3	0.770	3.8
		4	19.2	19.1	19.7	21.1	20.5	21.5	20.2	1.01	5.0
		5	19.7	19.5	20.0	20.0	20.2	19.4	19.8	0.312	1.6
		6	19.4	19.4	19.5	19.7	19.5	19.3	19.5	0.149	0.8
100		1	95.4	94.4	101	101	102	104	99.5	3.74	3.8
		2	97.9	96.6	96.5	106	100	106	100	4.44	4.4
		3	94.9	94.6	95.2	97.0	94.9	101	96.3	2.59	2.7
		4	94.6	94.2	97.3	101	101	102	98.4	3.48	3.5
		5	99.2	98.0	101	101	102	97.4	99.7	1.84	1.8
		6	96.7	97.0	97.6	97.4	97.4	96.2	97.1	0.516	0.5

表 1-9 固体废物醋酸浸出液精密度测试数据

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	测定值(mg/kg)						平均值 — \bar{x}_i (μg/L)	标准偏差 Si (μg/L)	相对标准偏差 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
苯	5.00	1	4.32	4.87	4.66	4.35	4.89	4.37	4.58	0.265	5.8
		2	4.31	4.38	4.42	4.15	4.47	4.63	4.39	0.160	3.6
		3	4.58	3.96	4.70	4.68	4.68	4.80	4.57	0.303	6.6
		4	4.53	4.78	4.95	4.91	5.02	4.98	4.86	0.180	3.7

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	测定值(mg/kg)						平均值 — \bar{x}_i (μg/L)	标准偏差 Si (μg/L)	相对标准偏差 RSD(%)	
			1	2	3	4	5	6				
		5	4.87	4.25	5.11	5.00	4.46	4.87	4.76	0.331	7.0	
		6	4.33	4.67	4.81	4.65	4.67	4.52	4.61	0.163	3.5	
	20.0	1	18.4	23.0	19.6	20.2	20.5	20.7	20.4	1.50	7.4	
		2	20.4	21.1	21.6	21.0	20.7	19.3	20.7	0.766	3.7	
		3	19.6	19.8	20.3	19.6	19.9	18.9	19.7	0.449	2.3	
		4	19.8	20.1	20.7	20.2	20.5	19.5	20.1	0.432	2.1	
		5	19.3	19.5	19.7	19.9	20.4	20.3	19.8	0.440	2.2	
		6	19.4	19.6	19.7	19.8	21.3	20.6	20.1	0.721	3.6	
	100	1	95.7	97.4	98.2	100	99.4	103	99.0	2.44	2.5	
		2	97.8	98.7	101	101	102	102	100	1.73	1.7	
		3	99.5	100	104	103	106	104	103	2.59	2.5	
		4	88.5	92.4	98.3	95.3	99.7	92.3	94.4	4.19	4.4	
		5	90.8	93.1	97.0	95.8	103	96.1	96.0	4.14	4.3	
		6	92.9	94.2	93.9	93.8	96.2	99.2	95.0	2.33	2.4	
	甲苯	5.00	1	7.40	7.49	7.51	7.53	7.09	7.68	7.45	0.201	2.7
			2	6.56	6.62	7.47	6.05	7.59	6.93	6.87	0.586	8.5
			3	7.57	6.61	6.74	6.70	6.76	7.76	7.02	0.502	7.2
			4	7.27	7.70	7.90	7.85	8.18	7.90	7.80	0.301	3.9
5			7.54	6.55	7.91	8.77	7.74	7.45	7.66	0.721	9.4	
6			8.41	8.86	8.96	8.74	8.71	8.61	8.71	0.194	2.2	
20.0		1	20.0	20.2	20.4	20.1	20.2	19.1	20.0	0.453	2.3	
		2	20.4	20.4	21.1	20.7	21.0	19.9	20.6	0.435	2.1	
		3	20.4	21.0	21.4	21.3	21.0	19.7	20.8	0.652	3.1	
		4	21.0	21.6	22.1	22.0	21.7	20.5	21.5	0.623	2.9	
		5	20.1	20.2	19.3	19.3	19.7	19.9	19.8	0.390	2.0	
		6	20.1	20.2	20.5	20.6	21.2	21.0	20.6	0.428	2.1	
100		1	99.7	101	97.9	104	101	106	102	2.91	2.9	
		2	100	100	98.1	102	101	102	100	1.36	1.4	
		3	99.5	92.9	96.6	101	99.6	99.7	98.3	3.04	3.1	
		4	89.0	92.8	98.1	95.1	100	92.7	94.6	4.00	4.2	
		5	90.9	92.8	96.7	96.2	102	95.5	95.7	3.89	4.1	
		6	92.5	95.0	84.2	95.4	95.4	93.2	92.6	4.29	4.6	
乙苯	5.00	1	4.06	4.52	4.40	4.53	4.38	4.74	4.44	0.226	5.1	
		2	4.51	4.42	4.60	4.15	4.40	4.57	4.44	0.162	3.7	
		3	4.76	3.76	4.66	4.83	4.38	4.84	4.54	0.418	9.2	
		4	4.38	4.75	4.64	4.86	5.08	4.79	4.75	0.235	5.0	
		5	4.57	4.90	5.08	4.82	5.02	4.81	4.87	0.180	3.7	
		6	4.52	4.55	4.92	4.69	4.93	4.54	4.69	0.192	4.1	
	20.0	1	19.5	20.0	20.1	19.6	20.1	18.6	19.7	0.563	2.9	

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	测定值(mg/kg)						平均值 — \bar{x}_i (μg/L)	标准偏差 Si (μg/L)	相对标准偏差 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
		2	20.3	20.6	21.0	20.8	21.2	19.3	20.5	0.691	3.4
		3	19.7	19.9	20.0	19.8	20.3	18.3	19.7	0.702	3.6
		4	20.8	21.3	21.8	21.6	21.4	20.1	21.2	0.609	2.9
		5	19.0	19.0	19.3	19.4	19.9	19.8	19.4	0.384	2.0
		6	20.2	20.3	20.6	20.6	21.0	21.1	20.6	0.376	1.8
		100	1	96.2	96.5	98.2	97.1	96.0	97.5	96.9	0.853
	100	2	99.3	100	102	101	102	104	102	1.65	1.6
		3	96.6	98.2	92.8	93.2	89.5	95.3	94.3	3.08	3.3
		4	91.3	96.2	101	97.1	99.6	94.8	96.6	3.34	3.5
		5	94.6	97.6	101	98.3	100	95.3	97.9	2.62	2.7
		6	92.4	90.5	93.8	92.8	99.2	90.8	93.3	3.17	3.4
		对-二甲苯	5.00	1	4.01	4.40	4.42	4.42	4.30	4.59	4.35
2	4.46			4.30	4.60	4.08	4.59	4.61	4.44	0.212	4.8
3	4.73			3.78	4.88	4.81	4.86	4.95	4.67	0.440	9.4
4	4.42			4.79	4.53	4.56	5.38	4.69	4.73	0.344	7.3
5	4.29			4.50	4.82	4.53	4.63	4.41	4.53	0.184	4.1
6	4.53			4.56	4.83	4.70	4.89	4.54	4.67	0.158	3.4
20.0	1		19.7	19.9	20.1	19.7	20.1	18.9	19.7	0.470	2.4
	2		19.6	20.0	20.4	20.0	20.2	18.3	19.8	0.759	3.8
	3		21.2	21.6	22.2	22.2	21.7	20.6	21.6	0.610	2.8
	4		20.3	20.9	21.2	21.1	21.0	19.7	20.7	0.575	2.8
	5		19.6	19.5	19.9	19.8	20.4	20.4	19.9	0.380	1.9
	6		19.5	19.4	19.8	19.9	20.2	20.3	19.9	0.373	1.9
100	1		95.6	96.4	98.6	98.3	98.3	98.9	97.7	1.34	1.4
	2		102	102	99.3	104	103	103	102	1.61	1.6
	3		99.5	89.2	97.5	100	100	99.5	97.7	4.29	4.4
	4		95.5	96.9	103	101	102	95.8	99.1	3.47	3.5
	5		89.2	90.7	96.7	90.4	86.1	101	92.3	5.52	6.0
	6		97.2	99.1	87.7	98.9	101	101	97.5	4.97	5.1
间-二甲苯	5.00	1	4.07	4.39	4.41	4.45	4.33	4.58	4.37	0.168	3.8
		2	4.49	4.53	4.61	4.06	4.59	4.65	4.49	0.219	4.9
		3	4.96	3.92	4.81	5.05	4.98	4.97	4.78	0.429	9.0
		4	4.58	4.77	4.69	4.82	5.23	4.78	4.81	0.220	4.6
		5	4.36	4.57	4.80	4.56	4.66	4.45	4.57	0.154	3.4
		6	4.52	4.61	4.90	4.73	4.95	4.61	4.72	0.173	3.7
	20.0	1	19.7	20.2	20.4	20.0	20.5	19.4	20.0	0.410	2.0
		2	21.3	21.3	22.0	21.3	21.8	18.5	21.0	1.26	6.0
		3	20.7	21.3	21.8	21.5	21.4	20.2	21.2	0.593	2.8
		4	20.3	20.9	21.1	21.0	20.8	19.7	20.6	0.547	2.7

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	测定值(mg/kg)						平均值 — \bar{x}_i (μg/L)	标准偏差 Si (μg/L)	相对标准偏差 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
		5	18.9	18.9	19.4	19.4	19.8	19.9	19.4	0.423	2.2
		6	20.9	21.1	20.6	20.6	21.5	21.6	21.1	0.427	2.0
	100	1	97.0	97.9	99.7	99.0	99.2	101	98.9	1.25	1.3
		2	93.8	93.5	91.9	95.3	94.4	93.9	93.8	1.14	1.2
		3	100	90.0	98.3	101	101	100	98.5	4.29	4.4
		4	99.3	103	106	103	102	98.1	102	2.94	2.9
		5	92.4	95.7	100	97.7	100	94.7	96.9	3.16	3.3
		6	85.4	93.3	97.8	96.6	96.4	96.0	94.2	4.59	4.9
异丙苯	5.00	1	4.09	4.50	4.50	4.53	4.42	4.71	4.46	0.205	4.6
		2	4.53	4.66	4.24	4.55	4.23	4.70	4.49	0.204	4.5
		3	4.50	3.49	4.41	4.57	4.53	4.50	4.33	0.418	9.7
		4	4.53	4.83	4.75	4.88	5.08	4.84	4.82	0.179	3.7
		5	4.28	4.56	4.83	4.57	4.66	4.45	4.56	0.184	4.0
		6	4.93	5.12	5.24	4.79	4.55	5.07	4.95	0.250	5.0
	20.0	1	19.6	20.0	20.1	19.6	20.0	18.8	19.7	0.469	2.4
		2	21.0	21.4	22.2	21.8	21.4	19.0	21.2	1.12	5.3
		3	20.2	20.7	20.9	16.1	20.1	18.0	19.3	1.89	9.8
		4	20.1	20.8	21.0	20.7	20.7	19.5	20.4	0.580	2.8
		5	18.6	18.6	19.0	19.1	19.5	19.6	19.1	0.422	2.2
		6	20.2	20.4	20.5	20.7	22.1	21.3	20.9	0.718	3.4
	100	1	94.9	97.8	89.0	95.5	88.8	98.6	94.1	4.27	4.5
		2	86.6	87.3	95.1	97.3	95.0	95.1	92.8	4.55	4.9
		3	99.8	89.7	98.7	101	101	101	98.6	4.46	4.5
		4	92.9	93.7	97.5	95.4	93.6	89.4	93.8	2.69	2.9
		5	93.5	97.0	101	98.8	101	96.1	97.9	2.95	3.0
		6	87.4	85.9	89.1	88.3	87.8	93.3	88.7	2.53	2.9
邻-二甲苯	5.00	1	4.19	4.41	4.42	4.45	4.34	4.62	4.40	0.141	3.2
		2	4.61	4.63	4.44	4.29	4.55	4.59	4.52	0.129	2.9
		3	4.32	3.35	4.24	4.35	4.24	4.25	4.12	0.381	9.2
		4	4.61	4.81	4.75	4.87	5.19	4.89	4.85	0.191	3.9
		5	4.32	4.59	4.81	4.59	4.65	4.46	4.57	0.169	3.7
		6	4.69	4.94	5.12	4.88	5.02	4.77	4.90	0.158	3.2
	20.0	1	19.0	19.6	19.6	19.2	19.7	18.5	19.3	0.452	2.3
		2	19.4	19.8	20.1	19.9	20.0	19.0	19.7	0.407	2.1
		3	19.1	19.4	19.5	19.1	19.3	17.4	19.0	0.777	4.1
		4	20.0	20.3	20.7	20.8	21.3	20.1	20.5	0.492	2.4
		5	19.2	19.4	19.8	19.8	20.4	20.3	19.8	0.474	2.4
		6	19.0	19.2	19.5	19.5	19.8	20.0	19.5	0.358	1.8
	100	1	97.4	97.8	93.8	99.2	96.2	97.1	96.9	1.81	1.9

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	测定值(mg/kg)						平均值 — \bar{x}_i (μg/L)	标准偏差 Si (μg/L)	相对标准偏差 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
		2	102	102	105	104	106	107	104	1.94	1.9
		3	97.5	88.1	99.4	98.9	98.2	101	97.2	4.60	4.7
		4	98.0	90.4	89.7	96.3	88.2	87.5	91.7	4.39	4.8
		5	91.1	94.1	98.9	97.1	99.4	94.4	95.8	3.20	3.3
		6	86.9	84.8	86.8	84.7	84.8	94.6	87.1	3.81	4.4
		正丙苯	5.00	1	4.14	4.43	4.44	4.48	4.32	4.62	4.41
2	4.53			4.60	4.68	4.17	4.69	4.72	4.56	0.207	4.5
3	4.86			3.89	5.01	4.96	5.05	5.10	4.81	0.458	9.5
4	4.55			4.78	4.84	4.82	5.28	4.92	4.86	0.239	4.9
5	4.32			4.58	4.88	4.60	4.74	4.48	4.60	0.195	4.2
6	4.48			4.62	4.87	4.76	4.96	4.62	4.72	0.178	3.8
20.0	1		19.7	20.1	20.3	19.9	20.2	19.1	19.9	0.439	2.2
	2		20.1	20.2	20.6	20.3	20.4	18.3	20.0	0.875	4.4
	3		20.9	21.2	21.3	20.9	21.4	19.4	20.9	0.732	3.5
	4		20.0	20.2	20.7	20.4	21.4	20.3	20.5	0.495	2.4
	5		19.3	19.5	20.0	20.1	20.8	20.7	20.1	0.600	3.0
	6		19.5	19.7	20.0	20.2	20.8	20.5	20.1	0.471	2.3
100	1		97.7	99.3	101	100	101	102	100	1.49	1.5
	2		96.0	98.5	91.7	96.9	92.8	100	96.0	3.23	3.4
	3		98.5	88.7	99.9	99.5	96.8	103	97.7	4.80	4.9
	4		93.8	97.1	103	102	104	96.5	99.3	4.09	4.1
	5		91.3	93.3	98.5	97.6	101	93.8	95.9	3.61	3.8
	6		97.7	100	89.0	101	102	99.9	98.2	4.71	4.8
苯乙烯	5.00	1	4.18	4.50	4.49	4.53	4.35	4.70	4.46	0.175	3.9
		2	4.53	4.56	4.60	4.06	4.50	4.64	4.48	0.214	4.8
		3	4.64	3.76	4.43	4.68	4.48	4.83	4.47	0.376	8.4
		4	4.61	4.72	4.77	4.75	5.26	4.91	4.84	0.229	4.7
		5	4.32	4.61	4.93	4.65	4.81	4.54	4.64	0.214	4.6
		6	4.45	4.53	4.97	4.69	4.99	4.54	4.70	0.233	5.0
	20.0	1	19.9	20.3	20.6	20.3	20.2	19.1	20.0	0.507	2.5
		2	19.1	19.6	19.8	19.4	19.6	18.2	19.3	0.558	2.9
		3	19.5	20.0	20.2	20.0	20.4	19.4	19.9	0.388	2.0
		4	19.4	19.4	19.8	18.0	19.7	18.2	19.1	0.787	4.1
		5	18.1	17.3	17.6	17.7	18.7	18.0	17.9	0.491	2.7
		6	18.6	18.7	19.0	19.1	19.5	19.6	19.1	0.405	2.1
	100	1	97.0	97.6	98.4	97.4	96.2	99.3	97.7	1.07	1.1
		2	100	101	105	104	106	106	104	2.41	2.3
3		86.5	85.9	83.4	86.6	99.2	102	90.6	7.91	8.7	
4		91.0	91.7	93.9	89.1	101	94.1	93.5	4.22	4.5	

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	测定值(mg/kg)						平均值 — \bar{x}_i (μg/L)	标准偏差 Si (μg/L)	相对标准偏差 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
		5	91.1	94.0	101	97.6	102	94.1	96.6	4.36	4.5
		6	95.6	103	93.7	103	97.3	101	98.9	3.88	3.9

