京环函〔2017〕803号附件3

环境空气和废气 三甲苯的测定 活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法编制说明

（征求意见稿）

**《环境空气和废气 三甲苯的测定 活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法》编制组**

**二〇一七年八月**

项目名称：环境空气和废气 三甲苯的测定 活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法

提出单位：北京市环境保护局

业务主管部门：环境监测处

标注主管部门：科技和国际合作处

承担单位：北京市环境保护监测中心

编制组主要成员：常淼、宋程、沈秀娥、张琳、刘保献、王小菊、孔川、邬晓东、张大伟、鹿海峰、张站平、郑海涛、邹本东、孙彤卉

目录

[1 标准基本情况 - 1 -](#_Toc490442573)

[1.1 任务来源 - 1 -](#_Toc490442574)

[1.2工作过程 - 1 -](#_Toc490442575)

[1.3起草单位 - 2 -](#_Toc490442576)

[2 标准制订的必要性 - 2 -](#_Toc490442577)

[2.1 三甲苯的危害 - 2 -](#_Toc490442578)

[2.2 相关环保标准和环保工作的需要 - 3 -](#_Toc490442579)

[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 - 3 -](#_Toc490442580)

[3 国内外相关分析方法研究 - 6 -](#_Toc490442581)

[3.1主要国家、地区及国际组织相关分析方法 - 6 -](#_Toc490442582)

[3.2国内相关分析方法研究 - 7 -](#_Toc490442583)

[4 标准制修订的基本原则和技术路线 - 7 -](#_Toc490442584)

[4.1标准制定的基本原则 - 7 -](#_Toc490442585)

[4.2标准制修订的适用范围和主要技术内容 - 8 -](#_Toc490442586)

[4.3标准制修订的技术路线 - 8 -](#_Toc490442587)

[5 方法研究报告 - 11 -](#_Toc490442588)

[5.1 方法研究的目标 - 11 -](#_Toc490442589)

[5.2 方法原理 - 12 -](#_Toc490442590)

[5.3 试剂和材料 - 12 -](#_Toc490442591)

[5.4 仪器和设备 - 12 -](#_Toc490442592)

[5.5 样品 - 13 -](#_Toc490442593)

[5.6 分析步骤 - 18 -](#_Toc490442594)

[5.7 空白试验 - 19 -](#_Toc490442595)

[5.8 干扰试验 - 19 -](#_Toc490442596)

[5.9 结果计算与表示 - 19 -](#_Toc490442597)

[5.10 方法性能指标 - 20 -](#_Toc490442598)

[6 方法验证 - 25 -](#_Toc490442599)

[6.1 方法验证方案 - 25 -](#_Toc490442600)

[6.2 方法验证过程 - 26 -](#_Toc490442601)

[7国际或国外标准的引用 - 28 -](#_Toc490442692)

[8作为强制性标准的建议及理由 - 29 -](#_Toc490442693)

[9强制性标准实施的风险点、风险程度、风险防控措施和预案 - 29 -](#_Toc490442694)

[10贯彻标准的措施建议 - 29 -](#_Toc490442695)

[11相关标准及参考文献 - 29 -](#_Toc490442696)

[附件1：方法验证方案 - 31 -](#_Toc490442697)

[附件2：方法验证报告 - 37 -](#_Toc490442698)

# 1. 标准基本情况

## 1.1 任务来源

《木制家具制造业大气污染物排放标准》（DB11/914-2012）自实施以来，不仅降低了木质家具生产制造环节的污染排放，还带动了低挥发性有机物产品的使用和环保治理技术的进步。但是《环境空气 苯系物的测定 固体吸附/热脱附-气相色谱法》（HJ583-2010）、《环境空气 苯系物的测定 活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法》（HJ584-2010）和《固定污染源废气 挥发性有机物的测定 固相吸附-热脱附／气相色谱-质谱法》（734-2014）均未包含《木制家具制造业大气污染物排放标准》（DB11/914-2012）中苯系物定义的三甲苯监测方法。因此，迫切需要制定环境空气和废气中三甲苯的监测方法，对满足相关环保标准和环保工作的需要均具有重要意义。故由北京市质量技术监督局和北京市环境保护局共同下达标准修订任务，由北京市环境保护监测中心承担此次修订工作。

## 1.2工作过程

项目下达后，北京市环境保护监测中心立即成立了标准编制组。对标准涵盖的污染源进行了筛选确定，同时选择典型企业调研污染排放现状、污染防治技术和防治水平，对国内外的测试标准进行深入研究，并组织召开了多次专家研讨会，对《环境空气和废气 苯系物的测定 活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法》框架及标准内容进行研讨，在此基础上形成目前的标准草案及其编制说明。

具体工作过程包括：

（1）资料调研——包括对国内外相关排放标准、监测方法、相关行业政策要求和环保排放监控点排放限值等内容的资料调研。

（2）选取典型家具企业及喷漆房开展现场调研——针对筛选的污染行业，根据企业生产工艺及管理水平的差异，选取北京市3家家具喷漆厂、2家汽车喷漆房，针对企业生产工艺流程、原辅材料类型、产污环节、污染防治技术、排放水平、管理状况等情况开展了现场调研，调研企业包括北京现代汽车厂、百强家具厂、北京京宝行汽车销售服务有限公司等。

（3）形成《标准》（草案）——编制组对调研资料进行了综合分析，并组织召开了多次研讨会，对《标准》框架及标准内容进行讨论，在此基础上形成了标准草案及其编制说明。

## 1.3起草单位

北京市环境保护监测中心为本标准的承担单位，负责标准起草工作。参加标准起草的人员主要为：常淼、宋程、沈秀娥、张琳、刘保献、王小菊、孔川、邬晓东、张大伟、鹿海峰、张站平、郑海涛、邹本东、孙彤卉。

# 2. 标准制订的必要性

苯系物是常见的污染物，包含苯、甲苯、乙苯、二甲苯、苯乙烯、三甲苯等，其中苯、甲苯、乙苯、二甲苯是目前标准规范中常见的控制污染物，而随着工艺的变化苯系物的排放的种类及分布也逐步发生了变化。三甲苯在木制家具行业作为优良试剂被广泛使用，因此制定环境空气和废气中三甲苯的检测方式具有重要的意义。

## 2.1 三甲苯的危害

2.1.1三甲苯的基本理化性质

本标准测定的三甲苯是指在环境空气和废气中1,2,3-三甲苯（连三甲苯） 、1,2,4-三甲苯（偏三甲苯）和1,3,5-三甲苯（均三甲苯）的总称。三甲苯均属无色透明液体，可混溶于苯、醇、醚、二硫化碳等多数有机溶剂。

2.1.2三甲苯的主要来源

三甲苯作为重要有机溶剂料，在化工生产方面得到广泛的应用。偏三甲苯用于制合成树脂、染料、增塑剂，具有溶解力强、挥发性低的特点，是蒽醌法生产双氧水的理想溶剂，是高档汽车漆、特种漆的优良溶剂, 偏三甲苯也是生产偏苯三甲酸酐的原料，还可以合成2,3,5-三甲基氢醌,是生产维生素E的原料。均三甲苯可制成合成树脂、M酸、均三甲苯胺抗氧剂330、高效低毒除草剂、聚酯树脂稳定剂、环氧树脂固化剂，还可用于生产活性艳蓝、K-3R等染料中间体。我国生产三甲苯的厂家很多，主要来源于石油化工行业。在工业上，偏三甲苯从[石油分馏](http://baike.baidu.com/subview/680918/680918.htm" \t "_blank)的[碳九芳烃](http://baike.baidu.com/subview/1459131/1459131.htm" \t "_blank)馏分中分离提取，该馏分中含有大约40%的偏三甲苯。偏三甲苯可[异构化](http://baike.baidu.com/subview/1617493/1617493.htm" \t "_blank)生产均三甲笨等化工产品。在重芳烃分离工艺中主要产品为连三甲苯，副产物为0.01%的均三甲苯和1～2%的偏三甲苯。

2.1.3三甲苯对人体的危害

三甲苯均有毒有害，挥发性强，蒸汽或雾对眼、粘膜和[上呼吸道](https://www.baidu.com/s?wd=%E4%B8%8A%E5%91%BC%E5%90%B8%E9%81%93&tn=44039180_cpr&fenlei=mv6quAkxTZn0IZRqIHckPjm4nH00T1Y4rj7huHbkm1bdmHDdnHw-0ZwV5Hcvrjm3rH6sPfKWUMw85HfYnjn4nH6sgvPsT6K1TL0qnfK1TL0z5HD0IgF_5y9YIZ0lQzqlpA-bmyt8mh7GuZR8mvqVQL7dugPYpyq8Q1RznHbdP1fY" \t "_blank)有刺激性。接触后可引起头痛、头晕、恶心、麻醉作用，可引起皮炎。长期吸入苯能导致再生障碍性贫血。并出现神经衰弱样症状，表现为头昏、失眠、乏力、记忆力减退、思维及判断能力降低等症状。若造血功能完全破坏，可发生致命的颗粒性白细胞消失症 ，并可引起白血病，也导致胎儿的先天性缺陷。在生产和使用过程中不可避免地会造成对人体的损害和对环境的污染。

## 2.2 相关环保标准和环保工作的需要

三甲苯在木制家具制造业的排放对环境的影响较为严重，三甲苯会对人体健康造成一定程度的伤害，三甲苯的污染排放和环境保护之间的问题也越来越突出。目前，《木制家具制造业大气污染物排放标准》（DB11/914-2012）中明确规定了环境空气和废气中偏三甲苯、连三甲苯和均三甲苯的浓度限值。而关于三甲苯的测定方法在《环境空气苯系物的测定固体吸附/热脱附-气相色谱法》（HJ583-2010）、《环境空气苯系物的测定活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法》（HJ584-2010）和《固定污染源废气 挥发性有机物的测定 固相吸附-热脱附／气相色谱-质谱法》（734-2014）均未包含。随着科技的进步以及人们对环境质量的要求越来越高，对监测技术的要求也越来越高。目前，现行的标准在目标化合物的种类、测定技术目前的实际工作还存在较大的差距，制订完本标准，可以更科学、更完善的建立环境空气和废气中三甲苯监测的配套标准方法，对满足相关环保标准和环保工作的需要均具有重要意义，以便能更好地为环境保护及环境治理工作提供真实可靠的科学依据。

