

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 975-2018

固体废物 苯系物的测定 顶空-气相色谱法

Solid waste—Determination of benzene and its analogies

— Headspace-gas chromatography

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版社出版的正式标准文本为准。

2018-11-13 发布

2019-03-01 实施

生态 环 境 部 发 布

目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 样品.....	2
7 分析步骤.....	4
8 结果计算与表示.....	5
9 精密度和准确度.....	6
10 质量保证和质量控制.....	7
11 废物处理.....	7
附录 A (规范性附录) 方法的检出限和测定下限.....	8
附录 B (资料性附录) 方法的精密度和准确度.....	9

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》，保护生态环境，保障人体健康，规范固体废物及其浸出液中苯系物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固体废物及其浸出液中苯系物的顶空-气相色谱法。

本标准的附录A为规范性附录，附录B为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准起草单位：鞍山市环境监测中心站。

本标准验证单位：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。

本标准生态环境部2018年11月13日批准。

本标准自2019年3月1日起实施。

本标准由生态环境部解释。

固体废物 萘系物的测定 顶空-气相色谱法

警告：实验中使用的有机溶剂和标准溶液为易挥发有毒物质，试剂配制和前处理过程应在通风橱内进行；操作时应按要求佩戴防护器具，避免直接接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定固体废物及其浸出液中苯系物的顶空-气相色谱法。

本标准适用于固体废物及其浸出液中苯、甲苯、乙苯、对-二甲苯、间-二甲苯、异丙苯、邻-二甲苯、正丙苯和苯乙烯等9种苯系物的测定。其它苯系物若通过验证，也可用本标准方法测定。

当固体废物取样量为2g时，9种目标物的方法检出限为0.004~0.006mg/kg，测定下限为0.016~0.024mg/kg。当固体废物浸出液取样体积为10ml时，9种目标物的方法检出限为0.7~2μg/L，测定下限为2.8~8μg/L。详见附录A。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ/T 20 工业固体废物采样制样技术规范

HJ/T 298 危险废物鉴别技术规范

HJ/T 299 固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法

HJ/T 300 固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法

3 方法原理

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。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。

4.1 实验用水：二次蒸馏水或通过超纯水仪制备的水。使用前需经过空白试验，目标物浓度低于方法检出限。

4.2 甲醇（CH₃OH）：农残级或相当级别。通过空白试验，确认在目标物的保留时间区间内无干扰色谱峰出现。

4.3 氯化钠（NaCl）。

在马弗炉中400℃灼烧4h，冷却后转移至磨口玻璃瓶中，置于干燥器中保存。

4.4 磷酸 (H_3PO_4): $\rho=1.69 \text{ g/ml}$, 优级纯。

4.5 饱和氯化钠溶液。

量取 500 ml 水 (4.1), 滴加磷酸 (4.4) 调节 $\text{pH} \leq 2$, 加入 180 g 氯化钠 (4.3), 溶解并混匀, 于 4°C 以下保存。

4.6 标准贮备液: $\rho=1000 \text{ mg/L}$, 溶剂为甲醇。可直接购买市售有证标准溶液, 也可用标准物质配制。

4.7 标准使用液 1: $\rho=10 \text{ mg/L}$, 溶剂为甲醇。

4.8 标准使用液 2: $\rho=100 \text{ mg/L}$, 溶剂为甲醇。

4.9 石英砂: 0.30~0.85 mm (50~20 目)。

在马弗炉中 400°C 灼烧 4 h, 冷却后转移至磨口玻璃瓶中, 密封保存。

4.10 载气: 高纯氮气 (纯度 $\geq 99.999\%$)。

4.11 燃气: 高纯氢气 (纯度 $\geq 99.999\%$)。

4.12 助燃气: 空气。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪: 具有毛细柱分流/不分流进样口, 可程序升温, 具火焰离子化检测器(FID)。

5.2 色谱柱: 石英毛细管色谱柱, 30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μm (聚乙二醇 20M), 也可使用其它等效毛细管色谱柱。

5.3 顶空进样器: 加热炉温度控制范围在室温至 120°C 之间; 温度控制精度为 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