1.4 方法准确度测试数据

表 1-10 固体废物准确度测试数据

化合物名称	加标浓度(mg/kg)	实验室号	样品测定值(mg/kg)	加标后测定值(mg/kg)						平均值(mg/kg)	回收率Pi(%)
				1	2	3	4	5	6		
苯	0.025	1	0.000	0.015	0.016	0.017	0.018	0.018	0.018	0.017	68.6
		2	0.000	0.015	0.020	0.019	0.016	0.016	0.011	0.016	64.0
		3	0.000	0.017	0.019	0.019	0.017	0.016	0.017	0.017	69.5
		4	0.000	0.019	0.015	0.017	0.018	0.018	0.015	0.017	68.3
		5	0.000	0.015	0.016	0.018	0.018	0.021	0.019	0.018	71.8
		6	0.000	0.016	0.014	0.012	0.016	0.015	0.017	0.015	61.0
	0.100	1	0.000	0.072	0.077	0.064	0.070	0.077	0.064	0.071	70.7
		2	0.000	0.057	0.060	0.074	0.068	0.061	0.081	0.067	66.9
		3	0.000	0.063	0.064	0.057	0.064	0.056	0.059	0.060	60.4
		4	0.000	0.054	0.057	0.062	0.066	0.064	0.065	0.061	61.2
		5	0.000	0.062	0.069	0.062	0.065	0.064	0.062	0.064	64.2
		6	0.000	0.065	0.058	0.050	0.064	0.061	0.069	0.061	61.0
	0.500	1	0.000	0.472	0.434	0.484	0.447	0.401	0.422	0.443	88.7
		2	0.000	0.433	0.390	0.448	0.432	0.384	0.448	0.423	84.5
		3	0.000	0.398	0.411	0.415	0.484	0.465	0.450	0.437	87.5
		4	0.000	0.459	0.442	0.360	0.429	0.412	0.443	0.424	84.8
		5	0.000	0.448	0.360	0.371	0.474	0.483	0.465	0.433	86.7
		6	0.000	0.451	0.413	0.374	0.444	0.428	0.470	0.430	86.0
甲苯	0.025	1	0.062	0.076	0.074	0.071	0.071	0.075	0.070	0.073	43.3
		2	0.053	0.069	0.062	0.070	0.063	0.065	0.063	0.065	49.3
		3	0.044	0.060	0.057	0.048	0.057	0.065	0.058	0.058	54.0
		4	0.055	0.074	0.064	0.066	0.069	0.061	0.064	0.066	45.3
		5	0.059	0.079	0.074	0.072	0.070	0.067	0.066	0.071	49.3
		6	0.058	0.068	0.073	0.070	0.068	0.061	0.068	0.068	40.0
	0.100	1	0.062	0.128	0.119	0.152	0.110	0.099	0.145	0.126	63.5
		2	0.053	0.105	0.143	0.101	0.140	0.128	0.119	0.123	69.7
		3	0.044	0.092	0.095	0.099	0.095	0.105	0.093	0.097	52.5
		4	0.055	0.096	0.115	0.128	0.119	0.113	0.106	0.113	57.8
		5	0.059	0.100	0.116	0.106	0.114	0.107	0.115	0.110	50.7
		6	0.058	0.102	0.123	0.109	0.119	0.128	0.126	0.118	59.8

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	实验室号	样品测定值 (mg/kg)	加标后测定值(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	回收率 Pi(%)
				1	2	3	4	5	6		
	0.500	1	0.062	0.521	0.494	0.544	0.477	0.470	0.509	0.502	88.0
		2	0.053	0.535	0.515	0.454	0.519	0.496	0.477	0.499	89.3
		3	0.044	0.462	0.497	0.540	0.526	0.541	0.519	0.514	94.0
		4	0.055	0.509	0.522	0.488	0.524	0.493	0.514	0.508	90.6
		5	0.059	0.555	0.483	0.444	0.569	0.507	0.515	0.512	90.6
		6	0.058	0.510	0.491	0.544	0.469	0.450	0.480	0.490	86.5
乙 苯	0.025	1	0.000	0.009	0.011	0.011	0.009	0.014	0.009	0.010	40.8
		2	0.000	0.013	0.011	0.014	0.011	0.009	0.009	0.011	43.9
		3	0.000	0.015	0.015	0.014	0.012	0.011	0.011	0.013	51.6
		4	0.000	0.017	0.014	0.014	0.010	0.014	0.014	0.014	55.5
		5	0.000	0.011	0.013	0.012	0.010	0.015	0.010	0.012	47.7
		6	0.000	0.016	0.011	0.015	0.015	0.013	0.011	0.014	54.4
	0.100	1	0.000	0.063	0.062	0.051	0.056	0.075	0.064	0.062	61.7
		2	0.000	0.051	0.048	0.050	0.070	0.073	0.062	0.059	59.0
		3	0.000	0.051	0.056	0.039	0.054	0.051	0.043	0.049	49.1
		4	0.000	0.045	0.065	0.053	0.052	0.056	0.046	0.053	52.9
		5	0.000	0.050	0.065	0.052	0.064	0.046	0.055	0.055	55.2
		6	0.000	0.064	0.064	0.073	0.060	0.050	0.046	0.060	59.6
	0.500	1	0.000	0.396	0.407	0.407	0.377	0.429	0.366	0.397	79.4
		2	0.000	0.423	0.381	0.414	0.423	0.387	0.427	0.409	81.8
		3	0.000	0.377	0.405	0.409	0.417	0.427	0.416	0.408	81.7
		4	0.000	0.363	0.404	0.350	0.394	0.357	0.423	0.382	76.3
		5	0.000	0.427	0.331	0.341	0.427	0.427	0.465	0.403	80.6
		6	0.000	0.443	0.446	0.491	0.452	0.377	0.355	0.427	85.5
对 - 二甲 苯	0.025	1	0.000	0.010	0.012	0.009	0.009	0.013	0.009	0.010	41.0
		2	0.000	0.013	0.009	0.011	0.009	0.009	0.007	0.010	38.6
		3	0.000	0.015	0.011	0.012	0.010	0.010	0.012	0.012	46.3
		4	0.000	0.015	0.012	0.012	0.010	0.010	0.010	0.011	45.3
		5	0.000	0.011	0.011	0.012	0.011	0.015	0.015	0.012	49.9
		6	0.000	0.013	0.010	0.014	0.015	0.015	0.015	0.014	55.9
	0.100	1	0.000	0.064	0.060	0.071	0.050	0.055	0.074	0.062	62.4
		2	0.000	0.048	0.068	0.043	0.070	0.065	0.061	0.059	59.1
		3	0.000	0.046	0.046	0.056	0.045	0.070	0.049	0.052	52.0
		4	0.000	0.044	0.046	0.065	0.061	0.056	0.056	0.055	54.6
		5	0.000	0.056	0.055	0.070	0.074	0.044	0.056	0.059	59.0
		6	0.000	0.052	0.064	0.058	0.066	0.070	0.062	0.062	61.8
	0.500	1	0.000	0.300	0.397	0.397	0.419	0.434	0.327	0.379	75.8
		2	0.000	0.388	0.320	0.336	0.305	0.367	0.419	0.356	71.1
		3	0.000	0.419	0.442	0.458	0.345	0.356	0.385	0.401	80.2

化合物名称	加标浓度(mg/kg)	实验室号	样品测定值(mg/kg)	加标后测定值(mg/kg)						平均值(mg/kg)	回收率Pi(%)
				1	2	3	4	5	6		
		4	0.000	0.301	0.319	0.365	0.433	0.465	0.460	0.390	78.1
		5	0.000	0.478	0.398	0.411	0.379	0.347	0.360	0.395	79.1
		6	0.000	0.483	0.395	0.413	0.329	0.348	0.310	0.380	75.9
间-二甲苯	0.025	1	0.000	0.010	0.014	0.015	0.011	0.015	0.011	0.013	51.6
		2	0.000	0.012	0.014	0.014	0.014	0.008	0.013	0.013	50.5
		3	0.000	0.009	0.009	0.010	0.009	0.014	0.011	0.010	40.7
		4	0.000	0.012	0.011	0.009	0.011	0.010	0.010	0.011	43.1
		5	0.000	0.012	0.011	0.016	0.013	0.017	0.013	0.014	54.5
		6	0.000	0.010	0.010	0.013	0.012	0.011	0.013	0.012	46.3
	0.100	1	0.000	0.053	0.064	0.055	0.064	0.051	0.070	0.060	59.7
		2	0.000	0.052	0.057	0.046	0.069	0.044	0.064	0.055	55.4
		3	0.000	0.046	0.050	0.057	0.045	0.068	0.042	0.051	51.2
		4	0.000	0.046	0.055	0.059	0.064	0.056	0.045	0.054	54.4
		5	0.000	0.043	0.046	0.054	0.063	0.047	0.060	0.052	52.2
		6	0.000	0.050	0.059	0.062	0.067	0.055	0.066	0.060	59.8
	0.500	1	0.000	0.299	0.397	0.397	0.418	0.431	0.327	0.378	75.7
		2	0.000	0.398	0.330	0.344	0.314	0.378	0.422	0.364	72.9
		3	0.000	0.422	0.445	0.458	0.347	0.359	0.337	0.395	78.9
		4	0.000	0.301	0.320	0.367	0.487	0.466	0.462	0.401	80.1
		5	0.000	0.478	0.400	0.414	0.331	0.347	0.311	0.380	76.0
		6	0.000	0.476	0.396	0.410	0.333	0.399	0.329	0.390	78.1
异丙苯	0.025	1	0.000	0.008	0.009	0.008	0.008	0.011	0.010	0.009	36.3
		2	0.000	0.010	0.008	0.012	0.008	0.010	0.008	0.009	36.8
		3	0.000	0.010	0.010	0.011	0.009	0.009	0.012	0.010	40.2
		4	0.000	0.014	0.012	0.010	0.009	0.009	0.010	0.011	42.1
		5	0.000	0.012	0.011	0.010	0.012	0.016	0.012	0.012	48.4
		6	0.000	0.012	0.010	0.013	0.012	0.010	0.013	0.012	47.1
	0.100	1	0.000	0.062	0.059	0.054	0.058	0.058	0.052	0.057	57.1
		2	0.000	0.051	0.071	0.044	0.069	0.062	0.059	0.059	59.2
		3	0.000	0.049	0.053	0.063	0.052	0.051	0.051	0.053	53.2
		4	0.000	0.054	0.069	0.062	0.049	0.049	0.049	0.055	55.2
		5	0.000	0.049	0.058	0.053	0.051	0.045	0.069	0.054	54.1
		6	0.000	0.060	0.051	0.060	0.067	0.058	0.050	0.058	57.7
	0.500	1	0.000	0.326	0.399	0.399	0.329	0.335	0.356	0.357	71.5
		2	0.000	0.368	0.316	0.353	0.306	0.360	0.410	0.352	70.5
		3	0.000	0.410	0.452	0.459	0.352	0.368	0.347	0.398	79.6
		4	0.000	0.348	0.282	0.334	0.443	0.402	0.487	0.383	76.5
		5	0.000	0.446	0.379	0.397	0.320	0.375	0.304	0.370	74.0
		6	0.000	0.452	0.379	0.399	0.335	0.390	0.352	0.384	76.9

化合物名称	加标浓度(mg/kg)	实验室号	样品测定值(mg/kg)	加标后测定值(mg/kg)						平均值(mg/kg)	回收率Pi(%)
				1	2	3	4	5	6		
邻-二甲苯	0.025	1	0.000	0.011	0.014	0.009	0.013	0.009	0.011	0.011	43.3
		2	0.000	0.012	0.012	0.013	0.011	0.008	0.011	0.011	45.2
		3	0.000	0.010	0.009	0.012	0.012	0.012	0.010	0.011	42.9
		4	0.000	0.011	0.009	0.009	0.013	0.009	0.008	0.010	39.5
		5	0.000	0.010	0.013	0.014	0.011	0.017	0.012	0.013	51.3
		6	0.000	0.014	0.010	0.011	0.013	0.011	0.011	0.012	47.2
	0.100	1	0.000	0.052	0.043	0.057	0.066	0.068	0.062	0.058	57.9
		2	0.000	0.049	0.068	0.043	0.057	0.047	0.063	0.054	54.4
		3	0.000	0.053	0.061	0.038	0.047	0.049	0.048	0.049	49.3
		4	0.000	0.043	0.057	0.053	0.063	0.043	0.046	0.051	50.8
		5	0.000	0.048	0.067	0.050	0.059	0.044	0.052	0.053	53.3
		6	0.000	0.064	0.048	0.061	0.070	0.073	0.066	0.063	63.4
	0.500	1	0.000	0.285	0.391	0.391	0.392	0.407	0.361	0.371	74.2
		2	0.000	0.372	0.357	0.321	0.341	0.358	0.409	0.360	71.9
		3	0.000	0.409	0.411	0.426	0.326	0.327	0.308	0.368	73.5
		4	0.000	0.323	0.292	0.344	0.452	0.440	0.449	0.383	76.6
		5	0.000	0.441	0.376	0.377	0.348	0.365	0.379	0.381	76.1
		6	0.000	0.446	0.364	0.378	0.348	0.364	0.328	0.371	74.2
正丙苯	0.025	1	0.000	0.008	0.009	0.009	0.008	0.012	0.008	0.009	37.0
		2	0.000	0.009	0.009	0.011	0.009	0.008	0.008	0.009	36.1
		3	0.000	0.011	0.013	0.010	0.012	0.009	0.009	0.011	42.6
		4	0.000	0.012	0.009	0.009	0.008	0.007	0.008	0.009	35.9
		5	0.000	0.010	0.009	0.010	0.010	0.014	0.010	0.010	41.3
		6	0.000	0.012	0.010	0.011	0.013	0.010	0.009	0.011	43.3
	0.100	1	0.000	0.053	0.052	0.065	0.066	0.060	0.055	0.059	58.6
		2	0.000	0.047	0.054	0.037	0.063	0.059	0.057	0.053	52.9
		3	0.000	0.050	0.052	0.056	0.050	0.048	0.049	0.051	50.8
		4	0.000	0.038	0.064	0.059	0.057	0.065	0.067	0.058	58.3
		5	0.000	0.041	0.061	0.048	0.065	0.044	0.064	0.054	53.7
		6	0.000	0.064	0.052	0.067	0.069	0.065	0.067	0.064	63.8
	0.500	1	0.000	0.384	0.314	0.314	0.345	0.360	0.366	0.347	69.5
		2	0.000	0.382	0.374	0.332	0.309	0.336	0.384	0.353	70.6
		3	0.000	0.384	0.421	0.439	0.325	0.345	0.324	0.373	74.6
		4	0.000	0.303	0.320	0.318	0.427	0.418	0.468	0.376	75.1
		5	0.000	0.438	0.362	0.383	0.354	0.315	0.384	0.373	74.5
		6	0.000	0.443	0.383	0.385	0.343	0.325	0.334	0.369	73.8
苯乙烯	0.025	1	0.000	0.006	0.010	0.009	0.009	0.010	0.007	0.009	34.8
		2	0.000	0.008	0.008	0.010	0.010	0.009	0.009	0.009	35.9
		3	0.000	0.010	0.008	0.009	0.009	0.011	0.009	0.009	37.6

化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	实验室号	样品测定值 (mg/kg)	加标后测定值(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	回收率 Pi(%)
				1	2	3	4	5	6		
		4	0.000	0.013	0.009	0.010	0.009	0.010	0.009	0.010	39.3
		5	0.000	0.009	0.010	0.011	0.010	0.009	0.010	0.010	40.0
		6	0.000	0.011	0.013	0.012	0.011	0.013	0.010	0.012	46.8
	0.100	1	0.000	0.043	0.042	0.053	0.059	0.054	0.054	0.051	50.9
		2	0.000	0.054	0.046	0.045	0.040	0.050	0.059	0.049	49.1
		3	0.000	0.040	0.046	0.043	0.042	0.035	0.048	0.042	42.3
		4	0.000	0.040	0.062	0.044	0.048	0.049	0.055	0.050	49.6
		5	0.000	0.041	0.061	0.042	0.062	0.047	0.061	0.052	52.5
		6	0.000	0.045	0.052	0.047	0.045	0.057	0.056	0.050	50.4
	0.500	1	0.000	0.296	0.333	0.333	0.359	0.318	0.350	0.331	66.3
		2	0.000	0.299	0.350	0.363	0.341	0.385	0.390	0.355	70.9
		3	0.000	0.340	0.311	0.322	0.390	0.389	0.380	0.355	71.1
		4	0.000	0.346	0.369	0.279	0.317	0.324	0.336	0.328	65.7
		5	0.000	0.367	0.344	0.328	0.344	0.362	0.332	0.346	69.3
		6	0.000	0.352	0.359	0.358	0.350	0.412	0.282	0.352	70.4

表 1-11 固体废物水浸出液准确度测试数据

化合物名称	加标浓度 (µg/L)	实验室号	样品测定值 (µg/L)	加标后测定值(µg/L)						平均值 (µg/L)	回收率 Pi(%)
				1	2	3	4	5	6		
苯	5.00	1	0.00	4.53	4.44	4.46	4.86	4.69	4.53	4.59	91.7
		2	0.00	4.88	4.62	4.13	4.00	4.88	4.52	4.51	90.1
		3	0.00	4.28	4.24	4.50	4.79	4.51	4.65	4.49	89.9
		4	0.00	4.48	4.42	4.56	4.81	4.69	4.89	4.64	92.8
		5	0.00	4.02	4.09	4.26	4.53	4.50	4.61	4.33	86.7
		6	0.00	4.63	4.62	4.72	4.99	4.94	5.10	4.83	96.6
	20.0	1	0.00	19.6	18.4	18.0	20.0	20.0	20.0	19.3	96.7
		2	0.00	18.7	18.6	20.0	20.6	19.9	20.0	19.7	98.3
		3	0.00	19.1	18.8	19.6	20.9	20.2	21.2	20.0	99.8
		4	0.00	19.3	18.9	19.4	20.2	20.0	21.5	19.9	99.4
		5	0.00	18.4	18.6	17.0	16.0	18.7	17.0	17.6	88.0
		6	0.00	19.4	18.9	19.3	19.4	19.8	19.7	19.4	97.1
	100	1	0.00	100	96.0	93.9	100	100	102	98.7	98.7
		2	0.00	96.6	96.0	101	104	101	101	100	100
		3	0.00	96.2	94.4	98.6	105	102	101	99.5	99.5
		4	0.00	96.1	94.5	96.9	101	99.8	101	98.3	98.3
		5	0.00	96.0	97.4	102	96.4	95.0	102	98.1	98.1
		6	0.00	98.0	95.7	97.4	98.2	99.1	99.4	98.0	98.0