## 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

2.3.1现行污染物分析方法标准

目前国内暂没有环境空气和废气中三甲苯的测定标准。《环境空气苯系物的测定活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法》（HJ584-2010）中苯系物包含环境和室内空气中苯、甲苯、乙苯、邻二甲苯、间二甲苯、对二甲苯、异丙苯和苯乙烯。该检测方法原理是利用活性炭采样管富集环境空气和室内空气中苯系物，二硫化碳解吸，使用带有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪测定分析。《环境空气苯系物的测定固体吸附/热脱附-气相色谱法》（HJ583-2010）和《固定污染源废气 挥发性有机物的测定 固相吸附-热脱附／气相色谱-质谱法》（HJ734-2014）中苯系物的定义与《环境空气苯系物的测定活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法》（HJ584-2010）一致，其检测方法原理是利用填充聚2,6-二苯基对苯醚（Tenax）采样管，在常温下富集环境空气或室内空气中的苯系物，采样管连入热脱附仪，加热后将吸附成分导入带有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪或质谱检测器进行分析。《环境空气 挥发性有机物的测定 罐采样气相色谱-质谱法》（HJ759-2015）中目标化合物中包括了1,2,4-三甲苯(偏三甲苯)和1,3,5-三甲苯(均三甲苯)。该监测方法原理是利用内壁惰性化处理的不锈钢管材及环境空气样品，经冷阱浓缩、热解析后，进入气相色谱分离，用质谱检测器进行检测。通过与标准物质质谱图和保留时间比较定性，内标法定量。

然而，以上三种方法的适用范围均是环境空气和室内空气，并未涉及固定污染源和厂界大气污染物排放。此外，《环境空气 苯系物的测定 活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法》（HJ584-2010）、《环境空气 苯系物的测定 固体吸附/热脱附-气相色谱法》（HJ583-2010）和《固定污染源废气 挥发性有机物的测定 固相吸附-热脱附／气相色谱-质谱法》（HJ734-2014）中对苯系物的定义也未包含三甲苯。《环境空气 挥发性有机物的测定 罐采样气相色谱-质谱法》（HJ759-2015）和《固定污染源废气 挥发性有机物的采样 气袋法》（HJ732-2014）中目标化合物未包含1,2,3-三甲苯（连三甲苯）。根据北京地方标准《木制家具制造业大气污染物排放标准》（DB11/914-2012）的要求，需要补充环境空气和固定污染源废气中三甲苯测定的检测方法，并明确规定质量保证和质量控制部分的相关内容。

2.3.2污染物分析仪器、设备、方法等的最新进展

对于环境空气和废气中包含三甲苯的苯系物的监测方法和仪器的研究主要集中在样品的采集和分析部分。目前，三甲苯样品的采集的活性炭吸附/二硫化碳解吸及固体吸附热脱附方法主要是按照《固定污染源废气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》（GB/T16157）执行，即在烟气采样装置上串联一个活性炭吸附管，吸附管内分为A、B两端，与采样装置相连接端为A段，填装100mg活性炭吸附剂，与采样泵相连接段为B段，填装50mg活性炭吸附剂。《环境空气苯系物的测定固体吸附/热脱附-气相色谱法》（HJ583-2010）和《固定污染源废气 挥发性有机物的测定 固相吸附-热脱附／气相色谱-质谱法》（HJ734-2014）使用填充聚2,6-二苯基对苯醚（Tenax）采样管，采样管连入热脱附仪，加热后将吸附成分导入带有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪或质谱检测器进行分析。

《环境空气 挥发性有机物的测定罐采样气相色谱-质谱法》（HJ759-2015）的及苏玛罐采样方法使用内壁惰性化处理的不锈钢罐采集环境空气样品。《固定污染源废气 挥发性有机物的采样 气袋法》（HJ732-2014）中气袋采样方式是使用聚氟乙烯（PVF）等氟聚合物薄膜气袋手工采集温度低于150℃的固定污染源废气中挥发性有机物（VOCs）的方法。

苯系物的测定方法主要分为两种：气相色谱法、气相色谱-质谱法。这两种方法均是比较常见的苯系物监测方法。气相色谱法将样品的色谱峰与三甲苯标准物质的色谱峰相比较，根据保留时间定性，峰高或峰面积定量。气相色谱-质谱法是以全扫描方式进行测定，以样品中目标物的相对保留时间、辅助定性离子和定量离子间的丰度比与标准中目标物对比来定性，采用相对响应因子进行定量计算。

目前国内外均有很多厂家生产气相色谱仪和气相色谱-质谱联用仪，例如北京东西分析仪器有限公司、北京分析仪器厂、[山东金普分析仪器有限公司](http://sdjpfxyq.b2b.hc360.com/" \t "_blank" \o "山东金普分析仪器有限公司)、美国安捷伦公司、日本岛津公司等均可满足测定要求。

2.3.3选择本方法的原因

从采样方法进行比较，活性炭采样管价格相对低廉，且容易获得，在测定时物理化学性能相对稳定。固体吸附（Tenax吸附管）、聚氟乙烯采样袋及不锈钢罐（苏玛罐）三种采样装置的价格均高于活性炭采样管，且均需要外接热脱附仪或冷阱装置对采集的样品进行预处理，此类设备价格高昂。此外，聚氟乙烯采样袋及不锈钢罐（苏玛罐）需要专用设备进行清洗，操作也比较复杂。

从样品分析进行比较，气相色谱仪操作简单，仪器稳定性好，定量方法简单，价格相对气相色谱-质谱仪较为低廉。对于污染源监测时不建议使用冷阱富集的方法，且气相色谱-质谱仪在定量计算时需要内标法计算，无法使用活性炭管采样或固体吸附（Tenax吸附管）采样。综上考虑，测定污染源废气中，使用活性炭吸附-二硫化碳解吸测定苯系物具有方便、稳定、易操作、仪器要求较低等优点。

# 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

目前，国内、外尚无有关固定污染源废气中三甲苯的分析标准，查阅了欧盟、ISO等国际标准组织均未发现固定污染源废气中三甲苯的分析标准，仅能查阅到相关的挥发性有机化合物标准。故本部分主要针对本方法的主要技术手段以及本方法研究的需要，对国外有关苯系物测定的文献和应用标准进行了查阅，为本标准的制修订提供一定的研究资料。文献如下：

EPA METHOD TO-1 Method for the determination of volatile organic compoundsin ambient air using tenax® adsorption and gas chromatography/mass spectrometry (gc/ms).标准中用Tenax管吸附气相-色谱/质谱法。

EPA METHOD TO-2Method for the determination of volatile organic compounds inambient air by carbon molecular sieve adsorption and gaschromatography/mass spectrometry (gc/ms) 标准中用碳分子筛吸附-色谱/质谱联用法。

EPA METHOD TO-14A Determination of volatile organiccompounds (vocs) in ambient air usingspecially prepared canisters withsubsequent analysis by gaschromatography.标准中用苏码罐-气相色谱法。

EPA METHOD TO-15 Determination of volatile organiccompounds (vocs) in air collected inspecially-prepared canisters andanalyzed by gas chromatography/mass spectrometry (gc/ms). 标准中用苏码罐-色谱/质谱联用法。

EPA METHOD TO-17 Determination of Volatile OrganicCompounds in Ambient Air Using ActiveSampling Onto Sorbent Tubes. 标准中用Tenax管吸附-气相色谱法。

## 3.2国内相关分析方法研究

苯系物的定量方法在国内使用比较多的主要可分为两种：氢火焰离子化检测器-气相色谱法和气相色谱-质谱法。

氢火焰离子化检测器-气相色谱法主要用活性炭采样管富集环境空气和室内空气中苯系物，二硫化碳解吸，使用带有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪测定分析。或使用填充聚2,6-二苯基对苯醚（Tenax）采样管，在常温条件下，富集环境空气或室内空气的苯系物，采样管连入热脱附仪，加热后将吸附成分带入带有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪进行分析。

气相色谱质谱法测定苯系物共有三种。第一种，用内壁惰性化处理的不锈钢罐采集环境空气样品，经冷阱浓缩、热解析后，进入气相色谱分离，用质谱检测器进行检测。第二种，使用填充了合适吸附剂的吸附管直接采集固定污染源废气中挥发性有机物，将吸附管置于热脱附仪中进行二级热脱附，脱附气体经气相色谱分离后用质谱检测。第三种，使用真空箱、抽气泵等设备将经固定污染源排气筒排放的废气直接采集并保存到化学惰性优良的氟聚合物薄膜气袋中，经气相色谱分离，用质谱检测器进行检测。

一直以来，我国未对三甲苯（1,2,3-三甲苯、1,2,4-三甲苯和1,3,5-三甲苯）的分析制定标准方法，但由于环保工作的需要，为配套《木制家具制造业大气污染物排放标准》（DB11/914-2012），本方法以《环境空气 苯系物的测定 活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法》（HJ584-2010）为基础，采用活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法。该方法采样方便、仪器设备常见、容易掌握、便于推广，与气相色谱-质谱法比较更适合污染源废气中包含三甲苯的苯系物的测定。

# 4. 标准制修订的基本原则和技术路线

## 4.1标准制定的基本原则

本标准依据《国家环境保护标准制修订工作管理办法》、GB/T1.1-2000《标准化工作导则》、GB/T20001.4-2001《标准编写规则第4部分：化学分析方法》及HJ/T 168-2010 《环境监测分析方法标准制订技术导则》的要求，国内同行业已使用的较成熟的参考文献。标准制（修）订的基本原则如下：