5.4 往复式振荡器: 振荡频次 50~250 次/分, 振荡幅度 20 mm。

5.5 天平: 感量为 0.01 g。

5.6 采样瓶: 具聚四氟乙烯/硅胶衬垫螺旋盖的 60 ml 或 200 ml 的螺纹棕色广口玻璃瓶。

5.7 采样器材: 铁铲和不锈钢药勺。

5.8 便携式冷藏箱。

5.9 微量注射器: 5 μl 、10 μl 、25 μl 、100 μl 、500 μl 、1000 μl 。

5.10 棕色密实瓶: 2 ml, 具聚四氟乙烯衬垫和实芯螺旋盖。

5.11 顶空瓶: 22 ml, 配有密封垫 (聚四氟乙烯/硅氧烷) 和瓶盖 (螺旋盖或一次使用的压盖)。

5.12 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品采集和保存

6.1.1 按照 HJ/T 20 和 HJ/T 298 的相关规定进行固体废物样品的采集和保存。用铁铲和不锈钢药勺 (5.7) 迅速将样品采集到采样瓶 (5.6) 中, 并尽量装满。快速清除掉采样瓶螺纹及外表面上粘附的样品, 立即密封采样瓶。将采样瓶置于便携式冷藏箱 (5.8) 内, 于 4°C 以下保存, 带回实验室。

6.1.2 样品送入实验室后应尽快分析。若不能立即分析，应在4℃以下密封保存，保存期限不超过14 d。样品存放区域应无目标物干扰。

注：样品采集时切勿过度搅动固体废物，以免造成样品中苯系物的挥发。

6.2 试样的制备

6.2.1 固体废物试样的制备

6.2.1.1 低含量试样

称取2 g（精确至0.01 g）样品置于顶空瓶（5.11）中，迅速向顶空瓶中加入10.0 ml饱和氯化钠溶液（4.5），立即密封，在往复式振荡器（5.4）上以150次/min的频率振荡10 min，待测。

6.2.1.2 高含量试样

如果目标物含量大于1000 μg/kg应视为高含量试样。高含量试样制备如下：取出采样瓶，称取2 g（精确至0.01 g）样品置于顶空瓶（5.11）中，迅速向顶空瓶中加入10.0 ml甲醇（4.2），立即密封，在往复式振荡器（5.4）上以150次/min的频率振荡10 min。静置沉降后，移取约1 ml甲醇提取液至2 ml棕色密实瓶（5.10）中。该提取液可置于冷藏箱内4℃以下保存，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（5.11）中加入2 g（精确至0.01 g）石英砂（4.9）、10.0 ml饱和氯化钠溶液（4.5）和10~100 μl甲醇提取液，立即密封，在往复式振荡器（5.4）上以150次/min的频率振荡10 min，待测。

注1：若甲醇提取液中苯系物浓度较高，可用甲醇适当稀释。

注2：若采用高含量方法测定含量值过低或未检出，应采用低含量方法重新分析样品。

6.2.2 固体废物浸出液的制备

按照HJ/T 299制备固体废物水浸出液试样；按照HJ/T 300制备固体废物醋酸浸出液试样。

6.3 空白试样的制备

6.3.1 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（4.5）和2 g（精确至0.01 g）石英砂（4.9）放入顶空瓶（5.11）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（5.4）上以150次/min的频率振荡10 min，待测。