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	样品测定值(μg/L)	加标后测定值(μg/L)						平均值(μg/L)	回收率Pi(%)
				1	2	3	4	5	6		
甲苯	5.00	1	4.38	8.77	9.17	7.66	7.58	8.82	8.77	8.46	81.7
		2	4.06	9.32	8.66	8.02	7.89	8.31	8.52	8.45	87.9
		3	3.77	7.26	8.22	8.51	7.82	7.54	7.70	7.84	81.5
		4	5.16	9.48	9.42	9.51	8.94	9.67	8.96	9.33	83.5
		5	4.58	8.58	8.57	8.60	8.69	8.49	7.99	8.49	78.1
		6	4.83	9.52	9.51	8.65	8.98	8.83	9.07	9.09	85.2
	20.0	1	4.38	23.0	22.9	23.8	23.3	22.9	22.6	23.1	93.5
		2	4.06	21.7	21.5	21.4	21.8	21.9	21.8	21.7	88.2
		3	3.77	23.1	22.9	22.7	22.8	23.1	22.2	22.8	95.1
		4	5.16	24.1	24.9	25.3	24.1	24.0	24.3	24.4	96.4
		5	4.58	21.4	21.3	20.7	21.8	21.9	20.0	21.2	82.9
		6	4.83	24.4	24.5	24.8	24.2	24.3	24.7	24.5	98.3
	100	1	4.38	95.5	95.0	100	102	100	102	99.1	94.8
		2	4.06	100	100	104	102	103	102	102	97.9
		3	3.77	96.0	95.0	99.1	105	101	107	101	96.8
		4	5.16	95.7	94.8	96.7	101	100	103	98.5	93.3
		5	4.58	97.5	97.0	99.0	99.4	99.9	96.7	98.3	93.7
		6	4.83	100	99.7	101	97.9	102	101	100	95.4
乙苯	5.00	1	0.00	4.29	4.69	4.69	4.63	4.01	4.79	4.52	90.3
		2	0.00	4.79	4.65	4.19	4.58	4.50	4.84	4.59	91.8
		3	0.00	4.25	4.23	4.55	4.69	4.53	4.55	4.47	89.4
		4	0.00	4.50	4.41	4.61	4.90	4.75	4.97	4.69	93.8
		5	0.00	3.94	3.86	3.98	4.17	4.11	4.46	4.09	81.7
		6	0.00	4.82	4.94	4.65	4.64	4.63	4.37	4.68	93.5
	20.0	1	0.00	19.0	18.9	20.2	20.9	19.9	20.7	19.9	99.7
		2	0.00	19.3	19.1	19.2	20.8	19.8	20.8	19.8	99.2
		3	0.00	19.1	18.8	19.8	20.7	20.0	20.5	19.8	98.9
		4	0.00	18.9	19.1	19.7	20.4	19.8	20.2	19.7	98.4
		5	0.00	19.9	19.3	20.1	19.5	20.1	19.4	19.7	98.6
		6	0.00	19.2	19.2	19.2	19.6	19.4	19.1	19.3	96.4
	100	1	0.00	95.3	94.6	102	101	100	104	99.4	99.4
		2	0.00	96.6	97.8	96.3	102	99.3	101	99.0	99.0
		3	0.00	101	99.0	104	107	105	105	104	104
		4	0.00	100	101	104	97.8	103	102	101	101
		5	0.00	99.7	97.0	101	98.0	102	97.5	99.1	99.1
		6	0.00	96.1	96.2	96.5	97.2	97.1	96.0	96.5	96.5
对-二	5.00	1	0.00	4.24	4.88	3.99	4.79	4.23	4.24	4.39	87.9
		2	0.00	4.33	4.31	4.51	4.87	4.54	4.71	4.55	90.9
		3	0.00	4.59	4.55	5.02	5.12	4.90	4.86	4.84	96.8

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	样品测定值(μg/L)	加标后测定值(μg/L)						平均值(μg/L)	回收率Pi(%)	
				1	2	3	4	5	6			
甲苯		4	0.00	4.48	4.44	4.63	4.89	4.74	4.99	4.69	93.9	
		5	0.00	3.89	3.85	3.94	4.14	4.11	4.41	4.06	81.2	
		6	0.00	4.65	4.32	4.87	4.66	4.35	4.89	4.62	92.4	
	20.0	1	0.00	18.8	18.7	19.6	21.0	19.7	20.2	19.7	98.3	
		2	0.00	19.2	19.0	19.2	20.3	19.7	20.5	19.7	98.3	
		3	0.00	19.5	19.9	20.2	21.5	21.0	21.3	20.6	103	
		4	0.00	18.0	17.2	19.5	19.1	18.2	17.8	18.3	91.4	
		5	0.00	19.2	18.9	19.2	19.3	19.3	18.8	19.1	95.6	
		6	0.00	19.1	19.0	19.1	19.6	19.5	19.5	19.3	96.4	
	100	1	0.00	95.1	94.3	98.9	102	100	102	98.6	98.6	
		2	0.00	96.7	95.9	96.6	102	99.5	102	98.8	98.8	
		3	0.00	99.0	98.7	100	107	104	106	102	102	
		4	0.00	86.6	84.6	91.9	92.0	95.2	90.6	90.2	90.2	
		5	0.00	96.8	95.2	97.2	97.6	97.7	96.0	96.8	96.8	
		6	0.00	96.2	95.6	96.4	98.6	98.3	98.3	97.2	97.2	
	间-二甲苯	5.00	1	0.00	4.00	4.57	4.98	4.86	4.89	5.00	4.72	94.3
			2	0.00	4.28	4.25	4.56	4.72	4.48	4.67	4.49	89.9
			3	0.00	4.53	4.49	4.51	4.88	4.65	4.89	4.66	93.2
4			0.00	4.28	4.20	4.46	4.68	4.50	4.63	4.46	89.1	
5			0.00	4.21	4.24	4.39	4.58	4.42	4.52	4.39	87.8	
6			0.00	4.42	4.40	4.49	4.51	4.53	4.39	4.46	89.2	
20.0		1	0.00	18.8	18.7	19.7	20.6	19.6	20.0	19.6	97.9	
		2	0.00	19.1	18.9	19.3	20.5	19.8	20.7	19.7	98.7	
		3	0.00	19.2	19.9	20.6	21.3	20.7	20.5	20.4	102	
		4	0.00	19.1	18.8	19.5	20.4	19.9	20.5	19.7	98.5	
		5	0.00	19.1	18.8	19.3	19.4	19.6	19.0	19.2	96.0	
		6	0.00	19.3	19.2	19.4	19.7	19.6	19.6	19.4	97.2	
100		1	0.00	95.6	95.3	100	102	100	102	99.1	99.1	
		2	0.00	96.8	95.8	97.7	104	100	101	99.2	99.2	
		3	0.00	102	106	99.4	105	102	102	103	103	
		4	0.00	99.7	98.5	102	101	102	101	101	101	
		5	0.00	97.4	95.5	98.0	98.6	102	96.8	98.1	98.1	
		6	0.00	97.6	98.0	97.9	99.7	99.0	99.2	98.6	98.6	
异丙苯	5.00	1	0.00	4.00	4.79	4.95	4.89	4.05	5.00	4.61	92.3	
		2	0.00	4.30	4.27	4.48	4.79	4.51	4.61	4.49	89.8	
		3	0.00	4.51	4.47	4.50	4.77	4.64	4.83	4.62	92.4	
		4	0.00	4.62	3.70	3.77	4.08	3.97	4.04	4.03	80.5	
		5	0.00	3.96	3.86	4.33	4.33	4.01	3.79	4.05	80.9	
		6	0.00	4.48	4.36	4.52	4.40	4.53	4.38	4.44	88.9	

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	样品测定值(μg/L)	加标后测定值(μg/L)						平均值(μg/L)	回收率Pi(%)
				1	2	3	4	5	6		
	20.0	1	0.00	19.0	18.7	19.9	21.1	20.0	20.3	19.8	99.1
		2	0.00	20.2	20.1	20.8	21.2	19.7	20.2	20.4	102
		3	0.00	18.1	18.8	18.9	19.7	19.3	18.9	18.9	94.7
		4	0.00	19.3	19.0	19.7	20.5	20.1	20.5	19.8	99.2
		5	0.00	19.4	19.0	19.5	19.5	19.7	19.2	19.4	96.9
		6	0.00	20.6	20.2	20.8	18.9	20.3	18.9	20.0	99.8
	100	1	0.00	95.9	94.4	101	102	101	102	99.3	99.3
		2	0.00	96.9	96.5	97.6	100	98.3	102	98.5	98.5
		3	0.00	96.0	99.4	100	101	102	100	99.8	99.8
		4	0.00	100	98.8	103	101	104	104	102	102
		5	0.00	98.0	96.1	98.6	98.4	101	96.8	98.2	98.2
		6	0.00	96.7	94.9	96.8	89.0	95.5	88.8	93.6	93.6
邻-二甲苯	5.00	1	0.00	4.02	4.73	4.77	4.85	4.69	4.02	4.51	90.3
		2	0.00	4.28	4.27	4.48	4.70	4.46	4.56	4.46	89.1
		3	0.00	4.48	4.44	4.52	4.81	4.64	4.85	4.62	92.5
		4	0.00	3.96	4.12	4.30	4.49	4.33	4.27	4.25	84.9
		5	0.00	4.19	4.13	4.30	4.53	4.41	4.54	4.35	87.0
		6	0.00	4.38	4.31	4.40	4.42	4.42	4.30	4.37	87.4
	20.0	1	0.00	18.7	18.6	19.8	20.7	19.8	20.0	19.6	98.0
		2	0.00	19.0	18.8	19.8	20.5	19.5	20.1	19.6	98.0
		3	0.00	17.6	19.6	18.1	18.0	19.3	17.6	18.4	91.9
		4	0.00	19.0	18.7	19.3	20.3	19.9	20.4	19.6	98.0
		5	0.00	19.2	18.8	19.3	19.4	19.5	19.0	19.2	96.1
		6	0.00	19.1	18.4	18.5	17.7	18.7	18.2	18.4	92.1
	100	1	0.00	95.4	94.6	101	101	101	103	99.2	99.2
		2	0.00	100	99.3	105	102	103	101	102	102
		3	0.00	99.7	101	91.1	90.4	97.4	98.7	96.3	96.3
		4	0.00	98.3	96.9	100	100	103	103	100	100
		5	0.00	97.7	95.8	98.5	98.6	101	96.9	98.2	98.2
		6	0.00	101	97.4	97.8	96.8	99.2	96.2	98.0	98.0
正丙苯	5.00	1	0.00	4.21	4.09	4.14	4.20	4.32	4.21	4.19	83.9
		2	0.00	4.38	4.31	4.59	4.85	4.60	4.69	4.57	91.4
		3	0.00	4.53	4.51	4.65	4.75	4.40	4.98	4.64	92.7
		4	0.00	4.61	4.77	4.81	4.00	4.89	4.80	4.65	92.9
		5	0.00	4.24	4.17	4.35	4.55	4.44	4.56	4.39	87.7
		6	0.00	4.36	4.27	4.39	4.41	4.45	4.33	4.37	87.4
	20.0	1	0.00	19.0	18.8	19.9	21.2	20.0	20.6	19.9	99.6
		2	0.00	19.0	18.8	19.4	20.4	19.9	20.8	19.7	98.6
		3	0.00	19.3	19.6	20.3	21.4	21.3	21.8	20.6	103

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	样品测定值(μg/L)	加标后测定值(μg/L)						平均值(μg/L)	回收率Pi(%)	
				1	2	3	4	5	6			
苯乙炔	0.00	4	0.00	19.2	19.2	19.6	20.7	20.5	21.2	20.1	100	
		5	0.00	19.5	19.2	19.7	19.7	19.9	19.2	19.5	97.6	
		6	0.00	19.3	19.2	19.5	19.9	19.8	19.9	19.6	98.0	
	100	1	0.00	95.5	94.7	100	101	101	102	99.1	99.1	
		2	0.00	96.7	95.4	98.3	104	101	102	99.5	99.5	
		3	0.00	96.7	98.3	102	104	103	101	101	101	
		4	0.00	95.1	94.9	96.9	102	101	102	98.7	98.7	
		5	0.00	98.1	96.9	99.0	99.2	102	96.6	98.6	98.6	
		6	0.00	98.3	97.7	99.3	101	98.4	99.2	99.0	99.0	
	苯乙炔	5.00	1	0.00	4.83	4.04	4.98	4.08	4.24	4.83	4.50	90.0
			2	0.00	4.27	4.24	4.50	4.72	4.51	4.57	4.47	89.4
			3	0.00	3.75	3.70	3.95	4.13	4.89	5.02	4.24	84.8
4			0.00	4.42	4.94	4.53	4.50	4.83	4.42	4.61	92.1	
5			0.00	4.14	4.07	4.23	4.47	4.38	4.50	4.30	86.0	
6			0.00	4.48	4.39	4.50	4.50	4.53	4.42	4.47	89.4	
20.0		1	0.00	19.0	18.8	20.0	21.4	20.2	20.9	20.1	100	
		2	0.00	19.2	18.9	19.3	21.2	20.0	21.3	20.0	99.9	
		3	0.00	20.0	19.9	20.1	20.5	19.6	21.8	20.3	102	
		4	0.00	19.2	19.1	19.7	21.1	20.5	21.5	20.2	101	
		5	0.00	19.7	19.5	20.0	20.0	20.2	19.4	19.8	98.9	
		6	0.00	19.4	19.4	19.5	19.7	19.5	19.3	19.5	97.3	
100		1	0.00	95.4	94.4	101	101	102	104	99.5	99.5	
		2	0.00	97.9	96.6	96.5	106	100	106	100	100	
		3	0.00	94.9	94.6	95.2	97.0	94.9	101	96.3	96.3	
		4	0.00	94.6	94.2	97.3	101	101	102	98.4	98.4	
		5	0.00	99.2	98.0	101	101	102	97.4	99.7	99.7	
		6	0.00	96.7	97.0	97.6	97.4	97.4	96.2	97.1	97.1	

表 1-12 固体废物醋酸浸出液准确度测试数据

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	样品测定值(μg/L)	加标后测定值(μg/L)						平均值(μg/L)	回收率Pi(%)
				1	2	3	4	5	6		
苯	5.00	1	0.00	4.32	4.87	4.66	4.35	4.89	4.37	4.58	91.5
		2	0.00	4.31	4.38	4.42	4.15	4.47	4.63	4.39	87.8
		3	0.00	4.58	3.96	4.70	4.68	4.68	4.80	4.57	91.3
		4	0.00	4.53	4.78	4.95	4.91	5.02	4.98	4.86	97.2
		5	0.00	4.87	4.25	5.11	5.00	4.46	4.87	4.76	95.2
		6	0.00	4.33	4.67	4.81	4.65	4.67	4.52	4.61	92.1

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	样品测定值(μg/L)	加标后测定值(μg/L)						平均值(μg/L)	回收率Pi(%)
				1	2	3	4	5	6		
	20.0	1	0.00	18.4	23.0	19.6	20.2	20.5	20.7	20.4	102
		2	0.00	20.4	21.1	21.6	21.0	20.7	19.3	20.7	103
		3	0.00	19.6	19.8	20.3	19.6	19.9	18.9	19.7	98.4
		4	0.00	19.8	20.1	20.7	20.2	20.5	19.5	20.1	101
		5	0.00	19.3	19.5	19.7	19.9	20.4	20.3	19.8	99.2
		6	0.00	19.4	19.6	19.7	19.8	21.3	20.6	20.1	100
	100	1	0.00	95.7	97.4	98.2	100	99.4	103	99.0	99.0
		2	0.00	97.8	98.7	101	101	102	102	100	100
		3	0.00	99.5	100	104	103	106	104	103	103
		4	0.00	88.5	92.4	98.3	95.3	99.7	92.3	94.4	94.4
		5	0.00	90.8	93.1	97.0	95.8	103	96.1	96.0	96.0
		6	0.00	92.9	94.2	93.9	93.8	96.2	99.2	95.0	95.0
甲苯	5.00	1	3.32	7.40	7.49	7.51	7.53	7.09	7.68	7.45	82.6
		2	2.89	6.56	6.62	7.47	6.05	7.59	6.93	6.87	79.6
		3	2.87	7.57	6.61	6.74	6.70	6.76	7.76	7.02	83.1
		4	3.58	7.27	7.70	7.90	7.85	8.18	7.90	7.80	84.4
		5	3.15	7.54	6.55	7.91	8.77	7.74	7.45	7.66	90.2
		6	3.88	8.41	8.86	8.96	8.74	8.71	8.61	8.71	96.7
	20.0	1	3.32	20.0	20.2	20.4	20.1	20.2	19.1	20.0	83.4
		2	2.89	20.4	20.4	21.1	20.7	21.0	19.9	20.6	88.4
		3	2.87	20.4	21.0	21.4	21.3	21.0	19.7	20.8	89.6
		4	3.58	21.0	21.6	22.1	22.0	21.7	20.5	21.5	89.5
		5	3.15	20.1	20.2	19.3	19.3	19.7	19.9	19.8	83.1
		6	3.88	20.1	20.2	20.5	20.6	21.2	21.0	20.6	83.5
	100	1	3.32	99.7	101	97.9	104	101	106	102	98.2
		2	2.89	100	100	98.1	102	101	102	100	97.6
		3	2.87	99.5	92.9	96.6	101	99.6	99.7	98.3	95.4
		4	3.58	89.0	92.8	98.1	95.1	100	92.7	94.6	91.0
		5	3.15	90.9	92.8	96.7	96.2	102	95.5	95.7	92.6
		6	3.88	92.5	95.0	84.2	95.4	95.4	93.2	92.6	88.7
乙苯	5.00	1	0.00	4.06	4.52	4.40	4.53	4.38	4.74	4.44	88.8
		2	0.00	4.51	4.42	4.60	4.15	4.40	4.57	4.44	88.8
		3	0.00	4.76	3.76	4.66	4.83	4.38	4.84	4.54	90.8
		4	0.00	4.38	4.75	4.64	4.86	5.08	4.79	4.75	95.0
		5	0.00	4.57	4.90	5.08	4.82	5.02	4.81	4.87	97.4
		6	0.00	4.52	4.55	4.92	4.69	4.93	4.54	4.69	93.8
	20.0	1	0.00	19.5	20.0	20.1	19.6	20.1	18.6	19.7	98.3
		2	0.00	20.3	20.6	21.0	20.8	21.2	19.3	20.5	103
		3	0.00	19.7	19.9	20.0	19.8	20.3	18.3	19.7	98.3