（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，易于推广使用。

## 4.2标准制修订的适用范围和主要技术内容

本标准规定了环境空气和废气中三甲苯的测定，活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法。

本标准适用于木质家具制造行业有组织和无组织排放的三甲苯（1,3,5-三甲苯、1,2,4-三甲苯和1,2,3-三甲苯）的测定。

本标准规定的三甲苯各化合物的方法检出限和检出下限如下:

表4-1 三甲苯的方法检出限和检出下限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 组分 | 环境空气（采样体积30L） | | 废气（采样体积5L） | |
| 方法检出限（mg/m3） | 检出下限（mg/m3） | 方法检出限（mg/m3） | 检出下限（mg/m3） |
| 1,3,5-三甲苯 | 0.005 | 0.020 | 0.029 | 0.12 |
| 1,2,4-三甲苯 | 0.004 | 0.016 | 0.022 | 0.088 |
| 1,2,3-三甲苯 | 0.006 | 0.024 | 0.034 | 0.14 |

本标准的方法检出限满足《木制家具制造业大气污染物排放标准》（DB11/914-2012）中规定苯系物无组织排放监控点浓度限值应低于0.2 mg/m3的要求。

本标准方法原理是用活性炭采样管富集木质家具制造业环境空气和废气中三甲苯，二硫化碳（CS2）解吸，使用带有氢火焰离子化检测器（FID）的气相色谱仪测定分析。

## 4.3标准制修订的技术路线

4.3.1 标准制订的工作程序

标准制修订应严格遵守HJ168-2010规定的工作程序，工作程序见图4-1。

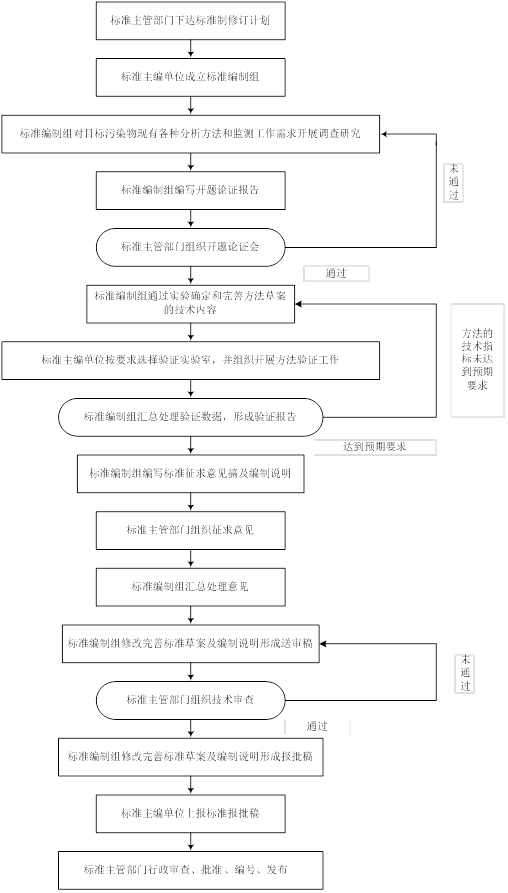


图4-1 工作程序图

4.3.2 方法研究的技术路线

本标准主要参照《环境空气 苯系物的测定 活性炭吸附二硫化碳解吸-气相色谱法》（HJ 584-2010）进行修订，将通过实验增加三甲苯样品的分析条件，完善方法干扰、特性指标参数及质量保证和质量控制等内容，并进行方法验证。标准制修订技术路线见图4-2。方法实验内容见表4-2。

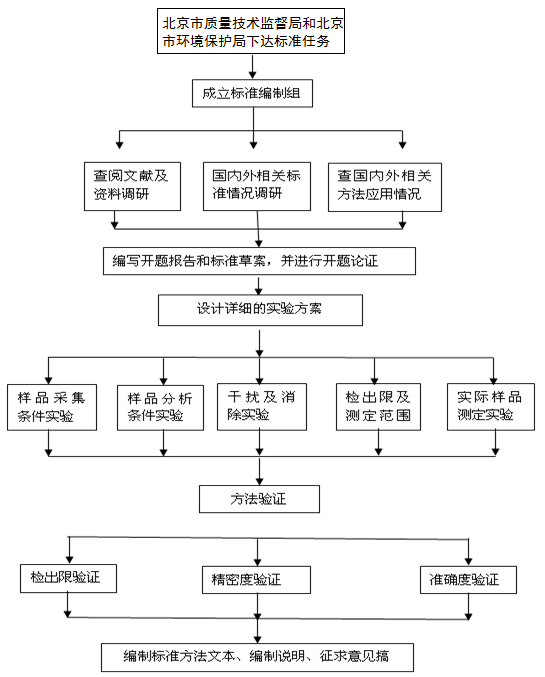


图4-2 标准制修订技术路线图

表4-2 方法实验内容

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 条件实验内容 |
| 1.样品采集、解吸条件实验 | 1.采样流速的确定  2.解析时间的确定  3.解吸方式的确定 |
| 2.样品分析条件实验 | 结合干扰及消除试验，由于本标准是木制家具制造业的配套标准，应依照生产设备或车间内的主要成分探讨干扰物质及消除方法，确定分析条件。 |
| 3.检出限及测定范围实验 | 检出限及测定范围的确定。 |
| 4.实际样品保存条件实验 | 主要进行实际样品在4℃低温保存时间的确定。 |

# 5 方法研究报告

## 5.1 方法研究的目标

（1）本标准适用于环境空气和废气中三甲苯的测定。

（2）本标准适用于木质家具制造行业有组织和无组织排放的三甲苯（1,3,5-三甲苯、1,2,4-三甲苯和1,2,3-三甲苯）的测定。

（3）通过本标准的制定，完善三甲苯监测方法，使三甲苯的方法检出限满足《木质家具制造业大气污染物排放标准（DB 11/1202-2015）》的苯系物无组织排放监控点浓度限值应低于0.2 mg/m3的要求。根据方法验证得到本实验室三甲苯的方法检出限和检出下限如下表5-1：

表5-1 三甲苯的方法检出限和检出下限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 组分 | 环境空气（采样体积30L） | | 废气（采样体积5L） | |
| 方法检出限（mg/m3） | 检出下限（mg/m3） | 方法检出限（mg/m3） | 检出下限（mg/m3） |
| 1,3,5-三甲苯 | 0.005 | 0.020 | 0.029 | 0.12 |
| 1,2,4-三甲苯 | 0.004 | 0.016 | 0.022 | 0.088 |
| 1,2,3-三甲苯 | 0.006 | 0.024 | 0.034 | 0.14 |

## 5.2 方法原理

用活性炭采样管富集木质家具制造业环境空气和废气中三甲苯，二硫化碳（CS2）解吸，使用带有氢火焰离子化检测器（FID）的气相色谱仪测定分析。

## 5.3 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。

5.3.1 二硫化碳：分析纯，经色谱鉴定无干扰峰。

5.3.2 标准贮备液：取适量色谱纯的1,3,5-三甲苯、1,2,4-三甲苯和1,2,3-三甲苯配制于一定体积的二硫化碳中（5.3.1）。也可使用有证标准溶液。

5.3.3 载气：氮气，纯度99.999%，用净化管净化。

5.3.4 燃烧气：氢气，纯度99.99%。

5.3.5 助燃气：空气，用净化管净化。

## 5.4 仪器和设备

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的A级玻璃量器。

5.4.1 气相色谱仪：配有FID检测器。

5.4.2 色谱柱：使用固定液为聚乙二醇，30m×0.320 mm，膜厚1.00μm或等效毛细管柱。也可使用极性相同的等效填充柱。

5.4.3 采样装置：烟气采样器和无油采样泵，能在（0～1.5）L/min内精确保持流量。

5.4.4 活性炭采样管：采样管内装有两段特制的活性炭，A段100mg，B段50mg。A段为采样段，B段为指示段，详见图5-1。



1. 玻璃棉；2—活性炭；A—100mg活性炭；B—50mg活性炭。

图5-1 活性炭采样管

5.4.5 温度计：精度0.1℃。

5.4.6 气压计：精度0.01kPa。

5.4.7 微量注射器：1μl ，5 μl，10 μl。

5.4.8 移液管：1.00 ml。

5.4.9 磨口具塞试管：5ml。

5.4.10 一般实验室常用仪器和设备。

## 5.5 样品

5.5.1 样品采集条件试验

采样前应对采样器进行流量校准。在采样现场，将一只采样管与采样装置连接，调整采样装置流量，此采样管仅作为调节流量用，不用作采样分析。

敲开活性炭采样管的两端，与采样器相连（A段为气体入口），检查采样系统的气密性。以（0.2～1.0）L/min的流量采气（0.5～2）h，废气采样时间可控制在（5～10）min，采样体积不小于5L。若现场大气中含有较多颗粒物，可在采样管前连接过滤头。同时记录采样器流量、当前温度、气压及采样时间和地点。

采样完毕前，再次记录采样流量，取下采样管，立即用聚四氟乙烯帽密封。

5.5.1.1 样品采集依据

《GB/T 16157 固定污染源废气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》；

《HJ/T 373 固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范（试行）》。

《 HJ/T 397 固定源废气监测技术规范》

5.5.5.2 采样准备

试验前期准备工作，见表5-2。

表5-2 试验前期需要准备的物品

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 项目 | 主要内容 | 备注 |
| 主要仪器设备 | 1.烟气采样器 | 流量范围（0～1.5）L/min |
| 2.采样连接管 |  |
| 富集装置 | 活性炭采样管 |  |
| 主要试剂、药品 | 二硫化碳（CS2） | 分析纯，经色谱鉴定无干扰峰。 |