6.3.2 实验室空白试样

6.3.2.1 固体废物低含量空白试样

称取2 g（精确至0.01 g）石英砂（4.9）代替低含量样品，按照6.2.1.1步骤制备低含量空白试样。

6.3.2.2 固体废物高含量空白试样

称取 2 g (精确至 0.01 g) 石英砂 (4.9) 代替高含量样品, 按照 6.2.1.2 步骤制备高含量空白试样。

6.3.2.3 固体废物浸出液空白试样

按照与固体废物浸出液制备 (6.2.2) 相同的步骤制备浸出液空白试样。

7 分析步骤

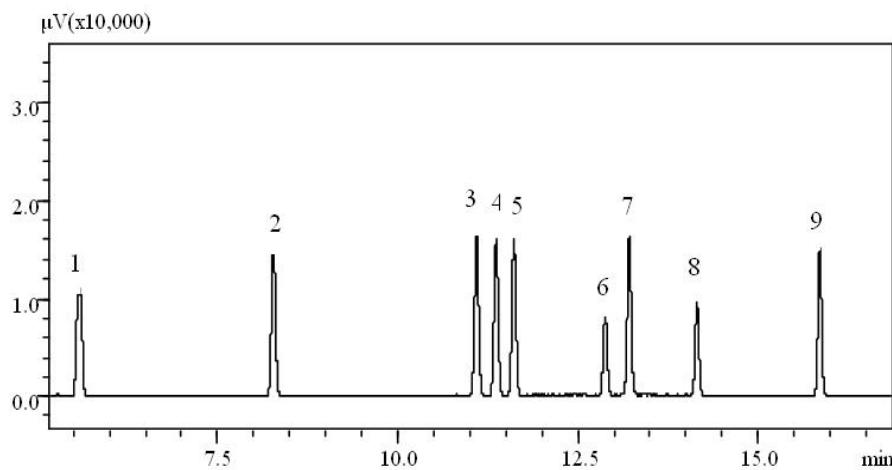
7.1 顶空进样器参考条件

加热平衡温度 85°C; 加热平衡时间 50 min; 取样针温度 100°C; 传输线温度 110°C; 压力化平衡时间 1 min; 进样时间 0.2 min; 拔针时间 0.4 min。

7.2 气相色谱仪参考条件

程序升温: 40°C 保持 6 min, 以 5°C/min 的升温速率升至 110°C, 保持 1 min, 再以 6°C/min 的升温速率升至 200°C, 保持 3 min; 进样口温度: 220°C; 检测器温度: 240°C; 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。

9 种苯系物的标准色谱图见图 1。



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 1 9 种苯系物标准色谱图

7.3 工作曲线的建立

7.3.1 固体废物工作曲线的建立

向顶空瓶 (5.11) 中依次加入 2 g (精确至 0.01 g) 石英砂 (4.9)、10.0 ml 饱和氯化钠溶液 (4.5), 再向各瓶中分别加入 0 μl、5 μl、10 μl、20 μl 标准使用液 1 (4.7) 和 5 μl、10 μl、20 μl 标准使用液 2 (4.8), 立即密封, 配制目标化合物质量分别为 0 μg、0.05 μg、0.10 μg、

0.20 μg、0.50 μg、1.00 μg 和 2.00 μg 的 7 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（5.4）上以 150 次/min 的频率振荡 10 min，按照仪器参考条件（7.1 和 7.2），由低含量到高含量依次进样分析，以目标化合物质量（μg）为横坐标，峰面积或峰高为纵坐标，建立工作曲线。

7.3.2 固体废物浸出液工作曲线的建立

向顶空瓶（5.11）中分别加入 10.0 ml 浸提剂，再向各瓶中依次加入 0 μl、5 μl、10 μl、20 μl 标准使用液 1（4.7）和 5 μl、10 μl、20 μl 标准使用液 2（4.8），立即密封，配制目标化合物浓度分别为 0 μg/L、5.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、50.0 μg/L、100 μg/L 和 200 μg/L 的 7 点工作曲线系列。按照仪器参考条件（7.1 和 7.2），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，建立工作曲线。

7.4 试样测定

将试样（6.2）置于顶空进样器（5.3）上，按照与工作曲线的建立（7.3）相同的仪器条件进行试样的测定。

7.5 空白试验

将空白试样（6.3）置于顶空进样器（5.3）上，按照与试样测定（7.4）相同的仪器条件进行空白试样的测定。

8 结果计算与表示

8.1 固体废物中苯系物含量的结果计算

8.1.1 低含量固体废物中苯系物含量的结果计算

低含量固体废物中苯系物含量 w 按照公式（1）进行计算。

$$w = \frac{m_0}{m_1} \quad (1)$$

式中： w ——样品中目标化合物的含量，mg/kg；

m_0 ——根据工作曲线计算出目标化合物的质量，μg；

m_1 ——样品量（湿重），g。

8.1.2 高含量固体废物中苯系物含量的结果计算

高含量固体废物中苯系物含量 w 按照公式（2）进行计算。

$$w = \frac{m_0 \times V \times f}{m_1 \times V_S} \quad (2)$$

式中： w ——样品中目标化合物的含量，mg/kg；

m_0 ——根据工作曲线计算出目标化合物的质量，μg；

V ——甲醇提取液的体积, ml;

m_1 ——样品量(湿重), g;

V_s ——用于顶空测定的甲醇提取液体积, ml;

f ——提取液的稀释倍数。

8.2 固体废物浸出液中苯系物浓度的结果计算

测定固体废物浸出液样品时, 苯系物的浓度直接从工作曲线查得, 以 $\mu\text{g}/\text{L}$ 表示。

8.3 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。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