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验 室号	样品测定值 (μg/L)	加标后测定值(μg/L)						平均值 (μg/L)	回收率 Pi(%)	
				1	2	3	4	5	6			
		4	0.00	20.8	21.3	21.8	21.6	21.4	20.1	21.2	106	
		5	0.00	19.0	19.0	19.3	19.4	19.9	19.8	19.4	97.0	
		6	0.00	20.2	20.3	20.6	20.6	21.0	21.1	20.6	103	
	100	1	0.00	96.2	96.5	98.2	97.1	96.0	97.5	96.9	96.9	
		2	0.00	99.3	100	102	101	102	104	102	102	
		3	0.00	96.6	98.2	92.8	93.2	89.5	95.3	94.3	94.3	
		4	0.00	91.3	96.2	101	97.1	99.6	94.8	96.6	96.6	
		5	0.00	94.6	97.6	101	98.3	100	95.3	97.9	97.9	
		6	0.00	92.4	90.5	93.8	92.8	99.2	90.8	93.3	93.3	
	对-二甲苯	5.00	1	0.00	4.01	4.40	4.42	4.42	4.30	4.59	4.35	87.1
			2	0.00	4.46	4.30	4.60	4.08	4.59	4.61	4.44	88.8
			3	0.00	4.73	3.78	4.88	4.81	4.86	4.95	4.67	93.3
4			0.00	4.42	4.79	4.53	4.56	5.38	4.69	4.73	94.6	
5			0.00	4.29	4.50	4.82	4.53	4.63	4.41	4.53	90.6	
6			0.00	4.53	4.56	4.83	4.70	4.89	4.54	4.67	93.5	
20.0		1	0.00	19.7	19.9	20.1	19.7	20.1	18.9	19.7	98.7	
		2	0.00	19.6	20.0	20.4	20.0	20.2	18.3	19.8	98.8	
		3	0.00	21.2	21.6	22.2	22.2	21.7	20.6	21.6	108	
		4	0.00	20.3	20.9	21.2	21.1	21.0	19.7	20.7	103	
		5	0.00	19.6	19.5	19.9	19.8	20.4	20.4	19.9	99.7	
		6	0.00	19.5	19.4	19.8	19.9	20.2	20.3	19.9	99.3	
100		1	0.00	95.6	96.4	98.6	98.3	98.3	98.9	97.7	97.7	
		2	0.00	102	102	99.3	104	103	103	102	102	
		3	0.00	99.5	89.2	97.5	100	100	99.5	97.7	97.7	
		4	0.00	95.5	96.9	103	101	102	95.8	99.1	99.1	
		5	0.00	89.2	90.7	96.7	90.4	86.1	101	92.3	92.3	
		6	0.00	97.2	99.1	87.7	98.9	101	101	97.5	97.5	
间-二甲苯	5.00	1	0.00	4.07	4.39	4.41	4.45	4.33	4.58	4.37	87.5	
		2	0.00	4.49	4.53	4.61	4.06	4.59	4.65	4.49	89.8	
		3	0.00	4.96	3.92	4.81	5.05	4.98	4.97	4.78	95.6	
		4	0.00	4.58	4.77	4.69	4.82	5.23	4.78	4.81	96.2	
		5	0.00	4.36	4.57	4.80	4.56	4.66	4.45	4.57	91.3	
		6	0.00	4.52	4.61	4.90	4.73	4.95	4.61	4.72	94.4	
	20.0	1	0.00	19.7	20.2	20.4	20.0	20.5	19.4	20.0	100	
		2	0.00	21.3	21.3	22.0	21.3	21.8	18.5	21.0	105	
		3	0.00	20.7	21.3	21.8	21.5	21.4	20.2	21.2	106	
		4	0.00	20.3	20.9	21.1	21.0	20.8	19.7	20.6	103	
		5	0.00	18.9	18.9	19.4	19.4	19.8	19.9	19.4	96.8	
		6	0.00	20.9	21.1	20.6	20.6	21.5	21.6	21.1	105	

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	样品测定值(μg/L)	加标后测定值(μg/L)						平均值(μg/L)	回收率Pi(%)
				1	2	3	4	5	6		
	100	1	0.00	97.0	97.9	99.7	99.0	99.2	101	98.9	98.9
		2	0.00	93.8	93.5	91.9	95.3	94.4	93.9	93.8	93.8
		3	0.00	100	90.0	98.3	101	101	100	98.5	98.5
		4	0.00	99.3	103	106	103	102	98.1	102	102
		5	0.00	92.4	95.7	100	97.7	100	94.7	96.9	96.9
		6	0.00	85.4	93.3	97.8	96.6	96.4	96.0	94.2	94.2
异丙苯	5.00	1	0.00	4.09	4.50	4.50	4.53	4.42	4.71	4.46	89.1
		2	0.00	4.53	4.66	4.24	4.55	4.23	4.70	4.49	89.7
		3	0.00	4.50	3.49	4.41	4.57	4.53	4.50	4.33	86.7
		4	0.00	4.53	4.83	4.75	4.88	5.08	4.84	4.82	96.4
		5	0.00	4.28	4.56	4.83	4.57	4.66	4.45	4.56	91.2
		6	0.00	4.93	5.12	5.24	4.79	4.55	5.07	4.95	99.0
	20.0	1	0.00	19.6	20.0	20.1	19.6	20.0	18.8	19.7	98.5
		2	0.00	21.0	21.4	22.2	21.8	21.4	19.0	21.2	106
		3	0.00	20.2	20.7	20.9	16.1	20.1	18.0	19.3	96.6
		4	0.00	20.1	20.8	21.0	20.7	20.7	19.5	20.4	102
		5	0.00	18.6	18.6	19.0	19.1	19.5	19.6	19.1	95.4
		6	0.00	20.2	20.4	20.5	20.7	22.1	21.3	20.9	104
	100	1	0.00	94.9	97.8	89.0	95.5	88.8	98.6	94.1	94.1
		2	0.00	86.6	87.3	95.1	97.3	95.0	95.1	92.8	92.8
		3	0.00	99.8	89.7	98.7	101	101	101	98.6	98.6
		4	0.00	92.9	93.7	97.5	95.4	93.6	89.4	93.8	93.8
		5	0.00	93.5	97.0	101	98.8	101	96.1	97.9	97.9
		6	0.00	87.4	85.9	89.1	88.3	87.8	93.3	88.7	88.7
邻-二甲苯	5.00	1	0.00	4.19	4.41	4.42	4.45	4.34	4.62	4.40	88.1
		2	0.00	4.61	4.63	4.44	4.29	4.55	4.59	4.52	90.4
		3	0.00	4.32	3.35	4.24	4.35	4.24	4.25	4.12	82.5
		4	0.00	4.61	4.81	4.75	4.87	5.19	4.89	4.85	97.0
		5	0.00	4.32	4.59	4.81	4.59	4.65	4.46	4.57	91.3
		6	0.00	4.69	4.94	5.12	4.88	5.02	4.77	4.90	98.1
	20.0	1	0.00	19.0	19.6	19.6	19.2	19.7	18.5	19.3	96.4
		2	0.00	19.4	19.8	20.1	19.9	20.0	19.0	19.7	98.6
		3	0.00	19.1	19.4	19.5	19.1	19.3	17.4	19.0	94.9
		4	0.00	20.0	20.3	20.7	20.8	21.3	20.1	20.5	103
		5	0.00	19.2	19.4	19.8	19.8	20.4	20.3	19.8	99.1
		6	0.00	19.0	19.2	19.5	19.5	19.8	20.0	19.5	97.5
	100	1	0.00	97.4	97.8	93.8	99.2	96.2	97.1	96.9	96.9
		2	0.00	102	102	105	104	106	107	104	104
		3	0.00	97.5	88.1	99.4	98.9	98.2	101	97.2	97.2

化合物名称	加标浓度(μg/L)	实验室号	样品测定值(μg/L)	加标后测定值(μg/L)						平均值(μg/L)	回收率Pi(%)
				1	2	3	4	5	6		
		4	0.00	98.0	90.4	89.7	96.3	88.2	87.5	91.7	91.7
		5	0.00	91.1	94.1	98.9	97.1	99.4	94.4	95.8	95.8
		6	0.00	86.9	84.8	86.8	84.7	84.8	94.6	87.1	87.1
正丙苯	5.00	1	0.00	4.14	4.43	4.44	4.48	4.32	4.62	4.41	88.1
		2	0.00	4.53	4.60	4.68	4.17	4.69	4.72	4.56	91.2
		3	0.00	4.86	3.89	5.01	4.96	5.05	5.10	4.81	96.2
		4	0.00	4.55	4.78	4.84	4.82	5.28	4.92	4.86	97.2
		5	0.00	4.32	4.58	4.88	4.60	4.74	4.48	4.60	92.0
		6	0.00	4.48	4.62	4.87	4.76	4.96	4.62	4.72	94.4
	20.0	1	0.00	19.7	20.1	20.3	19.9	20.2	19.1	19.9	99.4
		2	0.00	20.1	20.2	20.6	20.3	20.4	18.3	20.0	100
		3	0.00	20.9	21.2	21.3	20.9	21.4	19.4	20.9	104
		4	0.00	20.0	20.2	20.7	20.4	21.4	20.3	20.5	102
		5	0.00	19.3	19.5	20.0	20.1	20.8	20.7	20.1	100
		6	0.00	19.5	19.7	20.0	20.2	20.8	20.5	20.1	101
	100	1	0.00	97.7	99.3	101	100	101	102	100	100
		2	0.00	96.0	98.5	91.7	96.9	92.8	100	96.0	96.0
		3	0.00	98.5	88.7	99.9	99.5	96.8	103	97.7	97.7
		4	0.00	93.8	97.1	103	102	104	96.5	99.3	99.3
		5	0.00	91.3	93.3	98.5	97.6	101	93.8	95.9	95.9
		6	0.00	97.7	100	89.0	101	102	99.9	98.2	98.2
苯乙烯	5.00	1	0.00	4.18	4.50	4.49	4.53	4.35	4.70	4.46	89.2
		2	0.00	4.53	4.56	4.60	4.06	4.50	4.64	4.48	89.6
		3	0.00	4.64	3.76	4.43	4.68	4.48	4.83	4.47	89.4
		4	0.00	4.61	4.72	4.77	4.75	5.26	4.91	4.84	96.8
		5	0.00	4.32	4.61	4.93	4.65	4.81	4.54	4.64	92.8
		6	0.00	4.45	4.53	4.97	4.69	4.99	4.54	4.70	93.9
	20.0	1	0.00	19.9	20.3	20.6	20.3	20.2	19.1	20.0	100
		2	0.00	19.1	19.6	19.8	19.4	19.6	18.2	19.3	96.4
		3	0.00	19.5	20.0	20.2	20.0	20.4	19.4	19.9	99.4
		4	0.00	19.4	19.4	19.8	18.0	19.7	18.2	19.1	95.5
		5	0.00	18.1	17.3	17.6	17.7	18.7	18.0	17.9	89.5
		6	0.00	18.6	18.7	19.0	19.1	19.5	19.6	19.1	95.4
	100	1	0.00	97.0	97.6	98.4	97.4	96.2	99.3	97.7	97.7
		2	0.00	100	101	105	104	106	106	104	104
		3	0.00	86.5	85.9	83.4	86.6	99.2	102	90.6	90.6
		4	0.00	91.0	91.7	93.9	89.1	101	94.1	93.5	93.5
		5	0.00	91.1	94.0	101	97.6	102	94.1	96.6	96.6
		6	0.00	95.6	103	93.7	103	97.3	101	98.9	98.9

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-气相色谱法》中目标化合物检出限数据进行汇总，其结果见表 2-1。

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		乙苯	
	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
1	0.005	0.020	0.005	0.020	0.005	0.020
2	0.003	0.012	0.004	0.016	0.003	0.012
3	0.003	0.012	0.003	0.012	0.005	0.020
4	0.003	0.012	0.003	0.012	0.002	0.008
5	0.004	0.016	0.003	0.012	0.002	0.008
6	0.004	0.016	0.003	0.012	0.005	0.020
结论	0.005	0.020	0.005	0.020	0.005	0.020
实验室号	对-二甲苯		间-二甲苯		异丙苯	
	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
1	0.004	0.016	0.004	0.016	0.003	0.012
2	0.003	0.012	0.005	0.020	0.004	0.016
3	0.004	0.016	0.003	0.012	0.003	0.012
4	0.003	0.012	0.002	0.008	0.002	0.008
5	0.003	0.012	0.002	0.008	0.002	0.008
6	0.003	0.012	0.002	0.008	0.002	0.008
结论	0.004	0.016	0.005	0.020	0.004	0.016
实验室号	邻-二甲苯		正丙苯		苯乙烯	
	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
1	0.003	0.012	0.002	0.008	0.006	0.024
2	0.005	0.020	0.004	0.016	0.003	0.012
3	0.004	0.016	0.003	0.012	0.004	0.016
4	0.003	0.012	0.003	0.012	0.005	0.020
5	0.002	0.008	0.002	0.008	0.005	0.020
6	0.005	0.020	0.002	0.008	0.002	0.008
结论	0.005	0.020	0.004	0.016	0.006	0.024

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		乙苯	
	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
1	0.5	2.0	0.6	2.4	0.5	2.0
2	0.5	2.0	0.8	3.2	0.4	1.6
3	0.4	1.6	0.6	2.4	0.3	1.2
4	0.4	1.6	0.6	2.4	0.5	2.0
5	0.4	1.6	0.6	2.4	0.5	2.0
6	0.5	2.0	1.5	6.0	0.6	2.4
结论	0.5	2.0	1.5	6.0	0.6	2.4
实验 室号	对-二甲苯		间-二甲苯		异丙苯	
	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
1	0.5	2.0	0.6	2.4	0.4	1.6
2	0.4	1.6	0.4	1.6	0.5	2.0
3	0.7	2.8	0.6	2.4	0.6	2.4
4	0.7	2.8	0.3	1.2	0.6	2.4
5	0.6	2.4	0.6	2.4	0.6	2.4
6	0.4	1.6	0.7	2.8	0.5	2.0
结论	0.7	2.8	0.7	2.8	0.6	2.4
实验 室号	邻-二甲苯		正丙苯		苯乙烯	
	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
1	0.5	2.0	0.8	3.2	0.7	2.8
2	0.6	2.4	1.0	4.0	0.4	1.6
3	0.4	1.6	0.7	2.8	0.5	2.0
4	0.4	1.6	0.7	2.8	0.5	2.0
5	0.4	1.6	0.7	2.8	0.5	2.0
6	0.7	2.8	0.5	2.0	0.5	2.0
结论	0.7	2.8	1.0	4.0	0.7	2.8

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		乙苯	
	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
1	0.6	2.4	0.4	1.6	0.9	3.6
2	0.6	2.4	0.4	1.6	0.8	3.2

3	0.6	2.4	0.5	2.0	0.7	2.8
4	0.7	2.8	0.8	3.2	0.6	2.4
5	0.6	2.4	0.5	2.0	0.8	3.2
6	0.4	1.6	0.8	3.2	0.6	2.4
结论	0.7	2.8	0.8	3.2	0.9	3.6
实验 室号	对-二甲苯		间-二甲苯		异丙苯	
	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
1	0.5	2.0	0.9	3.6	0.7	2.8
2	0.6	2.4	0.9	3.6	0.6	2.4
3	0.6	2.4	0.8	3.2	0.7	2.8
4	0.6	2.4	0.6	2.4	0.4	1.6
5	0.6	2.4	0.5	2.0	0.7	2.8
6	0.5	2.0	0.9	3.6	0.6	2.4
结论	0.6	2.4	0.9	3.6	0.7	2.8
实验 室号	邻-二甲苯		正丙苯		苯乙烯	
	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
1	0.9	3.6	0.6	2.4	0.5	2.0
2	0.9	3.6	0.8	3.2	0.6	2.4
3	0.3	1.2	0.5	2.0	0.5	2.0
4	1.0	4.0	0.7	2.8	0.6	2.4
5	0.6	2.4	0.5	2.0	0.7	2.8
6	0.5	2.0	0.9	3.6	0.6	2.4
结论	1.0	4.0	0.9	3.6	0.7	2.8