5.5.1.3现场采样流速的选择

选择0.2 L/min、0.5 L/min、1.0 L/min和1.5 L/min四种采样流速对样品进行等速采集，采样器为崂应3072型智能烟气采样器，设定采样总体积为30L。以空白样品加标回收率试验对不同的采样流速效果进行评判，苯系物加标量分别为4.0ng、20.0 ng、100.0ng，实验结果如表5-3所示。

表5-3 样品的采集流速与回收率

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 化合物  名称 | 0.2 L/min流速 | | 0.5 L/min流速 | | 1.0 L/min流速 | | 1.5 L/min流速 | |
| 平均  浓度mg/m3 | 加标回收率% | 平均  浓度mg/m3 | 加标回收率% | 平均  浓度mg/m3 | 加标回收率% | 平均  浓度mg/m3 | 加标回收率% |
| 低浓度 | 苯 | 0.141 | 106.1 | 0.138 | 103.6 | 0.143 | 107.3 | 0.136 | 102.1 |
| 甲苯 | 0.138 | 103.8 | 0.134 | 100.6 | 0.141 | 105.9 | 0.137 | 102.7 |
| 乙苯 | 0.130 | 97.6 | 0.131 | 98.1 | 0.133 | 99.4 | 0.134 | 100.6 |
| 对二甲苯 | 0.139 | 104.3 | 0.137 | 102.7 | 0.139 | 104.5 | 0.136 | 101.6 |
| 间二甲苯 | 0.130 | 97.2 | 0.127 | 95.5 | 0.129 | 97.1 | 0.129 | 97.1 |
| 邻二甲苯 | 0.128 | 95.8 | 0.130 | 97.6 | 0.132 | 99.0 | 0.129 | 97.1 |
| 1,3,5-三甲苯 | 0.140 | 104.9 | 0.145 | 109.0 | 0.141 | 105.8 | 0.135 | 101.1 |
| 苯乙烯 | 0.126 | 94.7 | 0.123 | 92.6 | 0.126 | 94.3 | 0.124 | 93.2 |
| 1,2,4-三甲苯 | 0.138 | 103.4 | 0.147 | 110.0 | 0.137 | 102.6 | 0.133 | 99.7 |
| 1,2,3-三甲苯 | 0.125 | 93.8 | 0.137 | 103.1 | 0.134 | 100.6 | 0.131 | 98.0 |
| 中浓度 | 苯 | 0.697 | 104.6 | 0.687 | 103.1 | 0.658 | 98.7 | 0.725 | 108.7 |
| 甲苯 | 0.711 | 106.6 | 0.692 | 103.8 | 0.678 | 101.7 | 0.697 | 104.5 |
| 乙苯 | 0.696 | 104.3 | 0.659 | 98.9 | 0.640 | 96.0 | 0.697 | 104.6 |
| 对二甲苯 | 0.679 | 101.9 | 0.671 | 100.6 | 0.661 | 99.2 | 0.685 | 102.8 |
| 间二甲苯 | 0.658 | 98.6 | 0.632 | 94.9 | 0.632 | 94.9 | 0.661 | 99.2 |
| 邻二甲苯 | 0.689 | 103.4 | 0.679 | 101.9 | 0.684 | 102.6 | 0.675 | 101.2 |
| 1,3,5-三甲苯 | 0.661 | 99.2 | 0.679 | 101.8 | 0.694 | 104.1 | 0.667 | 100.1 |
| 苯乙烯 | 0.651 | 97.7 | 0.618 | 92.7 | 0.613 | 92.0 | 0.667 | 100.1 |
| 1,2,4-三甲苯 | 0.634 | 95.2 | 0.669 | 100.4 | 0.671 | 100.6 | 0.657 | 98.5 |
| 1,2,3-三甲苯 | 0.633 | 94.9 | 0.661 | 99.1 | 0.668 | 100.2 | 0.644 | 96.6 |
| 高浓度 | 苯 | 3.21 | 96.4 | 3.45 | 103.5 | 3.50 | 104.9 | 3.308 | 99.2 |
| 甲苯 | 3.34 | 100.2 | 3.58 | 107.4 | 3.50 | 105.1 | 3.422 | 102.7 |
| 乙苯 | 3.32 | 99.7 | 3.47 | 104.0 | 3.37 | 101.1 | 3.322 | 99.7 |
| 对二甲苯 | 3.25 | 97.4 | 3.34 | 100.3 | 3.30 | 98.9 | 3.200 | 96.0 |
| 间二甲苯 | 3.22 | 96.6 | 3.27 | 98.0 | 3.36 | 100.9 | 3.381 | 101.4 |
| 邻二甲苯 | 3.09 | 92.8 | 3.33 | 100.0 | 3.22 | 96.7 | 3.080 | 92.4 |
| 1,3,5-三甲苯 | 3.44 | 103.2 | 3.61 | 108.3 | 3.60 | 108.1 | 3.42 | 102.6 |
| 苯乙烯 | 3.02 | 90.5 | 3.19 | 95.8 | 3.36 | 100.8 | 3.263 | 97.9 |
| 1,2,4-三甲苯 | 3.22 | 96.7 | 3.59 | 107.8 | 3.27 | 98.0 | 3.26 | 97.8 |
| 1,2,3-三甲苯 | 3.14 | 94.3 | 3.43 | 103.0 | 3.17 | 95.0 | 3.17 | 95.2 |

由实验结果可知，不同的采样流速对于低浓度的苯系物回收率为92.6%～110.0%；对于中浓度的苯系物回收率为92.0%～118.7%；对于高浓度的苯系物回收率为92.6%～110.0%。已选择0.2L/min、0.5L/min、1.0 L/min和1.5 L/min四种等速采样流速的回收率均满足测试要求，同时结合样品采集依据（5.5.1.1），选择以0.2～1.0L/min的流量采气0.5～2h（废气采样时间5～10min）。

5.5.2 样品保存条件试验

取100μl苯系物标准样品加在活性炭采样管中，以1L/min的流量采集30min样品待测。将采集过三甲苯的活性炭管两端密封，置于4℃低温保存。以第1、2、3、4、7、14天分别取出放置常温后用二硫化碳解吸，计算回收率。结果如表5-4所示。

表5-4 样品保存条件试验

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 1d | 2d | 3d | 4d | 7d | 14d |
| 苯回收率（%） | 97.3 | 98.6 | 95.7 | 94.3 | 92.1 | 87.6 |
| 甲苯回收率（%） | 101.5 | 99.8 | 97.2 | 95.5 | 90.9 | 85.7 |
| 乙苯回收率（%） | 100.9 | 99.6 | 97.5 | 95.5 | 89.5 | 86.1 |
| 对二甲苯回收率（%） | 98.1 | 98.9 | 97.8 | 95.3 | 91.0 | 82.3 |
| 间二甲苯回收率（%） | 97.0 | 95.3 | 96.0 | 93.9 | 90.5 | 85.6 |
| 邻二甲苯回收率（%） | 93.4 | 94.3 | 92.7 | 91.0 | 87.5 | 80.1 |
| 1,3,5-三甲苯回收率（%） | 97.1 | 96.1 | 95.4 | 94.1 | 91.7 | 82.5 |
| 苯乙烯回收率（%） | 90.9 | 91.3 | 88.9 | 86.1 | 83.0 | 73.7 |
| 1,2,4-三甲苯回收率（%） | 93.3 | 94.9 | 94.6 | 93.9 | 90.7 | 79.1 |
| 1,2,3-三甲苯回收率（%） | 93.3 | 93.5 | 94.1 | 93.2 | 88.6 | 77.6 |

由表5-4可见，在第7天后三甲苯的回收率明显减低。故采集好的样品，立即用聚四氟乙烯帽将活性炭采样管的两端密封，避光密闭保存，室温下8h内测定。否则须保存于4℃冰箱中，保存期限为7d。

5.5.3 样品解吸条件试验

一般使用活性炭吸附/二硫化碳解吸作为苯系物常用测试方法，解吸方式分为两种，一种是静置解吸，另一种是超声解吸。本试验分别取0.1μl含三甲苯纯品的苯系物加在活性炭中，以1.0L/min的流量采集30min样品待测。对二硫化碳静置和超声萃取两种解吸方式进行讨论，并选择5、10、20和30分钟的解吸时间条件优化。结果如表5-5所示，静置的萃取方式在30分钟时间以上，回收率为100.8～101.5%。超声萃取在5分钟时，回收率均在99.7%～100.2%，之后回收率随超声时间的增加而降低，并且在超声萃取过程中，活性炭颗粒会形成粉末状浮于二硫化碳中，且不易沉淀，静置一段时间后仍有部分残留，如进行色谱分析，容易堵塞进样针或残留于分析系统中对仪器造成损坏。因此解吸条件选择在室温下静置30min。