六家实验室分别对含量水平为 0.025 mg/kg、0.100 mg/kg 和 0.500 mg/kg 的污水处理厂废弃的底泥样品进行了 6 次重复测定: 实验室内相对标准偏差范围分别为 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 0.004~0.012 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 0.093~0.174 mg/kg。

六家实验室分别对浓度水平为 5.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 和 100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的污水处理厂废弃底泥水浸出液样品进行了 6 次重复测定: 实验室内相对标准偏差范围分别为 1.2%~14%、0.88%~6.1% 和 0.53%~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 0.78%~4.2%; 重复性限范围分别为 0.6~1 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、1~2.4 $\mu\text{g}/\text{L}$ 和 6.4~8.6 $\mu\text{g}/\text{L}$; 再现性限范围分别为 0.8~2 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、1.8~4 $\mu\text{g}/\text{L}$ 和 7.5~13.5 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

六家实验室分别对浓度水平为 5.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 和 100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的污水处理厂废弃底泥醋酸浸出液样品进行了 6 次重复测定: 实验室内相对标准偏差范围分别为 2.2%~9.7%、1.8%~9.8% 和 0.88%~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 0.7~1 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、1~2.8 $\mu\text{g}/\text{L}$ 和 7.3~12.6 $\mu\text{g}/\text{L}$; 再现性限范围分别为 0.8~2 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、2~3.5 $\mu\text{g}/\text{L}$ 和 10.6~18 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

精密度数据参见附录 B。

9.2 准确度

六家实验室分别对加标含量为 0.025 mg/kg、0.100 mg/kg 和 0.500 mg/kg 的污水处理厂废弃底泥样品进行了加标分析测定: 加标回收率范围分别为 34.8%~71.8%、42.3%~70.7% 和 65.7%~94.0%; 加标回收率最终值分别为 $39.1\%\pm8.6\%$ ~ $67.2\%\pm7.9\%$ 、 $49.1\%\pm7.1\%$ ~ $64.1\%\pm8.1\%$ 和 $68.9\%\pm4.8\%$ ~ $89.8\%\pm5.2\%$ 。

六家实验室分别对加标浓度为 5.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 和 100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的污水处理厂废弃底泥水浸出液样品进行了加标分析测定: 加标回收率范围分别为 78.1%~96.8%、82.9%~103% 和 90.2%~104%; 加标回收率最终值分别为 $83.0\%\pm6.8\%$ ~ $91.3\%\pm6.8\%$ 、 $92.4\%\pm12\%$ ~ $99.8\%\pm3.1\%$

和 $95.3\% \pm 3.6\%$ ~ $99.8\% \pm 4.7\%$ 。

六家实验室分别对加标浓度为 $5.0 \mu\text{g/L}$ 、 $20.0 \mu\text{g/L}$ 和 $100 \mu\text{g/L}$ 的污水处理厂废弃底泥醋酸浸出液样品进行了加标分析测定：加标回收率范围分别为 $79.6\% \sim 99.0\%$ 、 $83.1\% \sim 108\%$ 和 $87.1\% \sim 104\%$ ；加标回收率最终值分别为 $86.1\% \pm 13\%$ ~ $93.2\% \pm 6.8\%$ 、 $86.3\% \pm 6.5\%$ ~ $103\% \pm 7.3\%$ 和 $93.9\% \pm 7.6\%$ ~ $97.9\% \pm 6.7\%$ 。

准确度数据参见附录 B。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

每 20 个样品或每批次（少于 20 个/批）应分析一个全程序空白样品和一个实验室空白样品，测定结果中目标化合物含量应低于方法检出限。

10.2 工作曲线

根据目标物的浓度和响应值绘制工作曲线，其相关系数应 ≥ 0.995 。

10.3 校准确认

每 20 个样品或每 24 h，利用工作曲线中间点进行校准确认，目标化合物的测定值与初始值的比值范围应在 $80\% \sim 120\%$ 。否则，应重新绘制工作曲线。

10.4 平行样

每 20 个样品或每批次（少于 20 个/批）应分析一个平行样，平行双样测定结果的相对偏差 $\leq 20\%$ 。

10.5 基体加标

每 20 个样品或每批次（少于 20 个/批）应分析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 $70\% \sim 120\%$ ，实际样品中目标物加标回收率应在 $30\% \sim 135\%$ 之间，否则应重新分析样品。