结论：固体废物样品量为 2 g 时，9 种目标物的方法检出限为 0.004 ~0.006mg/kg，测定下限为 0.016 ~0.024 mg/kg。

固体废物浸出液为实验用水，浸出液体积为 10.0 ml 时，9 种目标物的方法检出限为 0.5 ~1.5 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 2.0 ~6.0 $\mu\text{g/L}$ 。

固体废物浸出液为醋酸缓冲溶液，浸出液体积为 10.0 ml 时，9 种目标物的方法检出限为 0.6~1.0 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 2.4 ~4.0 $\mu\text{g/L}$ 。

2.2 方法精密度测试数据汇总

对 6 家实验室验证《固体废物 苯系物的测定 顶空-气相色谱法》中目标化合物的精密度数据进行汇总，其结果见表 2-4~表 2-6。

表 2-4 固体废物精密度测试数据汇总表

实验室号	苯								
	浓度 (0.025mg/kg)1			浓度 (0.100mg/kg)2			浓度 (0.500mg/kg)3		
	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)
1	0.017	0.001	8.0	0.071	0.006	8.2	0.443	0.031	7.0
2	0.016	0.003	19	0.067	0.009	14	0.423	0.029	6.8
3	0.017	0.001	5.5	0.060	0.004	5.9	0.437	0.034	7.8
4	0.017	0.002	9.6	0.061	0.005	8.1	0.424	0.035	8.3
5	0.018	0.002	12	0.064	0.003	4.3	0.433	0.054	12
6	0.015	0.002	11	0.061	0.007	11	0.430	0.034	7.8
\bar{x} (mg/kg)	0.017			0.064			0.432		
S' (mg/kg)	0.001			0.004			0.008		
RSD'(%)	5.9			6.3			1.8		
重复性限 r (mg/kg)	0.005			0.017			0.104		
再现性限 R (mg/kg)	0.006			0.019			0.110		
实验室号	甲苯								
	浓度 (0.025mg/kg)1			浓度 (0.100mg/kg)2			浓度 (0.500mg/kg)3		
	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)
1	0.073	0.003	3.6	0.126	0.020	16	0.502	0.028	5.5
2	0.065	0.003	5.1	0.123	0.018	14	0.499	0.030	6.0
3	0.058	0.006	9.6	0.097	0.005	4.8	0.514	0.030	5.9
4	0.066	0.005	7.1	0.113	0.011	10	0.508	0.015	3.0
5	0.071	0.005	6.9	0.110	0.006	5.9	0.512	0.046	9.0
6	0.068	0.004	5.8	0.118	0.010	8.8	0.490	0.033	6.7
\bar{x} (mg/kg)	0.067			0.115			0.504		
S' (mg/kg)	0.005			0.010			0.009		
RSD'(%)	7.9			9.1			1.8		
重复性限 r (mg/kg)	0.012			0.036			0.089		
再现性限 R (mg/kg)	0.019			0.044			0.092		
实验室号	乙苯								
	浓度 (0.025mg/kg)1			浓度 (0.100mg/kg)2			浓度 (0.500mg/kg)3		
	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)
1	0.010	0.002	19	0.062	0.008	13	0.397	0.023	5.8
2	0.011	0.002	19	0.059	0.011	18	0.409	0.02	4.9

3	0.013	0.002	15	0.049	0.006	13	0.408	0.017	4.2
4	0.014	0.002	16	0.053	0.007	14	0.382	0.029	7.7
5	0.012	0.002	16	0.055	0.008	14	0.403	0.054	13
6	0.014	0.002	16	0.060	0.01	17	0.427	0.051	12
\bar{x} (mg/kg)	0.012			0.056			0.404		
S' (mg/kg)	0.001			0.005			0.015		
RSD' (%)	12			8.4			3.7		
重复性限 r (mg/kg)	0.006			0.024			0.100		
再现性限 R (mg/kg)	0.007			0.026			0.100		
实验室号	对二甲苯								
	浓度 (0.025mg/kg)1			浓度 (0.100mg/kg)2			浓度 (0.500mg/kg)3		
	\bar{x}_i	S_i	RSD_i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD_i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD_i (%)
1	0.010	0.002	16	0.062	0.009	15	0.379	0.053	14
2	0.010	0.002	20	0.059	0.011	19	0.356	0.043	12
3	0.012	0.002	15	0.052	0.01	19	0.401	0.046	12
4	0.011	0.002	19	0.055	0.008	15	0.390	0.072	18
5	0.012	0.002	17	0.059	0.011	19	0.395	0.047	12
6	0.014	0.002	15	0.062	0.006	10	0.380	0.064	17
\bar{x} (mg/kg)	0.012			0.058			0.383		
S' (mg/kg)	0.002			0.004			0.016		
RSD' (%)	13			7.0			4.2		
重复性限 r (mg/kg)	0.005			0.026			0.154		
再现性限 R (mg/kg)	0.007			0.027			0.161		
实验室号	间二甲苯								
	浓度 (0.025mg/kg)1			浓度 (0.100mg/kg)2			浓度 (0.500mg/kg)3		
	\bar{x}_i	S_i	RSD_i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD_i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD_i (%)
1	0.013	0.002	18	0.060	0.007	12	0.378	0.053	14
2	0.013	0.002	19	0.055	0.01	18	0.364	0.042	12
3	0.010	0.002	19	0.051	0.01	19	0.395	0.053	13
4	0.011	0.001	9.5	0.054	0.007	14	0.401	0.081	20
5	0.014	0.002	17	0.052	0.008	16	0.380	0.062	16
6	0.012	0.001	11	0.060	0.006	11	0.390	0.055	14
\bar{x} (mg/kg)	0.012			0.055			0.385		

S' (mg/kg)	0.001			0.004			0.013		
RSD (%)	11			6.6			3.4		
重复性限 r (mg/kg)	0.006			0.023			0.165		
再现性限 R (mg/kg)	0.006			0.024			0.174		
实验室号	异丙苯								
	浓度 (0.025mg/kg)1			浓度 (0.100mg/kg)2			浓度 (0.500mg/kg)3		
	\bar{x}_i	S_i	RSD_i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD_i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD_i (%)
1	0.009	0.001	11	0.057	0.004	6.4	0.357	0.034	9.5
2	0.009	0.002	18	0.059	0.01	17	0.352	0.038	11
3	0.010	0.001	11	0.053	0.005	10	0.398	0.05	13
4	0.011	0.002	19	0.055	0.008	15	0.383	0.076	20
5	0.012	0.002	17	0.054	0.008	16	0.370	0.052	14
6	0.012	0.001	9.7	0.058	0.006	11	0.384	0.041	11
\bar{x} (mg/kg)	0.010			0.056			0.374		
S' (mg/kg)	0.001			0.002			0.017		
RSD (%)	12			4.1			4.7		
重复性限 r (mg/kg)	0.004			0.021			0.141		
再现性限 R (mg/kg)	0.005			0.021			0.144		
实验室号	邻二甲苯								
	浓度 (0.025mg/kg)1			浓度 (0.100mg/kg)2			浓度 (0.500mg/kg)3		
	\bar{x}_i	S_i	RSD_i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD_i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD_i (%)
1	0.011	0.002	20	0.058	0.009	16	0.371	0.045	12
2	0.011	0.002	16	0.054	0.01	18	0.360	0.03	8.3
3	0.011	0.002	14	0.049	0.008	15	0.368	0.053	14
4	0.010	0.002	19	0.051	0.008	16	0.383	0.072	19
5	0.013	0.002	18	0.053	0.008	16	0.381	0.032	8.3
6	0.012	0.002	13	0.063	0.009	14	0.371	0.04	11
\bar{x} (mg/kg)	0.011			0.055			0.372		
S' (mg/kg)	0.001			0.005			0.009		
RSD (%)	9.0			9.3			2.3		
重复性限 r (mg/kg)	0.005			0.024			0.132		
再现性限 R (mg/kg)	0.006			0.027			0.141		
实验室号	正丙苯								
	浓度 (0.025mg/kg)1			浓度 (0.100mg/kg)2			浓度 (0.500mg/kg)3		

	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)
1	0.009	0.002	18	0.059	0.006	10	0.347	0.028	8.2
2	0.009	0.001	14	0.053	0.009	18	0.353	0.031	8.9
3	0.011	0.002	15	0.051	0.003	5.6	0.373	0.05	13
4	0.009	0.002	19	0.058	0.01	18	0.376	0.07	19
5	0.010	0.002	16	0.054	0.01	19	0.373	0.041	11
6	0.011	0.001	12	0.064	0.006	9.8	0.369	0.044	12
\bar{x} (mg/kg)	0.010			0.056			0.365		
S' (mg/kg)	0.001			0.005			0.012		
RSD(%)	8.7			8.5			3.3		
重复性限 r (mg/kg)	0.004			0.023			0.129		
再现性限 R (mg/kg)	0.005			0.025			0.136		
实验室号	苯乙烯								
	浓度 (0.025mg/kg)1			浓度 (0.100mg/kg)2			浓度 (0.500mg/kg)3		
	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)
1	0.009	0.002	19	0.051	0.007	13	0.331	0.023	6.9
2	0.009	0.001	12	0.049	0.007	14	0.355	0.033	9.4
3	0.009	0.001	10	0.042	0.005	11	0.355	0.035	10
4	0.010	0.002	15	0.050	0.008	16	0.328	0.031	9.3
5	0.010	0.001	6.3	0.052	0.01	19	0.346	0.016	4.5
6	0.012	0.001	12	0.050	0.006	11	0.352	0.041	12
\bar{x} (mg/kg)	0.010			0.049			0.345		
S' (mg/kg)	0.001			0.004			0.012		
RSD(%)	11			7.2			3.5		
重复性限 r (mg/kg)	0.004			0.020			0.087		
再现性限 R (mg/kg)	0.004			0.021			0.087		

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 μg/L)1			浓度 (20.0 μg/L)2			浓度 (100 μg/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	0.161	3.5	19.3	0.926	4.8	98.7	3.12	3.2
2	4.51	0.372	8.2	19.7	0.817	4.2	100	3.17	3.2
3	4.49	0.211	4.7	20.0	0.952	4.8	99.5	3.88	3.9

4	4.64	0.186	4.0	19.9	0.917	4.6	98.3	2.8	2.8
5	4.33	0.248	5.7	17.6	1.08	6.1	98.2	3.13	3.2
6	4.83	0.201	4.2	19.4	0.301	1.6	98	1.31	1.3
\bar{x} ($\mu\text{g/L}$)	4.56			19.3			98.8		
S' ($\mu\text{g/L}$)	0.167			0.872			0.824		
RSD' (%)	3.6			4.5			0.8		
重复性限 r ($\mu\text{g/L}$)	0.671			2.43			8.42		
再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)	0.770			3.30			8.80		
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	8.46	0.669	7.9	23.1	0.408	1.8	99.1	3.26	3.3
2	8.45	0.515	6.1	21.7	0.193	0.9	102	1.63	1.6
3	7.84	0.454	5.8	22.8	0.330	1.4	101	4.72	4.7
4	9.33	0.304	3.3	24.4	0.526	2.2	98.5	3.19	3.2
5	8.49	0.252	3.0	21.2	0.703	3.3	98.3	1.38	1.4
6	9.09	0.356	3.9	24.5	0.228	0.9	100	1.40	1.4
\bar{x} ($\mu\text{g/L}$)	8.61			23.0			99.8		
S' ($\mu\text{g/L}$)	0.530			1.36			1.40		
RSD' (%)	6.2			5.9			1.4		
重复性限 r ($\mu\text{g/L}$)	1.25			1.22			8.05		
再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)	1.87			3.95			8.33		
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	4.52	0.303	6.7	19.9	0.871	4.4	99.4	3.65	3.7
2	4.59	0.235	5.1	19.8	0.795	4.0	99.0	2.50	2.5
3	4.47	0.186	4.2	19.8	0.750	3.8	104	3.07	3.0
4	4.69	0.224	4.8	19.7	0.585	3.0	101	2.13	2.1
5	4.09	0.216	5.3	19.7	0.329	1.7	99.1	1.91	1.9
6	4.68	0.193	4.1	19.3	0.170	0.9	96.5	0.534	0.6
\bar{x} ($\mu\text{g/L}$)	4.50			19.7			99.8		
S' ($\mu\text{g/L}$)	0.223			0.229			2.37		

<i>RSD'</i> (%)	4.9			1.2			2.4		
重复性限 <i>r</i> ($\mu\text{g/L}$)	0.642			1.78			6.99		
再现性限 <i>R</i> ($\mu\text{g/L}$)	0.856			1.82			9.21		
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	4.39	0.354	8.1	19.7	0.854	4.3	98.6	3.31	3.4
2	4.55	0.218	4.8	19.7	0.649	3.3	98.8	2.79	2.8
3	4.84	0.229	4.7	20.6	0.817	4.0	102	3.60	3.5
4	4.69	0.220	4.7	18.3	0.858	4.7	90.2	3.89	4.3
5	4.06	0.207	5.1	19.1	0.238	1.2	96.8	0.987	1.0
6	4.62	0.245	5.3	19.3	0.258	1.3	97.2	1.30	1.3
\bar{x} ($\mu\text{g/L}$)	4.53			19.4			97.3		
S' ($\mu\text{g/L}$)	0.273			0.750			4.05		
<i>RSD'</i> (%)	6.0			3.9			4.2		
重复性限 <i>r</i> ($\mu\text{g/L}$)	0.702			1.87			8.04		
再现性限 <i>R</i> ($\mu\text{g/L}$)	0.997			2.71			13.5		
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	4.72	0.384	8.1	19.6	0.725	3.7	99.1	2.93	3.0
2	4.49	0.196	4.4	19.7	0.748	3.8	99.2	3.02	3.0
3	4.66	0.187	4.0	20.4	0.708	3.5	103	2.34	2.3
4	4.46	0.188	4.2	19.7	0.682	3.5	101	1.38	1.4
5	4.39	0.148	3.4	19.2	0.273	1.4	98.1	2.37	2.4
6	4.46	0.063	1.4	19.4	0.204	1.1	98.6	0.818	0.8
\bar{x} ($\mu\text{g/L}$)	4.53			19.7			99.7		
S' ($\mu\text{g/L}$)	0.128			0.393			1.69		
<i>RSD'</i> (%)	2.8			2.0			1.7		
重复性限 <i>r</i> ($\mu\text{g/L}$)	0.607			1.68			6.40		
再现性限 <i>R</i> ($\mu\text{g/L}$)	0.660			1.89			7.52		
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($\%$)	\bar{x}_i	S_i	RSD($\%$)	\bar{x}_i	S_i	RSD($\%$)
1	4.61	0.462	10	19.8	0.864	4.4	99.3	3.30	3.3
2	4.49	0.195	4.3	20.4	0.539	2.6	98.5	2.20	2.2
3	4.62	0.153	3.3	18.9	0.519	2.7	99.8	2.08	2.1
4	4.03	0.325	8.1	19.8	0.640	3.2	102	2.19	2.2
5	4.05	0.235	5.8	19.4	0.238	1.2	98.2	1.80	1.8
6	4.44	0.074	1.7	20.0	0.836	4.2	93.6	3.74	4.0
\bar{x} ($\mu\text{g/L}$)	4.37			19.7			98.5		
S' ($\mu\text{g/L}$)	0.270			0.490			2.72		
RSD($\%$)	6.2			2.5			2.8		
重复性限 r ($\mu\text{g/L}$)	0.759			1.80			7.41		
再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)	1.03			2.14			10.2		
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	S_i	RSD $_i$ ($\%$)	\bar{x}_i	S_i	RSD $_i$ ($\%$)	\bar{x}_i	S_i	RSD $_i$ ($\%$)
1	4.51	0.385	8.5	19.6	0.807	4.1	99.2	3.35	3.4
2	4.46	0.165	3.7	19.6	0.653	3.3	102	1.95	1.9
3	4.62	0.176	3.8	18.4	0.872	4.7	96.3	4.45	4.6
4	4.25	0.182	4.3	19.6	0.715	3.6	100	2.47	2.5
5	4.35	0.171	3.9	19.2	0.262	1.4	98.2	1.94	2.0
6	4.37	0.054	1.2	18.4	0.463	2.5	98	1.74	1.8
\bar{x} ($\mu\text{g/L}$)	4.43			19.1			99.0		
S' ($\mu\text{g/L}$)	0.134			0.590			1.94		
RSD($\%$)	3.0			3.1			2.0		
重复性限 r ($\mu\text{g/L}$)	0.596			1.85			7.89		
再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)	0.660			2.36			9.03		
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	4.19	0.076	1.8	19.9	0.934	4.7	99.1	3.11	3.1
2	4.57	0.199	4.4	19.7	0.790	4.0	99.5	3.19	3.2
3	4.64	0.207	4.5	20.6	1.03	5.0	101	2.66	2.6
4	4.65	0.329	7.1	20.1	0.835	4.2	98.7	3.47	3.5