表5-5 解吸时间与解吸方式

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 目标化合物 | | 静置5min | | 静置10min | | 静置20min | | 静置30min | |
| 浓度μg/ml | 回收率  % | 浓度μg/ml | 回收率  % | 浓度μg/ml | 回收率  % | 浓度μg/ml | 回收率  % |
| 苯 | 89.03 | 89.0 | 85.41 | 85.4 | 101.78 | 101.8 | 98.78 | 98.8 |
| 甲苯 | 87.56 | 87.6 | 88.69 | 88.7 | 95.48 | 95.5 | 104.9 | 104.9 |
| 乙苯 | 83.48 | 83.5 | 86.99 | 87.0 | 94.88 | 95.9 | 101.7 | 101.7 |
| 对二甲苯 | 91.32 | 91.3 | 93.33 | 93.3 | 97.68 | 97.7 | 97.6 | 97.6 |
| 间二甲苯 | 93.35 | 93.4 | 92.27 | 92.3 | 103.4 | 103.4 | 101.7 | 101.7 |
| 邻二甲苯 | 90.07 | 90.1 | 93.48 | 93.5 | 94.45 | 94.5 | 98.91 | 98.91 |
| 1,3,5-三甲苯 | 78.95 | 91.8 | 80.15 | 93.2 | 83.01 | 96.5 | 87.30 | 101.5 |
| 苯乙烯 | 88.36 | 88.4 | 90.07 | 90.1 | 92.87 | 92.9 | 97.78 | 97.8 |
| 1,2,4-三甲苯 | 78.39 | 89.1 | 82.74 | 94.0 | 86.14 | 97.9 | 88.71 | 100.8 |
| 1,2,3-三甲苯 | 79.78 | 89.3 | 83.57 | 93.9 | 86.14 | 96.8 | 89.98 | 101.1 |
| 目标化合物 | 超声5min | | 超声10min | | 超声20min | | 超声30min | |
| 浓度μg/ml | 回收率  % | 浓度μg/ml | 回收率  % | 浓度μg/ml | 回收率  % | 浓度μg/ml | 回收率  % |
| 苯 | 107.8 | 107.8 | 104.7 | 104.7 | 98.54 | 98.5 | 90.58 | 90.6 |
| 甲苯 | 105.6 | 105.6 | 105.7 | 105.7 | 95.87 | 95.9 | 92.75 | 92.8 |
| 乙苯 | 100.4 | 100.4 | 101.7 | 101.7 | 97.65 | 97.7 | 87.98 | 88.0 |
| 对二甲苯 | 97.5 | 97.5 | 93.73 | 93.7 | 93.91 | 93.9 | 88.11 | 88.1 |
| 间二甲苯 | 96.9 | 96.9 | 93.71 | 93.7 | 92.15 | 92.2 | 91.57 | 91.6 |
| 邻二甲苯 | 101.5 | 101.5 | 97.41 | 97.4 | 95.47 | 95.5 | 89.63 | 89.6 |
| 1,3,5-三甲苯 | 85.78 | 99.7 | 84.25 | 98.0 | 82.79 | 96.3 | 75.90 | 88.3 |
| 苯乙烯 | 94.44 | 94.4 | 92.57 | 92.6 | 93.71 | 93.7 | 85.68 | 85.7 |
| 1,2,4-三甲苯 | 88.15 | 100.2 | 85.91 | 97.6 | 84.20 | 95.7 | 78.31 | 89.0 |
| 1,2,3-三甲苯 | 88.87 | 99.9 | 86.35 | 97.0 | 85.70 | 96.3 | 80.84 | 90.8 |

由表5-5确定样品解析条件：将活性炭采样管中A段和B段取出，分别放入磨口具塞试管中，每个试管中各加入1.00ml二硫化碳（5.3.1）密闭，静置或轻轻震动，在室温下解吸30min后，待测。

5.5.4现场空白样品的采集

将活性炭采样管运输到采样现场，敲开两端后立即用聚四氟乙烯帽密封，并同已采集样品的活性炭管一同存放并带回实验室分析。每次采集样品，至少带一个现场空白样品。

## 5.6 分析步骤

5.6.1试样分析条件

进样口温度150℃；检测器温度250℃；柱温箱温度60℃，保持4.0min，以10℃/min到140℃，保持2 min； 分流进样方式，分流比为5:1。毛细管柱的柱流量为2.0 mL/min，采用恒流模式，载气为氮气，氮气尾吹流量为40mL/min；氢气流量为40mL/min，空气流量为400 mL/min；解吸体积1.0ml，进样量为2.0μL。

5.6.2 校准曲线的绘制

分别取适量的三甲苯标准贮备液(5.3.2)，稀释到1.00ml的二硫化碳（5.3.1）中，配制1，3，5-三甲苯、1，2，4-三甲苯及1，2，3-三甲苯的浓度依次为1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0、100.0μg/ml标准系列。分别取标准系列溶液2.0μl注射到气相色谱仪进样口。根据各目标组分含量和响应值绘制标准曲线，标准曲线见表5-6。

表5-6 三甲苯标准曲线方程与相关系数

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 化合物名称 | 标准曲线方程 | 相关系数 |
| 1,3,5-三甲苯 | Y=4.9651X-0.729371 | r2=0.99994 |
| 1,2,4-三甲苯 | Y=4.99706X-0.873779 | r2=0.99992 |
| 1,2,3-三甲苯 | Y=4.73615X-0.878082 | r2=0.99993 |

由表5-6结果可知，使用毛细管柱-氢火焰离子化检测器测定三甲苯，不同浓度间具有良好的数据相关性，满足实验要求。

5.6.3 测定

取制备好的试样（5.5.4）2.0μl，注射到气相色谱仪中，调整分析条件，（5.6.1），目标组分经色谱柱分离后，由FID进行检测。记录色谱峰的保留时间和响应值。

5.6.3.1 定性分析

根据保留时间定性。

5.6.3.2 定量分析

外标法，根据校准曲线计算目标组分含量。

## 5.7 空白试验

现场空白活性炭采样管与已采样的样品管同批测定，分析步骤同测定（5.6.3）。

## 5.8 干扰试验

结合生产设备或车间内的可能出现的主要干扰物质，在三甲苯的标准液中加入适量二氯甲烷、三氯甲烷、四氯化碳、甲醇、乙二醇、乙腈、乙酸乙酯、丙酮、正己烷纯品，混匀后进行干扰物分析实验，如色谱图5-2。由图可见，经极性DB-FFAP毛细管色谱柱分离，常见实验室溶剂对三甲苯没有明显干扰，色谱分离条件满足测定要求。

1

2

3

4

5

6

7

8

9

10

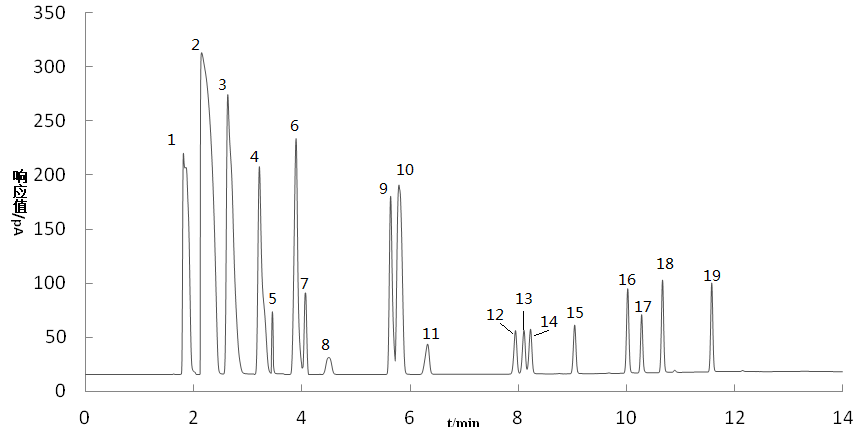
11

12 13 14

15

16 1718

19



1- 正己烷（1.812min）；2- 二硫化碳（2.137min）；3- 丙酮（2.630min）；4- 乙酸乙酯（3.395min）；5- 四氯甲烷和甲醇（3.456min）；6- 乙二醇（3.892min）；7- 二氯甲烷（4.068min）；8- 苯（4.503min）；9- 乙腈（5.796min）；10- 三氯甲烷（5.796min）；11- 甲苯（6.325min）；12- 乙苯（7.851min）；13- 对二甲苯（8.108min）；14- 间二甲苯（8.230min）；15- 邻二甲苯（9.046min）；16- 1,3,5-三甲苯（10.027min）；17- 苯乙烯（10.283min）；18- 1,2,4-三甲苯（10.672min）；19- 1,2,3-三甲苯（11.580min）

图5-2 三甲苯干扰物质的测定

## 5.9 结果计算与表示

气体中目标化合物浓度，按照式（1）进行计算。

 （1）

式中：——气体中被测组分质量浓度，mg/m3；

——由校准曲线计算的样品解吸液的质量浓度，μg/ml；

——由校准曲线计算的现场空白解吸液的质量浓度，μg/ml；

——解吸液体积，ml；

——标准状态下（101.325kPa，273.15K）的采样体积，L。

结果表示：

当测试结果小于0.1mg/m3时，保留到小数点后四位；大于等于0.1mg/ m3时，保留三位有效数字。

## 5.10 方法性能指标

5.10.1方法检出限的确定方法

按照HJ168 附录A中的规定，用浓度为预期方法检出限的2～5倍的样品，按照给定分析方法的全过程进行处理和测定，共进行7次平行测定。方法检出限MDL 计算公式（1）如下：

 （1）

其中： tn ——研究值的99%可信度和采用n-1自由度的估计的标准偏差，7次重复测量时t=3.143；

S ——重复测定7次的标准偏差。

以1.0L·min-1流速，采样时间30min，采样体积为30L。配置浓度为估算的方法检出限值2～5倍的样品进行空白加标实验，样品解吸方法同样品分析过程，平行7次测定。仪器方法检出限、方法检出限和测定下限见表5-7。

表5-7 方法检出限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 浓度为0.0333mg/m3，标况体积为30.0L | | |
| 1,3,5-三甲苯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测 | 1 | 0.0338 | 0.036 | 0.0345 |
| 定 | 2 | 0.0328 | 0.0377 | 0.0352 |
| 结 | 3 | 0.0334 | 0.0364 | 0.0339 |
| 果 | 4 | 0.0317 | 0.0358 | 0.0378 |
| (mg/m3) | 5 | 0.0321 | 0.0364 | 0.0358 |
|  | 6 | 0.033 | 0.0362 | 0.0332 |
|  | 7 | 0.0314 | 0.0382 | 0.0368 |
| 平均值 | | 0.0326 | 0.0367 | 0.0353 |
| (mg/m3) | |
| 标准偏差 | | 0.0009 | 0.0009 | 0.0016 |
| (mg/m3) | |
| t值 | | 3.143 | 3.143 | 3.143 |
| 检出限(mg/m3) | | 2.8×10-3 | 2.9×10-3 | 5.1×10-3 |
| 测定下限(mg/m3) | | 1.1×10-2 | 1.1×10-2 | 2.0×10-2 |
| 注：以4倍检出限作为测定下限。 | | | | |