11 废物处理

实验产生的废物应分类存放，集中保管，委托有资质的单位进行处理。

附录 A
(规范性附录)
方法的检出限和测定下限

表A.1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。

表A.1 方法的检出限和测定下限

序号	化合物名称	英文名称	固体废物		固体废物浸出液	
			检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)
1	苯	benzene	0.005	0.020	0.7	2.8
2	甲苯	toluene	0.005	0.020	2	8
3	乙苯	ethylbenzene	0.005	0.020	0.9	3.6
4	对-二甲苯	p -xylene	0.004	0.016	0.7	2.8
5	间-二甲苯	m -xylene	0.005	0.020	0.9	3.6
6	异丙苯	isopropylbenzene	0.004	0.016	0.7	2.8
7	邻-二甲苯	o-xylene	0.005	0.020	1	4
8	正丙苯	n-propylbenzene	0.004	0.016	1	4
9	苯乙烯	styrene	0.006	0.024	0.7	2.8

附录 B
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

表B.1~B.6分别给出了固体废物、固体废物水浸出液和固体废物醋酸浸出液方法的精密度和准确度数据。

表B.1 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	0.017	0.019
		0.432	6.8~12	1.8	0.104	0.110
2	甲苯	0.067	3.6~9.6	8.1	0.012	0.019
		0.114	4.8~16	9.2	0.037	0.044
		0.504	3.0~9.0	1.8	0.089	0.093
3	乙苯	0.012	15~19	12	0.006	0.007
		0.056	13~18	8.4	0.024	0.026
		0.404	4.2~13	3.7	0.100	0.100
4	对-二甲苯	0.012	15~20	13	0.005	0.007
		0.058	10~19	7.0	0.026	0.027
		0.383	12~18	4.2	0.154	0.161
5	间-二甲苯	0.012	9.5~19	11	0.006	0.006
		0.055	11~19	6.6	0.023	0.024
		0.385	12~20	3.4	0.165	0.174
6	异丙苯	0.010	9.7~19	12	0.004	0.005
		0.056	6.4~17	4.1	0.021	0.021
		0.374	9.5~20	4.7	0.141	0.144
7	邻-二甲苯	0.011	13~20	9.0	0.005	0.006
		0.055	14~18	9.3	0.024	0.027
		0.372	8.3~19	2.3	0.132	0.141
8	正丙苯	0.010	12~19	8.7	0.004	0.005
		0.056	5.6~19	8.5	0.023	0.025
		0.365	8.2~19	3.3	0.129	0.136
9	苯乙烯	0.010	6.3~19	11	0.004	0.004
		0.049	11~19	7.2	0.020	0.021
		0.345	4.5~12	3.5	0.087	0.087

表B.2 固体废物方法的准确度

序号	化合物名称	含量 (mg/kg)	加标回收率范围(%)	加标回收率均值(%)	加标回收率的标准偏差(%)	加标回收率最终值 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}} / (%)$
1	苯	0.017	61.0~71.8	67.2	4.0	67.2±8.0
		0.064	60.4~70.7	64.1	4.1	64.1±8.2
		0.432	84.5~88.7	86.4	1.6	86.4±3.2
2	甲苯	0.067	40.0~54.0	46.9	5.0	46.9±10
		0.114	52.5~69.7	59.0	7.0	59.0±14
		0.504	86.5~94.0	89.8	2.6	89.8±5.2
3	乙苯	0.012	40.8~55.5	49.0	5.9	49.0±12
		0.056	49.1~61.7	56.3	4.7	56.3±9.4
		0.404	76.3~85.5	80.9	3.0	80.9±6.0
4	对-二甲苯	0.012	38.6~55.9	46.2	6.2	46.2±12
		0.058	52.0~62.4	58.1	4.1	58.1±8.2
		0.383	71.1~80.2	76.7	3.2	76.7±6.4
5	间-二甲苯	0.012	40.7~54.5	47.8	5.3	47.8±11
		0.055	51.2~59.8	55.4	3.7	55.4±7.4
		0.385	72.9~80.1	77.0	2.6	77.0±5.2
6	异丙苯	0.010	36.3~48.4	41.8	5.1	41.8±10
		0.056	53.2~59.2	56.1	2.3	56.1±4.6
		0.374	70.5~79.6	74.8	3.5	74.8±7.0
7	邻-二甲苯	0.011	39.5~51.3	44.9	4.1	44.9±8.0
		0.055	49.3~63.4	54.9	5.1	54.9±10
		0.372	71.9~76.6	74.4	1.7	74.4±3.4
8	正丙苯	0.010	35.9~43.3	39.4	3.4	39.4±6.8
		0.056	50.8~63.8	56.4	4.8	56.4±9.6
		0.365	69.5~75.1	73.0	2.4	73.0±4.8
9	苯乙烯	0.010	34.8~46.8	39.1	4.3	39.1±8.6
		0.049	42.3~52.5	49.1	3.5	49.1±7.0
		0.345	65.7~71.1	68.9	2.4	68.9±4.8