5	4.39	0.161	3.7	19.5	0.272	1.4	98.6	2.00	2.0
6	4.37	0.062	1.4	19.6	0.282	1.4	99.0	1.12	1.1
\bar{x} ($\mu\text{g/L}$)	4.47			19.9			99.3		
S' ($\mu\text{g/L}$)	0.180			0.400			0.770		
RSD' (%)	4.0			2.0			0.8		
重复性限 r ($\mu\text{g/L}$)	0.544			2.11			7.59		
再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)	0.708			2.23			7.91		
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	4.50	0.427	9.5	20.1	1.05	5.2	99.5	3.74	3.8
2	4.47	0.184	4.1	20	1.02	5.1	100	4.44	4.4
3	4.24	0.579	14	20.3	0.770	3.8	96.3	2.59	2.7
4	4.61	0.223	4.9	20.2	1.01	5.0	98.4	3.48	3.5
5	4.30	0.179	4.2	19.8	0.312	1.6	99.7	1.84	1.8
6	4.47	0.055	1.2	19.5	0.149	0.8	97.1	0.516	0.5
\bar{x} ($\mu\text{g/L}$)	4.43			20.0			98.6		
S' ($\mu\text{g/L}$)	0.136			0.305			1.63		
RSD' (%)	3.1			1.5			1.6		
重复性限 r ($\mu\text{g/L}$)	0.912			2.25			8.56		
再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)	0.916			2.27			9.05		

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	4.58	0.265	5.8	20.4	1.50	7.4	99.0	2.44	2.5
2	4.39	0.160	3.6	20.7	0.766	3.7	100	1.73	1.7
3	4.57	0.303	6.6	19.7	0.449	2.3	103	2.59	2.5
4	4.86	0.180	3.7	20.1	0.432	2.1	94.4	4.19	4.4
5	4.76	0.331	7.0	19.8	0.440	2.2	96.0	4.14	4.3
6	4.61	0.163	3.5	20.1	0.721	3.6	95.0	2.33	2.4
\bar{x} ($\mu\text{g/L}$)	4.63			20.1			97.9		
S' ($\mu\text{g/L}$)	0.164			0.372			3.36		

<i>RSD'</i> (%)	3.5			1.8			3.4		
重复性限 <i>r</i> ($\mu\text{g/L}$)	0.682			2.27			8.53		
再现性限 <i>R</i> ($\mu\text{g/L}$)	0.773			2.32			12.2		
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	<i>S_i</i>	<i>RSD_i</i> (%)	\bar{x}_i	<i>S_i</i>	<i>RSD_i</i> (%)	\bar{x}_i	<i>S_i</i>	<i>RSD_i</i> (%)
1	7.45	0.201	2.7	20.0	0.453	2.3	102	2.91	2.9
2	6.87	0.586	8.5	20.6	0.435	2.1	100	1.36	1.4
3	7.02	0.502	7.2	20.8	0.652	3.1	98.3	3.04	3.1
4	7.80	0.301	3.9	21.5	0.623	2.9	94.6	4.00	4.2
5	7.66	0.721	9.4	19.8	0.390	2.0	95.7	3.89	4.1
6	8.71	0.194	2.2	20.6	0.428	2.1	92.6	4.29	4.6
\bar{x} ($\mu\text{g/L}$)	7.59			20.5			97.2		
<i>S'</i> ($\mu\text{g/L}$)	0.660			0.610			3.48		
<i>RSD'</i> (%)	8.7			3.0			3.6		
重复性限 <i>r</i> ($\mu\text{g/L}$)	1.30			1.42			9.51		
再现性限 <i>R</i> ($\mu\text{g/L}$)	2.19			2.14			13.0		
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	<i>S_i</i>	<i>RSD_i</i> (%)	\bar{x}_i	<i>S_i</i>	<i>RSD_i</i> (%)	\bar{x}_i	<i>S_i</i>	<i>RSD_i</i> (%)
1	4.44	0.226	5.1	19.7	0.563	2.9	96.9	0.853	0.9
2	4.44	0.162	3.7	20.5	0.691	3.4	102	1.65	1.6
3	4.54	0.418	9.2	19.7	0.702	3.6	94.3	3.08	3.3
4	4.75	0.235	5.0	21.2	0.609	2.9	96.6	3.34	3.5
5	4.87	0.180	3.7	19.4	0.384	2.0	97.9	2.62	2.7
6	4.69	0.192	4.1	20.6	0.376	1.8	93.3	3.17	3.4
\bar{x} ($\mu\text{g/L}$)	4.62			20.2			96.7		
<i>S'</i> ($\mu\text{g/L}$)	0.176			0.699			2.93		
<i>RSD'</i> (%)	3.8			3.5			3.0		
重复性限 <i>r</i> ($\mu\text{g/L}$)	0.702			1.60			7.31		
再现性限 <i>R</i> ($\mu\text{g/L}$)	0.809			2.44			10.6		
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	4.35	0.193	4.4	19.7	0.470	2.4	97.7	1.34	1.4
2	4.44	0.212	4.8	19.8	0.759	3.8	102	1.61	1.6
3	4.67	0.440	9.4	21.6	0.610	2.8	97.7	4.29	4.4
4	4.73	0.344	7.3	20.7	0.575	2.8	99.1	3.47	3.5
5	4.53	0.184	4.1	19.9	0.380	1.9	92.3	5.52	6.0
6	4.67	0.158	3.4	19.9	0.373	1.9	97.5	4.97	5.1
\bar{x} (μg/L)	4.57			20.3			97.7		
S' (μg/L)	0.148			0.738			3.16		
RSD(%)	3.3			3.6			3.2		
重复性限 r (μg/L)	0.769			1.53			10.8		
再现性限 R (μg/L)	0.816			2.49			13.3		
实验室号	间二甲苯								
	浓度 (5.00 μg/L)1			浓度 (20.0 μg/L)2			浓度 (100 μg/L)3		
	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)	\bar{x}_i	S_i	RSD _i (%)
1	4.37	0.168	3.8	20.0	0.410	2.0	98.9	1.25	1.3
2	4.49	0.219	4.9	21.0	1.26	6.0	93.8	1.14	1.2
3	4.78	0.429	9.0	21.2	0.593	2.8	98.5	4.29	4.4
4	4.81	0.220	4.6	20.6	0.547	2.7	102	2.94	2.9
5	4.57	0.154	3.4	19.4	0.423	2.2	96.9	3.16	3.3
6	4.72	0.173	3.7	21.1	0.427	2.0	94.2	4.59	4.9
\bar{x} (μg/L)	4.62			20.5			97.4		
S' (μg/L)	0.175			0.715			3.10		
RSD(%)	3.8			3.5			3.2		
重复性限 r (μg/L)	0.688			1.90			8.93		
再现性限 R (μg/L)	0.797			2.65			11.9		
实验室号	异丙苯								
	浓度 (5.00 μg/L)1			浓度 (20.0 μg/L)2			浓度 (100 μg/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	0.205	4.6	19.7	0.469	2.4	94.1	4.27	4.5
2	4.49	0.204	4.5	21.2	1.12	5.3	92.8	4.55	4.9
3	4.33	0.418	9.7	19.3	1.89	9.8	98.6	4.46	4.5
4	4.82	0.179	3.7	20.4	0.580	2.8	93.8	2.69	2.9

5	4.56	0.184	4.0	19.1	0.422	2.2	97.9	2.95	3.0
6	4.95	0.25	5.0	20.9	0.718	3.4	88.7	2.53	2.9
\bar{x} ($\mu\text{g/L}$)	4.60			20.1			94.3		
S' ($\mu\text{g/L}$)	0.235			0.853			3.64		
RSD' (%)	5.1			4.2			3.9		
重复性限 r ($\mu\text{g/L}$)	0.711			2.82			10.3		
再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)	0.925			3.51			13.9		
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	4.40	0.141	3.2	19.3	0.452	2.3	96.9	1.81	1.9
2	4.52	0.129	2.9	19.7	0.407	2.1	104	1.94	1.9
3	4.12	0.381	9.2	19.0	0.777	4.1	97.2	4.60	4.7
4	4.85	0.191	3.9	20.5	0.492	2.4	91.7	4.39	4.8
5	4.57	0.169	3.7	19.8	0.474	2.4	95.8	3.20	3.3
6	4.90	0.158	3.2	19.5	0.358	1.8	87.1	3.81	4.4
\bar{x} ($\mu\text{g/L}$)	4.56			19.6			95.5		
S' ($\mu\text{g/L}$)	0.289			0.530			5.78		
RSD' (%)	6.3			2.7			6.0		
重复性限 r ($\mu\text{g/L}$)	0.596			1.43			9.71		
再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)	0.976			1.98			18.4		
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	4.41	0.163	3.7	19.9	0.439	2.2	100	1.49	1.5
2	4.56	0.207	4.5	20.0	0.875	4.4	96.0	3.23	3.4
3	4.81	0.458	9.5	20.9	0.732	3.5	97.7	4.80	4.9
4	4.86	0.239	4.9	20.5	0.495	2.4	99.3	4.09	4.1
5	4.60	0.195	4.2	20.1	0.600	3.0	95.9	3.61	3.8
6	4.72	0.178	3.8	20.1	0.471	2.3	98.2	4.71	4.8
\bar{x} ($\mu\text{g/L}$)	4.66			20.2			97.9		
S' ($\mu\text{g/L}$)	0.170			0.368			1.76		
RSD' (%)	3.6			1.8			1.8		

重复性限 $r(\mu\text{g/L})$	0.728			1.74			10.7		
再现性限 $R(\mu\text{g/L})$	0.817			1.89			10.9		
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	4.46	0.175	3.9	20.0	0.507	2.5	97.7	1.07	1.1
2	4.48	0.214	4.8	19.3	0.558	2.9	104	2.41	2.3
3	4.47	0.376	8.4	19.9	0.388	2.0	90.6	7.91	8.7
4	4.84	0.229	4.7	19.1	0.787	4.1	93.5	4.22	4.5
5	4.64	0.214	4.6	17.9	0.491	2.7	96.6	4.36	4.5
6	4.70	0.233	5.0	19.1	0.405	2.1	98.9	3.88	3.9
$\bar{x}(\mu\text{g/L})$	4.60			19.2			96.8		
$S'(\mu\text{g/L})$	0.154			0.763			4.52		
$RSD(\%)$	3.4			4.0			4.7		
重复性限 $r(\mu\text{g/L})$	0.696			1.51			12.6		
再现性限 $R(\mu\text{g/L})$	0.768			2.54			17.1		

可见，六家实验室分别对固体废物、固体废物水浸出液和醋酸浸出液的三种不同含量水平的统一样品进行了测定。固体废物测定结果：实验室间相对标准偏差范围分别为：5.9%~13%、4.1%~9.3%和 1.8%~4.7%；重复性限范围分别为：0.004~0.012 mg/kg、0.017~0.037 mg/kg 和 0.087~0.165 mg/kg；再现性限范围分别为：0.004~0.019 mg/kg、0.019~0.044 mg/kg 和 0.087~0.174 mg/kg。水浸出液测定结果：实验室间相对标准偏差范围分别为：2.8%~6.2%、1.2%~5.9%和 0.8%~4.2%；重复性限范围分别为：0.544~1.25 $\mu\text{g/L}$ 、1.22~2.43 $\mu\text{g/L}$ 和 6.40~8.56 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限范围分别为：0.660~1.87 $\mu\text{g/L}$ 、1.82~3.95 $\mu\text{g/L}$ 和 7.52~13.5 $\mu\text{g/L}$ 。醋酸浸出液测定结果：实验室间相对标准偏差范围分别为：3.3%~8.7%、1.8%~4.2%和 1.8%~6.0%；重复性限范围分别为：0.596~1.30 $\mu\text{g/L}$ 、1.42~2.82 $\mu\text{g/L}$ 和 7.31~12.6 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限范围分别为：0.768~2.19 $\mu\text{g/L}$ 、1.89~3.51 $\mu\text{g/L}$ 和 10.6~18.4 $\mu\text{g/L}$ 。

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 2-9。

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		
	样品 1 P_i (%) (0.025mg/kg)	样品 2 P_i (%) (0.100mg/kg)	样品 3 P_i (%) (0.500mg/kg)	样品 1 P_i (%) (0.025mg/kg)	样品 2 P_i (%) (0.100mg/kg)	样品 3 P_i (%) (0.500mg/kg)
1	68.6	70.7	88.7	43.3	63.5	88.0
2	64.0	66.9	84.5	49.3	69.7	89.3
3	69.5	60.4	87.5	54.0	52.5	94.0
4	68.3	61.2	84.8	45.3	57.8	90.6
5	71.8	64.2	86.7	49.3	50.7	90.6
6	61.0	61.0	86.0	40.0	59.8	86.5
\bar{p} (%)	67.2	64.1	86.4	46.9	59.0	89.8
$S_{\bar{p}}$ (%)	4.0	4.1	1.6	5.0	7.0	2.6
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{p}}$	67.2±7.9	64.1±8.1	86.4±3.2	46.9±10	59.0±14	89.8±5.2
实验 室号	乙苯			对二甲苯		
	样品 1 P_i (%) (0.025mg/kg)	样品 2 P_i (%) (0.100mg/kg)	样品 3 P_i (%) (0.500mg/kg)	样品 1 P_i (%) (0.025mg/kg)	样品 2 P_i (%) (0.100mg/kg)	样品 3 P_i (%) (0.500mg/kg)
1	40.8	61.7	79.4	41.0	62.4	75.8
2	43.9	59.0	81.8	38.6	59.1	71.1
3	51.6	49.1	81.7	46.3	52.0	80.2
4	55.5	52.9	76.3	45.3	54.6	78.1
5	47.7	55.2	80.6	49.9	59.0	79.1
6	54.4	59.6	85.5	55.9	61.8	75.9
\bar{p} (%)	49.0	56.3	80.9	46.2	58.1	76.7
$S_{\bar{p}}$ (%)	5.9	4.7	3.0	6.2	4.1	3.2
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{p}}$	49.0±12	56.3±9.5	80.9±6.0	46.2±12	58.1±8.2	76.7±6.4
实验 室号	间二甲苯			异丙苯		
	样品 1 P_i (%) (0.025mg/kg)	样品 2 P_i (%) (0.100mg/kg)	样品 3 P_i (%) (0.500mg/kg)	样品 1 P_i (%) (0.025mg/kg)	样品 2 P_i (%) (0.100mg/kg)	样品 3 P_i (%) (0.500mg/kg)
1	51.6	59.7	75.7	36.3	57.1	71.5
2	50.5	55.4	72.9	36.8	59.2	70.5
3	40.7	51.2	78.9	40.2	53.2	79.6
4	43.1	54.4	80.1	42.1	55.2	76.5
5	54.5	52.2	76.0	48.4	54.1	74.0
6	46.3	59.8	78.1	47.1	57.7	76.9
\bar{p} (%)	47.8	55.4	77.0	41.8	56.1	74.8
$S_{\bar{p}}$ (%)	5.3	3.7	2.6	5.1	2.3	3.5
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{p}}$	47.8±11	55.4±7.3	77.0±5.2	41.8±10	56.1±4.6	74.8±7.0
实验 室号	邻二甲苯			正丙苯		
	样品 1 P_i (%) (0.025mg/kg)	样品 2 P_i (%) (0.100mg/kg)	样品 3 P_i (%) (0.500mg/kg)	样品 1 P_i (%) (0.025mg/kg)	样品 2 P_i (%) (0.100mg/kg)	样品 3 P_i (%) (0.500mg/kg)

1	43.3	57.9	74.2	37.0	58.6	69.5
2	45.2	54.4	71.9	36.1	52.9	70.6
3	42.9	49.3	73.5	42.6	50.8	74.6
4	39.5	50.8	76.6	35.9	58.3	75.1
5	51.3	53.3	76.1	41.3	53.7	74.5
6	47.2	63.4	74.2	43.3	63.8	73.8
\bar{p} (%)	44.9	54.9	74.4	39.4	56.4	73.0
$S_{\bar{p}}$ (%)	4.1	5.1	1.7	3.4	4.8	2.4
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	44.9±8.1	54.9±10	74.4±3.5	39.4±6.8	56.4±9.5	73.0±4.8
实验 室号	苯乙烯			—		
	样品 1 P_i (%) (0.025mg/kg)	样品 2 P_i (%) (0.100mg/kg)	样品 3 P_i (%) (0.500mg/kg)	—	—	—
1	34.8	50.9	66.3	—	—	—
2	35.9	49.1	70.9	—	—	—
3	37.6	42.3	71.1	—	—	—
4	39.3	49.6	65.7	—	—	—
5	40.0	52.5	69.3	—	—	—
6	46.8	50.4	70.4	—	—	—
\bar{p} (%)	39.1	49.1	68.9	—	—	—
$S_{\bar{p}}$ (%)	4.3	3.5	2.4	—	—	—
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	39.1±8.6	49.1±7.1	68.9±4.8	—	—	—

表 2-8 固体废物水浸出液样品加标测试数据汇总表

实验 室号	苯			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	91.7	96.7	98.7	81.7	93.5	94.8
2	90.1	98.3	100	87.9	88.2	97.9
3	89.9	99.8	99.5	81.5	95.1	96.8
4	92.8	99.4	98.3	83.5	96.4	93.3
5	86.7	88.0	98.1	78.1	82.9	93.7
6	96.6	97.1	98.0	85.2	98.3	95.4
\bar{p} (%)	91.3	96.5	98.8	83.0	92.4	95.3
$S_{\bar{p}}$ (%)	3.3	4.4	0.8	3.4	5.8	1.8
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	91.3±6.7	96.5±8.7	98.8±1.6	83.0±6.8	92.4±12	95.3±3.6
实验 室号	乙苯			对二甲苯		
	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	90.3	99.7	99.4	87.9	98.3	98.6
2	91.8	99.2	99.0	90.9	98.3	98.8