实验室内三甲苯的方法检出限和检出下限如表5-7所示，三甲苯的方法检出限满足《木质家具制造业大气污染物排放标准（DB 11/1202-2015）》的苯系物无组织排放监控点浓度限值应低于0.2 mg/m3要求。

5.10.2 方法精密度

分别取高、中、低三种浓度三甲苯标准液进行方法精密度试验，按照样品分析的全部步骤，平行测定6组数据，计算其相对标准偏差。实际加标浓度苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、邻二甲苯、邻二甲苯、1,3,5-三甲苯、苯乙烯、1,2,4-三甲苯及1,2,3-三甲苯的浓度依次为0.0333、0.333、3.33 mg/m3，相对标准偏差结果如表5-8所示。

实验室内相对标准偏差：对某一水平浓度的样品在第i个实验室内进行n次平行测定，实验室内各参数指标按如下公式进行计算：

（1）



（2）



（3）



式中：——第i个实验室内对某一浓度水平样品进行的第k次测试结果；

——第i个实验室内对某一浓度水平样品测试的平均值；



——第i个实验室内对某一浓度水平样品测试的标准偏差；



——第i个实验室内对某一浓度水平样品测试的相对标准偏差。



表5-8 方法精密度

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 含量1 | | |
| （浓度为0.0333mg/m3，标况体积为30.0L） | | |
| 1,3,5-三甲苯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
|  | 1 | 0.0338 | 0.036 | 0.0345 |
|  | 2 | 0.0328 | 0.0377 | 0.0352 |
| 测定结果 | 3 | 0.0334 | 0.0364 | 0.0339 |
| （mg/m3） | 4 | 0.0317 | 0.0358 | 0.0378 |
|  | 5 | 0.0321 | 0.0364 | 0.0358 |
|  | 6 | 0.033 | 0.0362 | 0.0332 |
| 平均值 | | 0.0328 | 0.0364 | 0.0351 |
| (mg/m3） | |
| 标准偏差S（mg/m3） | | 0.0008 | 0.0007 | 0.0016 |
| 相对标准偏差RSD | | 2.4 | 1.84 | 4.63 |
| (%) | |
| 平行号 | | 含量2 | | |
| （浓度为0.333mg/m3，标况体积为30.0L） | | |
| 1,3,5-三甲苯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
|  | 1 | 0.339 | 0.316 | 0.322 |
|  | 2 | 0.324 | 0.33 | 0.318 |
| 测定结果 | 3 | 0.317 | 0.332 | 0.315 |
| （mg/m3） | 4 | 0.337 | 0.313 | 0.304 |
|  | 5 | 0.323 | 0.324 | 0.317 |
|  | 6 | 0.313 | 0.304 | 0.302 |
| 平均值 | | 0.3255 | 0.3198 | 0.313 |
| (mg/m3） | |
| 标准偏差S（mg/m3） | | 0.0105 | 0.0108 | 0.0081 |
| 相对标准偏差RSD | | 3.23 | 3.37 | 2.59 |
| (%) | |
| 平行号 | | 含量3 | | |
| （浓度为3.33mg/m3，标况体积为30.0L） | | |
| 1,3,5-三甲苯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
|  | 1 | 3.43 | 3.31 | 3.1 |
|  | 2 | 3.3 | 3.23 | 3.23 |
| 测定结果 | 3 | 3.44 | 3.44 | 3.12 |
| （mg/m3） | 4 | 3.51 | 3.25 | 3.34 |
|  | 5 | 3.45 | 3.33 | 3.25 |
|  | 6 | 3.5 | 3.24 | 3.3 |
| 平均值 | | 3.44 | 3.3 | 3.22 |
| (mg/m3） | |
| 标准偏差S（mg/m3） | | 0.0752 | 0.0795 | 0.0961 |
| 相对标准偏差RSD | | 2.17 | 2.34 | 2.93 |
| (%) | |
| 注1：浓度（含量）1<浓度（含量）2<浓度（含量）3。 | | | | |

本实验室内考察了低、中、高三个浓度三甲苯的方法精密度，低浓度时三甲苯的相对标准偏差在1.84%～4.63%之间，中浓度时三甲苯的相对标准偏差在2.59%～3.37%之间，高浓度时三甲苯的相对标准偏差在2.17%～2.93%之间，满足方法要求。

5.10.3 方法准确度

分别取高、中、低三种浓度三甲苯标准样品进行方法准确度试验，按照样品分析的全部步骤，平行测定7组数据，取其中6组计算其加标回收率。实际加标浓度苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、邻二甲苯、邻二甲苯、1,3,5-三甲苯、苯乙烯、1,2,4-三甲苯及1,2,3-三甲苯的浓度依次为0.0333、0.333、3.33 mg/m3，相对标准偏差结果如表5-9所示。

测定3组含量不同的样品，加标回收率按如下公式进行计算：

 （1）

式中： ——第个实验室对某一浓度（含量）水平标准物质测试的平均值；



——第个实验室对加标样品测试的平均值；



——加标量；



——第个实验室的加标回收率；



表5-9 方法准确度

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | |
| 含量1 | | |
| （浓度为0.0333 mg/m3） | | |
| 1,3,5-三甲苯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (mg/m3） | 1 | 0.0338 | 0.036 | 0.0345 |
| 2 | 0.0328 | 0.0377 | 0.0352 |
| 3 | 0.0334 | 0.0364 | 0.0339 |
| 4 | 0.0317 | 0.0358 | 0.0378 |
| 5 | 0.0321 | 0.0364 | 0.0358 |
| 6 | 0.033 | 0.0362 | 0.0332 |
| 平均值 | | 0.0328 | 0.0364 | 0.0351 |
| ( mg/m3) | |
| 标准样品加标量*μ*（mg/m3） | | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 |
| 加标回收率（%） | | 98.5 | 109.4 | 105.3 |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | |
| 含量2 | | |
| （浓度为0.333 mg/m3） | | |
| 1,3,5-三甲苯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (mg/m3） | 1 | 0.339 | 0.316 | 0.322 |
| 2 | 0.324 | 0.33 | 0.318 |
| 3 | 0.317 | 0.332 | 0.315 |
| 4 | 0.337 | 0.313 | 0.304 |
| 5 | 0.323 | 0.324 | 0.317 |
| 6 | 0.313 | 0.304 | 0.302 |
| 平均值 | | 0.326 | 0.32 | 0.313 |
| ( mg/m3) | |
| 标准样品加标量*μ*（mg/m3） | | 0.333 | 0.333 | 0.333 |
| 加标回收率（%） | | 97.7 | 96 | 94 |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | |
| 含量3 | | |
| （浓度为3.33 mg/m3） | | |
| 1,3,5-三甲苯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (mg/m3） | 1 | 3.3 | 3.23 | 3.23 |
| 2 | 3.44 | 3.44 | 3.12 |
| 3 | 3.51 | 3.25 | 3.34 |
| 4 | 3.45 | 3.33 | 3.25 |
| 5 | 3.5 | 3.24 | 3.3 |
| 6 | 3.3 | 3.23 | 3.23 |
| 平均值 | | 3.44 | 3.3 | 3.22 |
| ( mg/m3) | |
| 标准样品加标量*μ*（mg/m3） | | 3.33 | 3.33 | 3.33 |
| 加标回收率（%） | | 103.3 | 99.1 | 96.8 |

本实验室内考察了低、中、高三个加标浓度的三甲苯的回收率，低浓度时三甲苯的回收率在98.5%～109.4%之间，中浓度时三甲苯的相对标准偏差在94%～97.7%之间，高浓度时三甲苯的相对标准偏差在96.8%～103.3%之间，满足方法要求。

# 6 方法验证

## 6.1 方法验证方案

6.1.1参与方法验证单位及验证人员情况

本方法验证单位通过筛选确定，参与方法验证的实验室有：石景山区环境保护监测站(石景山区古城路8号)、海淀区环境保护监测站（北京市海淀区厂洼街甲８号）、北京科卓检测技术有限公司（北京市通州区环科中路17号15A，101102）、北京中海京诚检测技术有限公司(北京市海淀区永捷北路2号天惠华大厦二层，100095)、北京华测北方检测技术有限公司（北京市经济技术开发区科创十四街99号汇龙森科技园21号楼，101111）、北京市环境保护监测中心，以上实验室分析人员均具有中等以上操作水平和实验室经验，实验设备符合方法要求，在领域和水平上有代表性。

6.1.2方法验证方案

按照技术内容，并依据《环境监测 分析方法标准修订技术导则》（HJ 168-2010）的要求，组织6家有资质的实验室进行验证。根据影响方法的精密度和准确度的主要因素和数学统计学的要求，编制方法验证报告，验证数据主要包括检出限、测定下限、精密度、准确度等。

（1）方法检出限及测定下限验证

各验证实验室选用加入苯系物浓度为0.0333mg/m3（或三甲苯纯品物质，计算当样品采集体积为30L时）的样品作为检出限测定的样品含量，按照样品分析的全部步骤平行测定7次，计算检出限（参照公式6-1）。按照测试检出限结果，结合采样体积，计算方法检出限，以4倍方法检出限作为测定下限。

 （6-1）

式中：MDL——方法检出限；

n——样品的平行测定次数；

t——自由度为n-1，置信度为99%时的t分布（单侧）；

S——n次平行测定的标准偏差。

（2）精密度和准确度验证

各验证实验室自行购置（或有北京市环境保护监测中心发放）苯系物标准物质或纯品物质，分别使用二硫化碳配制苯系物标准使用液。取定量的标准使用液，以1L/min的流量采集30min样品待测。计算理论浓度苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、邻二甲苯、邻二甲苯、1,3,5-三甲苯、苯乙烯、1,2,4-三甲苯及1,2,3-三甲苯的浓度依次为0.0333、0.333、3.33 mg/m3，按照样品分析的全部步骤，平行测定6组数据，计算其相对标准偏差及加标回收率。