表B.3 固体废物水浸出液方法的精密度

序号	化合物名称	浓度(μg/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(μg/L)	再现性限R(μg/L)
1	苯	4.6	3.5~8.2	3.6	0.7	0.8
		19.3	1.6~6.1	4.5	2.4	3.3
		98.8	1.3~3.9	0.83	8.4	8.8
2	甲苯	9	3.0~7.9	6.2	1	2
		23	0.93~3.3	5.9	1	4
		100	1.4~4.7	1.4	8	8
3	乙苯	4.5	4.1~6.7	4.9	0.6	0.9
		19.7	0.88~4.4	1.2	1.8	1.8
		99.8	0.55~3.7	2.4	7.0	9.2
4	对-二甲苯	4.5	4.7~8.1	6.0	0.7	1.0
		19.4	1.2~4.7	3.9	1.9	2.7
		97.3	1.0~4.3	4.2	8.0	13.5
5	间-二甲苯	4.5	1.4~8.1	2.8	0.6	0.7
		19.7	1.1~3.8	2.0	1.7	1.9
		99.7	0.83~3.0	1.7	6.4	7.5
6	异丙苯	4.4	1.7~10	6.2	0.8	1.0
		19.7	1.2~4.4	2.5	1.8	2.1
		98.5	1.8~4.0	2.8	7.4	10.2
7	邻-二甲苯	4	1.2~8.5	3.0	1	1
		19	1.4~4.7	3.1	2	2
		99	1.8~4.6	2.0	8	9
8	正丙苯	5	1.4~7.1	4.0	1	1
		20	1.4~5.0	2.0	2	2
		99	1.1~3.5	0.78	8	8
9	苯乙烯	4.4	1.2~14	3.1	0.9	0.9
		20.0	0.76~5.2	1.5	2.3	2.3
		98.6	0.53~4.4	1.6	8.6	9.1

表B.4 固体废物水浸出液方法的准确度

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 范围 (%)	加标回收率 均值 (%)	加标回收率的 标准偏差 (%)	加标回收率最终值 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}} / (%)$
1	苯	4.6	86.7~96.6	91.3	3.3	91.3±6.6
		19.3	88.0~99.8	96.5	4.4	96.5±8.8
		98.8	98.0~100	98.8	0.82	98.8±1.6
2	甲苯	9	78.1~87.9	83.0	3.4	83.0±6.8
		23	82.9~98.3	92.4	5.8	92.4±12
		100	93.3~97.9	95.3	1.8	95.3±3.6
3	乙苯	4.5	81.7~93.5	90.1	4.5	90.1±9.0
		19.7	96.4~99.7	98.5	1.1	98.5±2.2
		99.8	96.5~104	99.8	2.4	99.8±4.8
4	对-二甲苯	4.5	81.2~96.8	90.5	5.5	90.5±11
		19.4	91.4~103	97.1	3.8	97.1±7.6
		97.3	90.2~102	97.3	4.1	97.3±8.2
5	间-二甲苯	4.5	87.8~94.3	90.6	2.6	90.6±5.2
		19.7	96.0~102	98.4	2.0	98.4±4.0
		99.7	98.1~103	99.7	1.7	99.7±3.4
6	异丙苯	4.4	80.5~92.4	87.5	5.4	87.5±11
		19.7	94.7~102	98.6	2.5	98.6±5.0
		98.5	93.6~102	98.5	2.7	98.5±5.4
7	邻-二甲苯	4	84.9~90.3	88.5	2.7	88.5±5.4
		19	92.1~98.0	95.7	3.0	95.7±6.0
		99	96.3~102	99.0	1.9	99.0±3.8
8	正丙苯	5	83.9~92.9	89.3	3.6	89.3±7.2
		20	97.6~103	99.5	2.0	99.5±4.0
		99	98.6~101	99.3	0.77	99.3±1.5
9	苯乙烯	4.4	84.8~92.1	88.6	2.7	88.6±5.4
		20.0	97.3~102	99.8	1.5	99.8±3.0
		98.6	96.3~100	98.6	1.6	98.6±3.2