3	89.4	98.9	104	96.8	103	102
4	93.8	98.4	101	93.9	91.4	90.2
5	81.7	98.6	99.1	81.2	95.6	96.8
6	93.5	96.4	96.5	92.4	96.4	97.2
\bar{p} (%)	90.1	98.5	99.8	90.5	97.1	97.3
$S_{\bar{p}}$ (%)	4.5	1.1	2.4	5.5	3.8	4.0
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	90.1±8.9	98.5±2.3	99.8±4.7	90.5±11	97.1±7.5	97.3±8.1
实验 室号	间二甲苯			异丙苯		
	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	94.3	97.9	99.1	92.3	99.1	99.3
2	89.9	98.7	99.2	89.8	102	98.5
3	93.2	102	103	92.4	94.7	99.8
4	89.1	98.5	101	80.5	99.2	102
5	87.8	96.0	98.1	80.9	96.9	98.2
6	89.2	97.2	98.6	88.9	99.8	93.6
\bar{p} (%)	90.6	98.4	99.7	87.5	98.6	98.5
$S_{\bar{p}}$ (%)	2.6	2.0	1.7	5.4	2.5	2.7
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	90.6±5.1	98.4±3.9	99.7±3.4	87.5±11	98.6±4.9	98.5±5.4
实验 室号	邻二甲苯			正丙苯		
	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	90.3	98.0	99.2	83.9	99.6	99.1
2	89.1	98.0	102	91.4	98.6	99.5
3	92.5	91.9	96.3	92.7	103	101
4	84.9	98.0	100	92.9	100	98.7
5	87.0	96.1	98.2	87.7	97.6	98.6
6	87.4	92.1	98.0	87.4	98.0	99.0
\bar{p} (%)	88.5	95.7	99.0	89.3	99.5	99.3
$S_{\bar{p}}$ (%)	2.7	2.9	1.9	3.6	2.0	0.8
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	88.5±5.3	95.7±5.9	99.0±3.9	89.3±7.2	99.5±4.0	99.3±1.5
实验 室号	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)	—	—	—
1	90.0	100	99.5	—	—	—
2	89.4	99.9	100	—	—	—
3	84.8	102	96.3	—	—	—
4	92.1	101	98.4	—	—	—
5	86.0	98.9	99.7	—	—	—
6	89.4	97.3	97.1	—	—	—

\bar{p} (%)	88.6	99.8	98.6	—	—	—
$S_{\bar{p}}$ (%)	2.7	1.5	1.6	—	—	—
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	88.6±5.5	99.8±3.1	98.6±3.3	—	—	—

表 2-9 固体废物醋酸浸出液样品加标测试数据汇总表

实验 室号	苯			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	91.5	102	99.0	82.6	83.4	98.2
2	87.8	103	100	79.6	88.4	97.6
3	91.3	98.4	103	83.1	89.6	95.4
4	97.2	101	94.4	84.4	89.5	91.0
5	95.2	99.2	96.0	90.2	83.1	92.6
6	92.1	100	95.0	96.7	83.5	88.7
\bar{p} (%)	92.5	101	97.9	86.1	86.3	93.9
$S_{\bar{p}}$ (%)	3.3	1.9	3.4	6.3	3.2	3.8
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	92.5±6.5	101±3.7	97.9±6.7	86.1±13	86.3±6.5	93.9±7.6
实验 室号	乙苯			对二甲苯		
	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	88.8	98.3	96.9	87.1	98.7	97.7
2	88.8	103	102	88.8	98.8	102
3	90.8	98.3	94.3	93.3	108	97.7
4	95.0	106	96.6	94.6	103	99.1
5	97.4	97.0	97.9	90.6	99.7	92.3
6	93.8	103	93.3	93.5	99.3	97.5
\bar{p} (%)	92.4	101	96.7	91.3	101	97.7
$S_{\bar{p}}$ (%)	3.5	3.5	2.9	3.0	3.7	3.2
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	92.4±7.1	101±7.0	96.7±5.9	91.3±5.9	101±7.4	97.7±6.3
实验 室号	间二甲苯			异丙苯		
	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	87.5	100	98.9	89.1	98.5	94.1
2	89.8	105	93.8	89.7	106	92.8
3	95.6	106	98.5	86.7	96.6	98.6
4	96.2	103	102	96.4	102	93.8
5	91.3	96.8	96.9	91.2	95.4	97.9
6	94.4	105	94.2	99.0	104	88.7
\bar{p} (%)	92.5	103	97.4	92.0	100	94.3
$S_{\bar{p}}$ (%)	3.5	3.6	3.1	4.7	4.3	3.6

$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	92.5±7.0	103±7.2	97.4±6.2	92.0±9.4	100±8.5	94.3±7.3
实验 室号	邻二甲苯			正丙苯		
	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	88.1	96.4	96.9	88.1	99.4	100
2	90.4	98.6	104	91.2	100	96.0
3	82.5	94.9	97.2	96.2	104	97.7
4	97.0	103	91.7	97.2	102	99.3
5	91.3	99.1	95.8	92.0	100	95.9
6	98.1	97.5	87.1	94.4	101	98.2
\bar{p} (%)	91.2	98.2	95.5	93.2	101	97.9
$S_{\bar{p}}$ (%)	5.8	2.7	5.8	3.4	1.8	1.8
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	91.2±12	98.2±5.3	95.5±12	93.2±6.8	101±3.7	97.9±3.5
实验 室号	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)	—	—	—
1	89.2	100	97.7	—	—	—
2	89.6	96.4	104	—	—	—
3	89.4	99.4	90.6	—	—	—
4	96.8	95.5	93.5	—	—	—
5	92.8	89.5	96.6	—	—	—
6	93.9	95.4	98.9	—	—	—
\bar{p} (%)	91.9	96.1	96.8	—	—	—
$S_{\bar{p}}$ (%)	3.1	3.8	4.5	—	—	—
$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$	91.9±6.2	96.1±7.6	96.8±9.0	—	—	—

结论：六家实验室对固体废物基体加标样品进行了测定，样品加标含量为 0.025 mg/kg，对应 9 种目标物的加标回收率范围为 34.8%~71.8%；样品加标含量为 0.100 mg/kg，对应 9 种目标物的加标回收率范围为 42.3%~70.7%；样品加标含量为 0.500 mg/kg，对应 9 种目标物的加标回收率范围为 65.7%~94.0%。对固体废物水浸出液基体加标样品进行了测定，样品加标含量为 5.00 µg/L，对应 9 种目标物的加标回收率范围为 78.1%~96.8%；样品加标含量为 20.0 µg/L，对应 9 种目标物的加标回收率范围为 82.9%~103%；样品加标含量为 100 µg/L，对应 9 种目标物的加标回收率范围为 90.2%~104%。对固体废物醋酸浸出液基体加标样品进行了测定，样品加标含量为 5.00 µg/L，对应 9 种目标物的加标回收率范围为 79.6%~99.0%；样品加标含量为 20.0 µg/L，对应 9 种目标物的加标回收率范围为 83.1%~108%；样品加标含量为 100 µg/L，对应 9 种目标物的加标回收率范围为 87.1%~104%。

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) 当固体废物取样量为 2 g 时和固体废物样品浸出液为 10.0 ml 时，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、实验室间相对标准偏差、重复性限 r、再现性限 R、加标回收率等指标汇总结果见表 3-2 至 3-7。

表3-1 验证单位检出限和测定下限汇总结果

序号	化合物名称	固体废物		固体废物浸出液	
		检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
1	苯	0.005	0.020	0.7	2.8
2	甲苯	0.005	0.020	2	8
3	乙苯	0.005	0.020	0.9	3.6
4	对-二甲苯	0.004	0.016	0.7	2.8
5	间-二甲苯	0.005	0.020	0.9	3.6
6	异丙苯	0.004	0.016	0.7	2.8
7	邻-二甲苯	0.005	0.020	1	4
8	正丙苯	0.004	0.016	1	4
9	苯乙烯	0.006	0.024	0.7	2.8

3-2 固体废物方法的精密度

序号	化合物名称	含量/ (mg/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/ (mg/kg)	再现性限 R/(mg/kg)
1	苯	0.017	5.5~19	5.9	0.005	0.006
		0.064	4.3~14	6.3	0.02	0.02
		0.432	6.8~12	1.8	0.1	0.1
2	甲苯	0.067	3.6~9.6	8.1	0.01	0.02
		0.114	4.8~16	9.2	0.04	0.04
		0.504	3.0~9.0	1.8	0.09	0.09
3	乙苯	0.012	15~19	12	0.006	0.007
		0.056	13~18	8.4	0.02	0.03
		0.404	4.2~13	3.7	0.1	0.1
4	对-二甲苯	0.012	15~20	13	0.005	0.007
		0.058	10~19	7.0	0.03	0.03
		0.383	12~18	4.2	0.2	0.2
5	间-二甲苯	0.012	9.5~19	11	0.006	0.006
		0.055	11~19	6.6	0.02	0.02
		0.385	12~20	3.4	0.2	0.2
6	异丙苯	0.010	9.7~19	12	0.004	0.005
		0.056	6.4~17	4.1	0.02	0.02

序号	化合物名称	含量/ (mg/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/ (mg/kg)	再现性限 R/(mg/kg)
		0.374	9.5~20	4.7	0.1	0.1
7	邻-二甲苯	0.011	13~20	9.0	0.005	0.006
		0.055	14~18	9.3	0.02	0.03
		0.372	8.3~19	2.3	0.1	0.1
8	正丙苯	0.010	12~19	8.7	0.004	0.005
		0.056	5.6~19	8.5	0.02	0.03
		0.365	8.2~19	3.3	0.1	0.1
9	苯乙烯	0.010	6.3~19	11	0.004	0.004
		0.049	11~19	7.2	0.02	0.02
		0.345	4.5~12	3.5	0.09	0.09

3-3 固体废物方法的准确度

序号	化合物名称	含量/ (mg/kg)	加标回收率 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	0.017	67.2	3.96	61.0~71.8	67.2±7.9
		0.064	64.1	4.06	60.4~70.7	64.1±8.1
		0.432	86.4	1.59	84.5~88.7	86.4±3.2
2	甲苯	0.067	46.9	5.00	40.0~54.0	46.9±10
		0.114	59.0	7.04	52.5~69.7	59.0±14
		0.504	89.8	2.58	86.5~94.0	89.8±5.2
3	乙苯	0.012	49.0	5.88	40.8~55.5	49.0±12
		0.056	56.3	4.74	49.1~61.7	56.3±9.5
		0.404	80.9	3.01	76.3~85.5	80.9±6.0
4	对-二甲苯	0.012	46.2	6.20	38.6~55.9	46.2±12
		0.058	58.1	4.08	52.0~62.4	58.1±8.2
		0.383	76.7	3.22	71.1~80.2	76.7±6.4
5	间-二甲苯	0.012	47.8	5.34	40.7~54.5	47.8±11
		0.055	55.4	3.66	51.2~59.8	55.4±7.3
		0.385	77.0	2.62	72.9~80.1	77.0±5.2
6	异丙苯	0.010	41.8	5.10	36.3~48.4	41.8±10
		0.056	56.1	2.30	53.2~59.2	56.1±4.6
		0.374	74.8	3.49	70.5~79.6	74.8±7.0
7	邻-二甲苯	0.011	44.9	4.06	39.5~51.3	44.9±8.0
		0.055	54.9	5.13	49.3~63.4	54.9±10
		0.372	74.4	1.73	71.9~76.6	74.4±3.5
8	正丙苯	0.010	39.4	3.41	35.9~43.3	39.4±6.8
		0.056	56.4	4.76	50.8~63.8	56.4±9.5
		0.365	73.0	2.38	69.5~75.1	73.0±4.8
9	苯乙烯	0.010	39.1	4.29	34.8~46.8	39.1±8.6

序号	化合物名称	含量/ (mg/kg)	加标回收率 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/% $\bar{P} \pm 2S_P$
		0.049	49.1	3.53	42.3~52.5	49.1±7.1
		0.345	68.9	2.40	65.7~71.1	68.9±4.8

3-4 固体废物实验用水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	4.56	3.5~8.2	3.6	0.7	0.8
		19.3	1.6~6.1	4.5	2	3
		98.8	1.3~3.9	0.8	8	9
2	甲苯	8.61	3.0~7.9	6.2	1	2
		23.0	0.9~3.3	5.9	1	4
		99.8	1.4~4.7	1.4	8	8
3	乙苯	4.50	4.1~6.7	4.9	0.6	0.9
		19.7	0.9~4.4	1.2	2	2
		99.8	0.6~3.7	2.4	7	9
4	对-二甲苯	4.53	4.7~8.1	6.0	0.7	1
		19.4	1.2~4.7	3.9	2	3
		97.3	1.0~4.3	4.2	8	14
5	间-二甲苯	4.53	1.4~8.1	2.8	0.6	0.7
		19.7	1.1~3.8	2.0	2	2
		99.7	0.8~3.0	1.7	6	8
6	异丙苯	4.37	1.7~10	6.2	0.8	1
		19.7	1.2~4.4	2.5	2	2
		98.5	1.8~4.0	2.8	7	10
7	邻-二甲苯	4.43	1.2~8.5	3.0	0.6	0.7
		19.1	1.4~4.7	3.1	2	2
		99.0	1.8~4.6	2.0	8	9
8	正丙苯	4.47	1.4~7.1	4.0	0.5	0.7
		19.9	1.4~5.0	2.0	2	2
		99.3	1.1~3.5	0.8	8	8
9	苯乙烯	4.43	1.2~14	3.1	0.9	0.9
		20.0	0.8~5.2	1.5	2	2
		98.6	0.5~4.4	1.6	9	9

3-5 固体废物实验用水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	4.56	91.3	3.33	86.7~96.6	91.3 \pm 6.7
		19.3	96.5	4.36	88.0~99.8	96.5 \pm 8.7
		98.8	98.8	0.82	98.0~100	98.8 \pm 1.6
2	甲苯	8.61	83.0	3.38	78.1~87.9	83.0 \pm 6.8
		23.0	92.4	5.78	82.9~98.3	92.4 \pm 12
		99.8	95.3	1.78	93.3~97.9	95.3 \pm 3.6
3	乙苯	4.50	90.1	4.45	81.7~93.5	90.1 \pm 8.9
		19.7	98.5	1.14	96.4~99.7	98.5 \pm 2.3
		99.8	99.8	2.37	96.5~104	99.8 \pm 4.7
4	对-二甲苯	4.53	90.5	5.46	81.2~96.8	90.5 \pm 11
		19.4	97.1	3.75	91.4~103	97.1 \pm 7.5
		97.3	97.3	4.05	90.2~102	97.3 \pm 8.1
5	间-二甲苯	4.53	90.6	2.57	87.8~94.3	90.6 \pm 5.1
		19.7	98.4	1.97	96.0~102	98.4 \pm 3.9
		99.7	99.7	1.69	98.1~103	99.7 \pm 3.4
6	异丙苯	4.37	87.5	5.40	80.5~92.4	87.5 \pm 11
		19.7	98.6	2.45	94.7~102	98.6 \pm 4.9
		98.5	98.5	2.72	93.6~102	98.5 \pm 5.4
7	邻-二甲苯	4.43	88.5	2.67	84.9~90.3	88.5 \pm 5.3
		19.1	95.7	2.95	92.1~98.0	95.7 \pm 5.9
		99.0	99.0	1.94	96.3~102	99.0 \pm 3.9
8	正丙苯	4.47	89.3	3.60	83.9~92.9	89.3 \pm 7.2
		19.9	99.5	2.00	97.6~103	99.5 \pm 4.0
		99.3	99.3	0.77	98.6~101	99.3 \pm 1.5
9	苯乙烯	4.43	88.6	2.73	84.8~92.1	88.6 \pm 5.5
		20.0	99.8	1.53	97.3~102	99.8 \pm 3.1
		98.6	98.6	1.63	96.3~100	98.6 \pm 3.3

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	4.63	3.5~7.0	3.5	0.7	0.8
		20.1	2.1~7.4	1.8	2	2

		97.9	1.7~4.4	3.4	9	12
2	甲苯	7.59	2.2~9.4	8.7	1	2
		20.5	2.0~3.1	3.0	1	2
		97.2	1.4~4.6	3.6	10	13
3	乙苯	4.62	3.7~9.2	3.8	0.7	0.8
		20.2	1.8~3.6	3.5	2	2
		96.7	0.9~3.5	3.0	7	11
4	对-二甲苯	4.57	3.4~9.4	3.3	0.8	0.8
		20.3	1.9~3.8	3.6	2	2
		97.7	1.4~6.0	3.2	11	13
5	间-二甲苯	4.62	3.4~9.0	3.8	0.7	0.8
		20.5	2.0~6.0	3.5	2	3
		97.4	1.2~4.9	3.2	9	12
6	异丙苯	4.60	3.7~9.7	5.1	0.7	0.9
		20.1	2.2~9.8	4.2	3	4
		94.3	2.9~4.9	3.9	10	14
7	邻-二甲苯	4.56	2.9~9.2	6.3	0.6	1
		19.6	1.8~4.1	2.7	1	2
		95.5	1.9~4.8	6.0	10	18
8	正丙苯	4.66	3.7~9.5	3.6	0.7	0.8
		20.2	2.2~4.4	1.8	2	2
		97.9	1.5~4.9	1.8	11	11
9	苯乙烯	4.60	3.9~8.4	3.4	0.7	0.8
		19.2	2.0~4.1	4.0	2	3
		96.8	1.1~8.7	4.7	13	17