## 6.2 方法验证过程

6.2.1方法验证过程

筛选有资质的验证单位，向验证单位提供方法验证作业指导书、标准草案、苯系物标准样品和验证报告格式。验证单位按照方法草案准备试验用品，在规定时间内完成验证试验并编制了方法验证报告及反馈了验证过程中的问题和解决办法等内容，在方法验证过程中，与验证单位进行及时沟通，将方法原理、操作步骤、流程及注意事项进行了详细讲解，以方便参加验证实验的操作人员熟悉和掌握。同时，保证方法验证过程中所用试剂、材料、仪器设备和分析步骤符合相关要求。

6.2.2方法验证结论

（1）方法检出限及测定下限

取6家实验室方法检出限最大值为本方法的检出限。当采样体积为30L时，三甲苯的方法检出限和检出下限如下表6-1。

表6-1 三甲苯的方法检出限和检出下限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 组分 | 方法检出限（mg/m3） | 检出下限（mg/m3） |
| 1,3,5-三甲苯 | 0.005 | 0.020 |
| 1,2,4-三甲苯 | 0.004 | 0.016 |
| 1,2,3-三甲苯 | 0.006 | 0.024 |

（2）精密度

各验证实验室自行购置（或有北京市环境保护监测中心发放）三甲苯标准物质或纯品物质，分别使用二硫化碳配置浓度为中1,3,5-三甲苯、1,2,4-三甲苯及1,2,3-三甲苯的浓度依次为0.0333、0.333、3.33 mg/m3，按照样品分析的全部步骤，平行测定6组数据，计算其标准偏差，结果详见表6-2。

表6-2 三甲苯的方法精密度

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 组分 | 指标 | | |
| 空白加标浓度度/ mg/m3 | 实验室内标准偏差/ mg/m3 | 实验室间标准偏差/  mg/m3 |
| 1,3,5-三甲苯 | 0.0333 | 0.0008～0.0017 | 0.0013 |
| 0.333 | 0.0060～0.0147 | 0.0093 |
| 3.33 | 0.0662～0.1231 | 0.0703 |
| 1,2,4-三甲苯 | 0.0333 | 0.0007～0.0012 | 0.0019 |
| 0.333 | 0.0063～0.0120 | 0.0099 |
| 3.33 | 0.0737～0.1284 | 0.0599 |
| 1,2,3-三甲苯 | 0.0333 | 0.0009～0.0020 | 0.0013 |
| 0.333 | 0.0045～0.0149 | 0.0093 |
| 3.33 | 0.0477～0.1235 | 0.0762 |

（3）准确度

各验证实验室自行购置（或有北京市环境保护监测中心发放）三甲苯标准物质或纯品物质，分别使用二硫化碳配置浓度为中1,3,5-三甲苯、1,2,4-三甲苯及1,2,3-三甲苯的浓度依次为0.0333、0.333、3.33 mg/m3，按照样品分析的全部步骤，平行测定6组数据，计算其加标回收率。6家实验室分别对空白活性炭吸附三甲苯进行3种浓度（0.0333mg/m3、0.333mg/m3、3.33mg/m3）的加标分析测定，实验室间不同浓度三甲苯的加标回收率及加标回收率最终值如表6-3所列。六个实验室对空白活性炭吸附三甲苯进行3种浓度（0.0333mg/m3、0.333mg/m3、3.33mg/m3）的加标分析测定，相对误差最终值范围为-7.03%～18.75%，-10.18%～4.91%，-6.67%～6.52%。加标回收率最终值范围为93.1%～118.7%，89.7%～105.1%，93.5%～106.5%。

表6-3 实验室间三甲苯的加标回收率

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 组分 | 指标 | | |
| 空白加标浓度度/ mg/m3 | 加标回收率/% | 加标回收率最终值/% |
| 1,3,5-三甲苯 | 0.0333 | 96.9~107.9 | 101.1±8.0 |
| 0.333 | 96.9~104.0 | 99.1±5.8 |
| 3.33 | 99.5~104.7 | 102.3±4.2 |
| 1,2,4-三甲苯 | 0.0333 | 97.7~112.8 | 107.7±11.0 |
| 0.333 | 96.0~103.1 | 98.9±6.2 |
| 3.33 | 97.3~102.5 | 100.1±3.6 |
| 1,2,3-三甲苯 | 0.0333 | 98.3~107.2 | 103.9±7.6 |
| 0.333 | 92.6~99.9 | 95.3±5.6 |
| 3.33 | 95.2~101.7 | 97.9±4.4 |

# 7国际或国外标准的引用

本标准是为配合《木质家具制造业大气污染物排放标准》DB11/1202-2015的实施而制定的，标准制定中充分参考了美国、欧盟、ISO等相关标准。主要参考了美国《环境空气 挥发性有机化合物-碳分子筛吸附》EPA Method-2、《大气污染物无组织排放检测技术导则》HJ/T 55-2000；《固定污染源检测质量保证与质量控制技术规范》（试行）HJ/T 373-2007；《固定源废气监测技术规范》HJ/T 397-2007；《木质家具制造业大气污染物排放标准》DB11/1202-2015、《环境空气 苯系物的测定 活性炭吸附二硫化碳解吸-气相色谱法》（HJ584-2010）等标准。

# 8作为强制性标准的建议及理由

本标准为推荐性标准。

# 9强制性标准实施的风险点、风险程度、风险防控措施和预案

无。

# 10贯彻标准的措施建议

为保证本标准的有效实施，建议政府部门制定相应的监管办法，加大对环境空气及固定污染源VOC排放的监管力度，同时加强对排污单位、检测机构等部门标准的宣贯培训。

# 11相关标准及参考文献

[1] 《木质家具制造业大气污染物排放标准》DB11/1202-2015

[2] 《大气污染物无组织排放检测技术导则》HJ/T 55-2000

[3] 《固定污染源检测质量保证与质量控制技术规范》（试行）HJ/T 373-2007

[4] 《固定源废气监测技术规范》HJ/T 397-2007

[5] 《环境空气 苯系物的测定 活性炭吸附二硫化碳解吸-气相色谱法》HJ584-2010

[6] 《环境空气 苯系物的测定 固体吸附/热脱附-气相色谱法》HJ583-2010

[7] 《排放管道中總碳氫化合物及非甲烷總碳氫化合物含量自動檢測方法》NIEA A723.72B

[8] EPA METHOD TO-1 Method for the determination of volatile organic compoundsin ambient air using tenax® adsorption and gas chromatography/mass spectrometry (gc/ms).

[9] EPA METHOD TO-2Method for the determination of volatile organic compounds inambient air by carbon molecular sieve adsorption and gaschromatography/mass spectrometry (gc/ms).

[10] EPA METHOD TO-14A Determination of volatile organiccompounds (vocs) in ambient air usingspecially prepared canisters withsubsequent analysis by gaschromatography.

[11] EPA METHOD TO-15 Determination of volatile organiccompounds (vocs) in air collected inspecially-prepared canisters andanalyzed by gas chromatography/mass spectrometry (gc/ms).

[12] EPA METHOD TO-17 Determination of Volatile OrganicCompounds in Ambient Air Using ActiveSampling Onto Sorbent Tubes.

# 附件1：方法验证方案

**《环境空气和废气 三甲苯的测定 活性炭吸附二硫化碳解吸-气相色谱法》**

**方法验证方案**

按照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》（HJ168-2010）的要求，本方法标准邀请6家以上有资质的实验室进行验证，提供相应的《方法验证报告》。《方法验证报告》需填报实验室基本情况、方法检出限及测定下限、方法精密度、准确度等测试数据。

**1实验室基本情况**

实验室基本情况信息，即根据实验室自身情况填写《参加验证的人员情况登记表》（表1-1）、《使用仪器情况登记表》（表1-2）、《使用试剂及溶剂登记表》（表1-3）。

表1-1参加验证的人员情况登记表

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 单位 | 姓名 | 性别 | 年龄 | 职务或职称 | 所学专业 | 参加分析工作年份 |
|  |  |  |  |  |  |  |  |

表1‑2使用试剂及溶剂登记表

| 验证实验室 | 名称 | 生产厂家、规格 | 纯化处理方法 |
| --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |

**2方法检出限和测定下限**

**2.1 方法检出限的确定**

选取低浓度苯系物标准溶液，以1.0L·min-1流速，采样时间30min，采样体积为30L进行空白加标实验，苯系物标准样品使用1ml二硫化碳解吸，气相色谱定量分析，平行7次测定。



式中：MDL——方法检出限；

n——样品的平行测定次数；

t——自由度为n-1，置信度为99%时分布；

S——n次平行测定的标准偏差。

**2.2 方法测定下限的确定**

以4倍检出限作为测定下限。

**3方法精密度**

各验证单位使用北京市环境保护监测中心统一提供的苯系物标准物质进行测试，对某一水平浓度的样品在第个实验室内进行次平行测定，实验室内相对标准偏差按如下公式进行计算：







式中： ——第个实验室内对某一浓度水平样品进行的第次测试结果；

—— 第个实验室对某一浓度水平样品测试的平均值；

—— 第个实验室对某一浓度水平样品测试的标准偏差；

——第个实验室对某一浓度水平样品测试的相对标准偏差。

**4方法准确度**

各验证单位使用北京市环境保护监测中心统一提供的三种浓度甲烷标准气体进行测试，每种标准气体平行测定8组，取其中6组数据计算其相对误差。

测定3组含量不同的有证标准物质，相对误差按如下公式进行计算：



式中： —— 第个实验室对某一浓度（含量）水平标准物质测试的平均值；

—— 标准物质的浓度（含量）；

——第个实验室对某一浓度（含量）水平标准物质测试的相对误差

**5验证数据填报**

各验证实验室将实验室基本情况、方法检出限及测定下限、方法精密度、准确度等测试数据填入如表1-3~表1-5。

**5.1方法检出限、测定下限测试数据**

表1‑3 方法检出限、测定下限测试数据表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 | 备注 |
| 测  定  结  果  (mg/m3) | 1 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 6 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 7 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 平均值(mg/m3) | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 标准偏差(mg/m3) | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 值 | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 检出限(mg/m3) | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 测定下限(mg/m3) | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 注：*i*为实验室编号。 | | | | | | | | | | | |  |