表B.5 固体废物醋酸浸出液方法的精密度

序号	化合物名称	浓度(μg/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(μg/L)	再现性限 R(μg/L)
1	苯	4.6	3.5~7.0	3.5	0.7	0.8
		20.1	2.1~7.4	1.8	2.3	2.3
		97.9	1.7~4.4	3.4	8.5	12.2
2	甲苯	8	2.2~9.4	8.7	1	2
		21	2.0~3.1	3.0	1	2
		97	1.4~4.6	3.6	10	13
3	乙苯	4.6	3.7~9.2	3.8	0.7	0.8
		20.2	1.8~3.6	3.5	1.6	2.4
		96.7	0.88~3.5	3.0	7.3	10.6
4	对-二甲苯	4.6	3.4~9.4	3.3	0.8	0.8
		20.3	1.9~3.8	3.6	1.5	2.5
		97.7	1.4~6.0	3.2	10.8	13.3
5	间-二甲苯	4.6	3.4~9.0	3.8	0.7	0.8
		20.5	2.0~6.0	3.5	1.9	2.7
		97.4	1.2~4.9	3.2	8.9	11.9
6	异丙苯	4.6	3.7~9.7	5.1	0.7	0.9
		20.1	2.2~9.8	4.2	2.8	3.5
		94.3	2.9~4.9	3.9	10.3	13.9
7	邻-二甲苯	5	2.9~9.2	6.3	1	1
		20	1.8~4.1	2.7	1	2
		96	1.9~4.8	6.0	10	18
8	正丙苯	5	3.7~9.5	3.6	1	1
		20	2.2~4.4	1.8	2	2
		98	1.5~4.9	1.8	11	11
9	苯乙烯	4.6	3.9~8.4	3.4	0.7	0.8
		19.2	2.0~4.1	4.0	1.5	2.5
		96.8	1.1~8.7	4.7	12.6	17.1

表B.6 固体废物醋酸浸出液方法的准确度

序号	化合物名称	浓度(μg/L)	加标回收率范围(%)	加标回收率均值(%)	加标回收率的标准偏差(%)	加标回收率最终值 $\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}} / (%)$
1	苯	4.6	87.8~97.2	92.5	3.3	92.5±6.6
		20.1	98.4~103	101	1.9	101±3.8
		97.9	94.4~103	97.9	3.4	97.9±6.8
2	甲苯	8	79.6~96.7	86.1	6.3	86.1±13
		21	83.1~89.6	86.3	3.2	86.3±6.4
		97	88.7~98.2	93.9	3.8	93.9±7.6
3	乙苯	4.6	88.8~97.4	92.4	3.5	92.4±7.0
		20.2	97.0~106	101	3.5	101±7.0
		96.7	93.3~102	96.7	2.9	96.7±5.8
4	对-二甲苯	4.6	87.1~93.5	91.3	3.0	91.3±6.0
		20.3	98.7~108	101	3.7	101±7.4
		97.7	92.3~102	97.7	3.2	97.7±6.4
5	间-二甲苯	4.6	87.5~96.2	92.5	3.5	92.5±7.0
		20.5	96.8~106	103	3.6	103±7.2
		97.4	93.8~102	97.4	3.1	97.4±6.2
6	异丙苯	4.6	86.7~99.0	92.0	4.7	92.0±9.4
		20.1	95.4~106	101	4.3	101±8.6
		94.3	88.7~98.6	94.3	3.6	94.3±7.2
7	邻-二甲苯	5	82.5~98.1	91.2	5.8	91.2±12
		20	94.9~103	98.2	2.7	98.2±5.4
		96	87.1~97.2	95.5	5.8	95.5±12
8	正丙苯	5	88.1~97.2	93.2	3.4	93.2±6.8
		20	99.4~104	101	1.8	101±3.6
		98	95.9~100	97.9	1.8	97.9±3.6
9	苯乙烯	4.6	89.2~96.8	91.9	3.1	91.9±6.2
		19.2	89.5~100	96.1	3.8	96.1±7.6
		96.8	90.6~104	96.8	4.5	96.8±9.0