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 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	4.63	92.5	3.27	87.8~97.2	92.5 \pm 6.5
		20.1	101	1.86	98.4~103	101 \pm 3.7
		97.9	97.9	3.36	94.4~103	97.9 \pm 6.7
2	甲苯	7.59	86.1	6.25	79.6~96.7	86.1 \pm 13
		20.5	86.3	3.23	83.1~89.6	86.3 \pm 6.5
		97.2	93.9	3.78	88.7~98.2	93.9 \pm 7.6
3	乙苯	4.62	92.4	3.53	88.8~97.4	92.4 \pm 7.1
		20.2	101	3.49	97.0~106	101 \pm 7.0

		96.7	96.7	2.93	93.3~102	96.7±5.9
4	对-二甲苯	4.57	91.3	2.97	87.1~93.5	91.3±5.9
		20.3	101	3.69	98.7~108	101±7.4
		97.7	97.7	3.16	92.3~102	97.7±6.3
5	间-二甲苯	4.62	92.5	3.51	87.5~96.2	92.5±7.0
		20.5	103	3.58	96.8~106	103±7.2
		97.4	97.4	3.10	93.8~102	97.4±6.2
6	异丙苯	4.60	92.0	4.71	86.7~99.0	92.0±9.4
		20.1	101	4.26	95.4~106	101±8.5
		94.3	94.3	3.64	88.7~98.6	94.3±7.3
7	邻-二甲苯	4.56	91.2	5.79	82.5~98.1	91.2±12
		19.6	98.2	2.65	94.9~103	98.2±5.3
		95.5	95.5	5.78	87.1~97.2	95.5±12
8	正丙苯	4.66	93.2	3.39	88.1~97.2	93.2±6.8
		20.2	101	1.84	99.4~104	101±3.7
		97.9	97.9	1.76	95.9~100	97.9±3.5
9	苯乙烯	4.60	91.9	3.08	89.2~96.8	91.9±6.2
		19.2	96.1	3.81	89.5~100	96.1±7.6
		96.8	96.8	4.52	90.6~104	96.8±9.0

(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。

3.1 检出限

固体废物样品量为 2 g 时，9 种目标物的方法检出限为 0.004 ~0.006 mg/kg，测定下限为 0.016 ~0.024 mg/kg。固体废物浸出液体积为 10.0 ml 时，9 种目标物的方法检出限为 0.7 ~2 µg/L，测定下限为 2.8 ~8 µg/L。

3.2 精密度

六家实验室分别对浓度水平为 0.025 mg/kg、0.100 mg/kg 和 0.500 mg/kg 的固体废物样品进行了精密度测定，实验室内相对标准偏差范围分别为：3.6%~20%、4.3%~19%和 3.0%~20%；实验室间相对标准偏差范围分别为：5.9%~13%、4.1%~9.3%和 1.8%~4.7%；重复性限范围分别为：0.004~0.01 mg/kg、0.02~0.04 mg/kg 和 0.09~0.2 mg/kg；再现性限范围分别为：0.004~0.02 mg/kg、0.02~0.04 mg/kg 和 0.09~0.2 mg/kg。

六家实验室分别对浓度水平为 5.00 µg/L、20.0 µg/L 和 100 µg/L 的固体废物水浸出液样品进行了精密度测定，实验室内相对标准偏差范围分别为：1.2%~14%、0.8%~6.1%和 0.5%~4.7%；实验室间相对标准偏差范围分别为：2.8%~6.2%、1.2%~5.9%和 0.8%~4.2%；

重复性限范围分别为：0.5~1 µg/L、1~2 µg/L 和 6~9 µg/L；再现性限范围分别为：0.7~2 µg/L、2~4 µg/L 和 8~14 µg/L。

六家实验室分别对浓度水平为5.00 µg/L、20.0 µg/L和100 µg/L的固体废物醋酸浸出液样品进行了精密度测定，实验室内相对标准偏差范围分别为：2.2%~9.7%、1.8%~9.8%和0.9%~8.7%；实验室间相对标准偏差范围分别为：3.3%~8.7%、1.8%~4.2%和1.8%~6.0%；重复性限范围分别为：0.6~1 µg/L、1~3 µg/L和7~13 µg/L；再现性限范围分别为：0.8~2 µg/L、2~4 µg/L和11~18 µg/L。

3.3 准确度

六家实验室对固体废物基体加标样品进行了测定，样品加标含量为0.025 mg/kg，对应9种目标物的加标回收率范围为34.8%~71.8%；样品加标含量为0.100 mg/kg，对应9种目标物的加标回收率范围为42.3%~70.7%；样品加标含量为0.500 mg/kg，对应9种目标物的加标回收率范围为65.7%~94.0%。

六家实验室对固体废物水浸出液基体加标样品进行了测定，样品加标含量为5.00 µg/L，对应9种目标物的加标回收率范围为78.1%~96.8%；样品加标含量为20.0 µg/L，对应9种目标物的加标回收率范围为82.9%~103%；样品加标含量为100 µg/L，对应9种目标物的加标回收率范围为90.2%~104%。

六家实验室对固体废物醋酸浸出液基体加标样品进行了测定，样品加标含量为5.00 µg/L，对应9种目标物的加标回收率范围为79.6%~99.0%；样品加标含量为20.0 µg/L，对应9种目标物的加标回收率范围为83.1%~108%；样品加标含量为100 µg/L，对应9种目标物的加标回收率范围为87.1%~104%。

3.4 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3-5至3-10。

3.4.1 辽宁省环境监测实验中心测定的精密度和准确度数据

表3-5 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 mg/kg	测定浓度 mg/kg						平均值 mg/kg	标准偏差 mg/kg	RSD %	回收 率%
			1	2	3	4	5	6				
1	苯	0	0.006	0.006	0.006	0.005	0.006	0.005	0.01	—	—	68.8
		0.100	0.082	0.070	0.069	0.080	0.068	0.078	0.075	0.006	8.4	
2	甲苯	0	0.007	0.007	0.008	0.008	0.008	0.007	0.01	—	—	71.7
		0.100	0.085	0.084	0.066	0.084	0.082	0.073	0.079	0.008	9.8	
3	乙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	76.6
		0.100	0.073	0.079	0.087	0.085	0.073	0.063	0.077	0.009	11	
4	对-二甲 苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	70.6
		0.100	0.065	0.074	0.074	0.073	0.069	0.070	0.071	0.003	4.8	
5	间-二甲 苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	67.8
		0.100	0.061	0.070	0.070	0.070	0.068	0.067	0.068	0.003	4.9	
6	异丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	62.3
		0.100	0.070	0.065	0.056	0.056	0.063	0.064	0.062	0.006	8.9	
7	邻-二甲 苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	68.0
		0.100	0.077	0.066	0.062	0.062	0.070	0.070	0.068	0.005	8.1	
8	正丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	66.0
		0.100	0.061	0.059	0.066	0.071	0.075	0.064	0.066	0.006	9.2	
9	苯乙烯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	71.8
		0.100	0.077	0.072	0.075	0.071	0.065	0.071	0.072	0.004	5.4	

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4.8~11%之间，加标回收率在62.3~76.6%之间。

3.4.2 沈阳市环境监测中心站测定的精密度和准确度数据

表3-6 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 mg/kg	测定浓度 mg/kg						平均值 mg/kg	标准偏差 mg/kg	RSD %	回收 率%
			1	2	3	4	5	6				
1	苯	0	0.008	0.006	0.006	0.008	0.007	0.007	0.007	—	—	80.9

序号	化合物	加标浓度 mg/kg	测定浓度 mg/kg						平均值 mg/kg	标准偏差 mg/kg	RSD %	回收 率%
			1	2	3	4	5	6				
		0.100	0.075	0.104	0.094	0.080	0.090	0.085	0.088	0.010	12	
2	甲苯	0	0.009	0.008	0.008	0.009	0.008	0.008	0.008	—	—	76.0
		0.100	0.074	0.101	0.093	0.081	0.072	0.085	0.084	0.011	13	
3	乙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	83.4
		0.100	0.089	0.103	0.097	0.067	0.074	0.072	0.083	0.015	18	
4	对-二甲 苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	85.2
		0.100	0.077	0.092	0.097	0.076	0.092	0.078	0.085	0.009	11	
5	间-二甲 苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	88.9
		0.100	0.096	0.101	0.087	0.087	0.082	0.080	0.089	0.008	9.1	
6	异丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	90.4
		0.100	0.090	0.102	0.078	0.088	0.091	0.093	0.090	0.008	8.7	
7	邻-二甲 苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	85.3
		0.100	0.085	0.099	0.094	0.074	0.075	0.085	0.085	0.010	12	
8	正丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	86.6
		0.100	0.091	0.088	0.100	0.096	0.069	0.076	0.087	0.012	14	
9	苯乙烯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	81.0
		0.100	0.095	0.088	0.082	0.077	0.078	0.066	0.081	0.010	12	

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8.7~18%之间，加标回收率在76.0~90.4%之间。

3.4.3 大连市环境监测中心测定的精密度和准确度数据

表3-7 焦油厂废渣样品的精密度和准确度

序号	化合物	加标浓度 mg/kg	测定浓度 mg/kg						平均值 mg/kg	标准偏差 mg/kg	RSD %	回收 率%
			1	2	3	4	5	6				
1	苯	0	0.023	0.026	0.020	0.025	0.023	0.030	0.025	—	—	67.7
		0.100	0.100	0.095	0.072	0.073	0.095	0.119	0.092	0.018	19	
2	甲苯	0	0.056	0.075	0.060	0.059	0.063	0.077	0.065	—	—	87.1

序号	化合物	加标浓度 mg/kg	测定浓度 mg/kg						平均值 mg/kg	标准偏差 mg/kg	RSD %	回收 率%
			1	2	3	4	5	6				
		0.100	0.162	0.158	0.112	0.153	0.155	0.172	0.152	0.021	14	
3	乙苯	0	0.003	0.005	0.005	0.004	0.004	0.004	0.004	—	—	61.4
		0.100	0.054	0.053	0.066	0.069	0.068	0.083	0.065	0.011	17	
4	对-二甲 苯	0	0.048	0.055	0.050	0.037	0.063	0.047	0.050	—	—	70.9
		0.100	0.109	0.136	0.095	0.133	0.112	0.141	0.121	0.018	15	
5	间-二甲 苯	0	0.028	0.031	0.030	0.023	0.022	0.027	0.027	—	—	71.9
		0.100	0.087	0.107	0.084	0.111	0.096	0.108	0.099	0.011	11	
6	异丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	88.1
		0.100	0.099	0.089	0.077	0.077	0.101	0.086	0.088	0.010	12	
7	邻-二甲 苯	0	0.036	0.058	0.051	0.045	0.050	0.049	0.048	—	—	67.3
		0.100	0.110	0.121	0.097	0.125	0.111	0.128	0.115	0.012	10	
8	正丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	83.6
		0.100	0.085	0.096	0.095	0.063	0.072	0.091	0.084	0.013	16	
9	苯乙烯	0	0.115	0.107	0.166	0.136	0.152	0.122	0.133	—	—	93.8
		0.100	0.253	0.259	0.184	0.237	0.225	0.203	0.227	0.029	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10~19%之间，加标回收率在61.4~93.8%之间。

3.4.4 抚顺市环境监测中心站测定的精密度和准确度数据

表3-8 粗苯土壤样品的精密度和准确度

序号	化合物	加标浓度 mg/kg	测定浓度 mg/kg						平均值 mg/kg	标准偏差 mg/kg	RSD %	回收 率%
			1	2	3	4	5	6				
1	苯	0	0.006	0.006	0.005	0.005	0.005	0.006	0.006	—	—	91.0
		0.100	0.101	0.103	0.090	0.102	0.090	0.094	0.097	0.006	5.9	
2	甲苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	84.5
		0.100	0.078	0.082	0.089	0.082	0.097	0.079	0.085	0.007	8.8	
3	乙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	90.7

序号	化合物	加标浓度 mg/kg	测定浓度 mg/kg						平均值 mg/kg	标准偏差 mg/kg	RSD %	回收 率%
			1	2	3	4	5	6				
		0.100	0.083	0.098	0.086	0.094	0.093	0.090	0.091	0.005	6.1	
4	对-二甲 苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	78.8
		0.100	0.069	0.083	0.076	0.079	0.090	0.076	0.079	0.007	9.1	
5	间-二甲 苯	0	0.006	0.007	0.006	0.006	0.006	0.006	0.006	—	—	83.3
		0.100	0.082	0.101	0.083	0.096	0.087	0.087	0.089	0.007	8.4	
6	异丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	90.4
		0.100	0.090	0.094	0.097	0.082	0.084	0.097	0.090	0.006	7.1	
7	邻-二甲 苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	86.8
		0.100	0.092	0.099	0.081	0.087	0.087	0.074	0.087	0.009	10	
8	正丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	77.0
		0.100	0.088	0.073	0.083	0.079	0.073	0.066	0.077	0.008	10	
9	苯乙烯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	75.1
		0.100	0.068	0.072	0.093	0.074	0.081	0.063	0.075	0.011	14	

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5.9~14%之间，加标回收率在75.1~91.0%之间。

3.4.5 辽阳市环境监测站测定的精密度和准确度数据

表3-9 焦油废渣样品的精密度和准确度

序号	化合物	加标浓度 mg/kg	测定浓度 mg/kg						平均值 mg/kg	标准偏差 mg/kg	RSD %	回收 率%
			1	2	3	4	5	6				
1	苯	0	0.145	0.170	0.202	0.166	0.158	0.164	0.168	—	—	112
		0.100	0.216	0.361	0.265	0.289	0.260	0.286	0.280	0.048	17	
2	甲苯	0	0.168	0.210	0.223	0.158	0.166	0.152	0.180	—	—	122
		0.100	0.268	0.325	0.280	0.324	0.338	0.274	0.302	0.031	10	
3	乙苯	0	0.038	0.043	0.051	0.040	0.040	0.038	0.042	—	—	134
		0.100	0.154	0.202	0.164	0.167	0.212	0.155	0.176	0.025	14	
4	对-二甲	0	0.028	0.039	0.042	0.038	0.029	0.032	0.035	—	—	101

序号	化合物	加标浓度 mg/kg	测定浓度 mg/kg						平均值 mg/kg	标准偏差 mg/kg	RSD %	回收 率%
			1	2	3	4	5	6				
	苯	0.100	0.132	0.156	0.105	0.133	0.169	0.117	0.135	0.024	18	
5	间-二甲 苯	0	0.068	0.089	0.091	0.082	0.075	0.079	0.081	—	—	128
		0.100	0.166	0.221	0.208	0.205	0.239	0.211	0.208	0.024	12	
6	异丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	107
		0.100	0.103	0.113	0.077	0.119	0.135	0.092	0.107	0.020	19	
7	邻-二甲 苯	0	0.026	0.030	0.042	0.035	0.037	0.034	0.034	—	—	119
		0.100	0.128	0.166	0.138	0.149	0.166	0.172	0.153	0.018	12	
8	正丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	88.3
		0.100	0.098	0.089	0.067	0.096	0.106	0.074	0.088	0.015	17	
9	苯乙烯	0	0.142	0.188	0.198	0.163	0.157	0.149	0.166	—	—	82.0
		0.100	0.205	0.254	0.215	0.273	0.259	0.283	0.248	0.032	13	

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10~19%之间，加标回收率在82.0~134%之间。

3.4.6 锦州市环境监测中心站测定的精密度和准确度数据

表3-10 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 mg/kg	测定浓度 mg/kg						平均值 mg/kg	标准偏差 mg/kg	RSD %	回收 率%
			1	2	3	4	5	6				
1	苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	95.3
		0.100	0.104	0.092	0.103	0.091	0.095	0.087	0.095	0.007	7.1	
2	甲苯	0	0.009	0.010	0.009	0.011	0.009	0.010	0.010	—	—	84.1
		0.100	0.088	0.096	0.088	0.107	0.084	0.099	0.094	0.008	9.0	
3	乙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	90.4
		0.100	0.082	0.090	0.080	0.102	0.097	0.091	0.090	0.009	9.4	
4	对-二甲 苯	0	0.007	0.008	0.007	0.008	0.007	0.009	0.008	—	—	82.5
		0.100	0.091	0.084	0.101	0.080	0.087	0.098	0.090	0.008	9.0	
5	间-二甲	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	89.1

序号	化合物	加标浓度 mg/kg	测定浓度 mg/kg						平均值 mg/kg	标准偏差 mg/kg	RSD %	回收 率%
			1	2	3	4	5	6				
	苯	0.100	0.081	0.095	0.091	0.087	0.086	0.094	0.089	0.006	6.3	
6	异丙苯	0	0.008	0.009	0.008	0.010	0.008	0.009	0.008	—	—	76.1
		0.100	0.077	0.098	0.075	0.084	0.073	0.100	0.085	0.012	14	
7	邻-二甲 苯	0	0.007	0.008	0.008	0.006	0.005	0.006	0.007	—	—	76.4
		0.100	0.083	0.097	0.075	0.079	0.077	0.089	0.083	0.008	10	
8	正丙苯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	85.0
		0.100	0.081	0.095	0.086	0.077	0.072	0.099	0.085	0.010	12	
9	苯乙烯	0	0	0	0	0	0	0	0	—	—	85.7
		0.100	0.084	0.096	0.086	0.076	0.075	0.098	0.086	0.010	12	

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6.3~14%之间，加标回收率在76.1~95.3%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。