**5.2方法精密度测试数据**

表1-4 精密度测试数据表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 含量  （浓度为0.0333mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  （mg/m3） | 1 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 6 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 平均值(mg/m3） | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 标准偏差Si（mg/m3） | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 相对标准偏差RSDi  (%) | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

**5.3方法准确度测试数据**

表1-5 准确度测试数据表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为0.0333 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (mg/m3） | 1 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 6 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 平均值( mg/m3) | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 加标回收率（%） | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

# 附件2：方法验证报告

**方法验证报告**

方法名称：环境空气和废气 三甲苯的测定 活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法

项目主编单位：北京市环境保护监测中心

验证单位：北京市海淀区环境保护监测站

北京市石景山区环境保护监测站

北京科卓检测技术有限公司

北京中海京诚检测技术有限公司

北京华测北方检测技术有限公司

北京市环境保护监测中心

项目负责人及职称：常淼 / 高级工程师

通讯地址：北京市海淀区车公庄西路14号

联系电话：010-68459232

报告编写人及职称：常淼 / 高级工程师

报告日期： 2016年12月10日

**1实验室基本情况：**

附表1-1参加验证人员登记表

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 单位 | 姓名 | 性别 | 年龄 | 职务或职称 | 所学专业 | 参加分析工作年份 |
| 1 | 北京市海淀区环境保护监测站 | 乔京 | 男 | 39 | 助理工程师 | 应用化学 | 6年 |
| 芦辰 | 男 | 36 | 高级工程师 | 环境工程 | 13年 |
| 2 | 北京市石景山区环境保护监测站 | 田野 | 男 | 32 | 助理工程师 | 环境工程 | 3年 |
| 周莹 | 女 | 25 | 助理工程师 | 环境工程 | 1年 |
| 3 | 北京科卓检测技术有限公司 | 田征 | 男 | 30 | 环境工程师 | 资源环境与城市管理 | 8年 |
| 王晓兰 | 女 | 29 | 检测员 | 食品营养与检测工程 | 5年 |
| 4 | 北京中海京诚检测技术有限公司 | 王彤 | 女 | 33 | 检测员 | 应用化学 | 8年 |
| 王君杰 | 男 | 34 | 工程师 | 材料科学与工程 | 11年 |
| 5 | 北京华测北方检测技术有限公司 | 陈寅宝 | 男 | 29 | 检测员 | 工业分析与检验 | 6年 |
| 赵焜 | 女 | 27 | 检测员 | 高分子化学与物理 | 1年 |
| 6 | 北京市环境保护监测中心 | 常淼 | 男 | 34 | 高级工程师 | 应用化学 | 12年 |
| 刘保献 | 男 | 33 | 高级工程师 | 环境监测 | 9年 |

附表1-2使用试剂及溶剂登记表

| 验证实验室 | 名称 | 生产厂家、规格 | 纯化处理方法 |
| --- | --- | --- | --- |
| 北京市海淀区环境保护监测站 | 二硫化碳 | TEDIA，色谱纯 | 无 |
| 北京市石景山区环境保护监测站 | 二硫化碳 | TEDIA，色谱纯 | 无 |
| 北京科卓检测技术有限公司 | 二硫化碳 | TEDIA，色谱纯 | 无 |
| 北京中海京诚检测技术有限公司 | 二硫化碳 | Damas-beta，色谱纯 | 无 |
| 北京华测北方检测技术有限公司 | 二硫化碳 | 天津科密欧，色谱纯 | 无 |
| 北京市环境保护监测中心 | 二硫化碳 | TEDIA，色谱纯 | 无 |

**2方法验证数据汇总：**

附表2-1方法检出限检出下限汇总表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验室号 | 化合物名称 | 试样（0.0333mg/m3） | |
| 检出限（mg/m3） | 测定下限（mg/m3） |
| 北京市海淀区环境保护监测站 | 1,3,5-三甲苯 | 0.005 | 0.020 |
| 1,2,4-三甲苯 | 0.004 | 0.016 |
| 1,2,3-三甲苯 | 0.004 | 0.016 |
| 北京市石景山区环境保护监测站 | 1,3,5-三甲苯 | 0.005 | 0.020 |
| 1,2,4-三甲苯 | 0.003 | 0.012 |
| 1,2,3-三甲苯 | 0.003 | 0.012 |
| 北京科卓检测技术有限公司 | 1,3,5-三甲苯 | 0.004 | 0.016 |
| 1,2,4-三甲苯 | 0.003 | 0.012 |
| 1,2,3-三甲苯 | 0.006 | 0.024 |
| 北京中海京诚检测技术有限公司 | 1,3,5-三甲苯 | 0.004 | 0.016 |
| 1,2,4-三甲苯 | 0.003 | 0.012 |
| 1,2,3-三甲苯 | 0.003 | 0.012 |
| 北京华测北方检测技术有限公司 | 1,3,5-三甲苯 | 0.005 | 0.020 |
| 1,2,4-三甲苯 | 0.004 | 0.016 |
| 1,2,3-三甲苯 | 0.005 | 0.020 |
| 北京市环境保护监测中心 | 1,3,5-三甲苯 | 0.003 | 0.012 |
| 1,2,4-三甲苯 | 0.003 | 0.012 |
| 1,2,3-三甲苯 | 0.005 | 0.020 |
| 采样体积（L） | 30 | | |

结论：取6家实验室方法检出限最大值为本方法的检出限。当采样体积为30L时，苯系物的方法检出限和检出下限如附表2-2所列。

附表2-2 苯系物的方法检出限和检出下限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 组分 | 方法检出限/mg/m3 | 检出下限/mg/m3 |
| 1,3,5-三甲苯 | 0.005 | 0.020 |
| 1,2,4-三甲苯 | 0.004 | 0.016 |
| 1,2,3-三甲苯 | 0.006 | 0.024 |

附表2-3方法精密度数据汇总表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室号 | 浓度（0.0333 mg/m3） | | | | | | | | |
| 1,3,5-三甲苯 | | | 1,2,4-三甲苯 | | | 1,2,3-三甲苯 | | |
|  | Si | RSDi % |  | Si | RSDi % |  | Si | RSDi % |
| 1 | 0.0336 | 0.0017 | 5.1 | 0.0376 | 0.0012 | 3.2 | 0.0357 | 0.0012 | 3.4 |
| 2 | 0.033 | 0.0016 | 4.8 | 0.037 | 0.001 | 2.7 | 0.0355 | 0.0009 | 2.5 |
| 3 | 0.0323 | 0.0009 | 2.8 | 0.0367 | 0.0007 | 1.9 | 0.0352 | 0.002 | 5.7 |
| 4 | 0.0359 | 0.0014 | 3.9 | 0.035 | 0.0011 | 3.1 | 0.0333 | 0.0009 | 2.7 |
| 5 | 0.0344 | 0.0015 | 4.4 | 0.0325 | 0.0012 | 3.7 | 0.0327 | 0.0016 | 4.9 |
| 6 | 0.0328 | 0.0008 | 2.4 | 0.0364 | 0.0007 | 1.9 | 0.0351 | 0.0016 | 4.6 |
| 采样体积（L） | 30 | | | 30 | | | 30 | | |
|  | 0.0337 | | | 0.0359 | | | 0.0346 | | |
| （mg/m3） | 0.0013 | | | 0.0019 | | | 0.0013 | | |
| 实验室间相对标准偏差（%） | 3.9 | | | 5.2 | | | 3.6 | | |
| 重复性限r（mg/m3） | 3.8×10-3 | | | 2.8×10-3 | | | 4.0×10-3 | | |
| 再现性限R（mg/m3） | 5.1×10-3 | | | 5.8×10-3 | | | 5.0×10-3 | | |
|  | 1.1 | | | 7.71 | | | 3.84 | | |
|  | 3.97 | | | 5.52 | | | 3.77 | | |
|  | 1.10±7.94 | | | 7.71±11.04 | | | 3.84±7.54 | | |
| 实验室号 | 浓度（0. 333 mg/m3） | | | | | | | | |
| 1,3,5-三甲苯 | | | 1,2,4-三甲苯 | | | 1,2,3-三甲苯 | | |
|  | Si | RSDi % |  | Si | RSDi % |  | Si | RSDi % |
| 1 | 0.323 | 0.006 | 1.8 | 0.324 | 0.0063 | 2 | 0.309 | 0.0045 | 1.5 |
| 2 | 0.323 | 0.0097 | 3 | 0.323 | 0.0074 | 2.3 | 0.32 | 0.0065 | 2 |
| 3 | 0.326 | 0.0096 | 2.9 | 0.326 | 0.0108 | 3.3 | 0.309 | 0.0051 | 1.6 |
| 4 | 0.346 | 0.0103 | 3 | 0.341 | 0.0085 | 2.5 | 0.333 | 0.0096 | 2.9 |
| 5 | 0.337 | 0.0147 | 4.4 | 0.343 | 0.012 | 3.5 | 0.322 | 0.0149 | 4.6 |
| 6 | 0.326 | 0.0105 | 3.2 | 0.3198 | 0.0108 | 3.4 | 0.313 | 0.0081 | 2.6 |
| L | 30 | | | 30 | | | 30 | | |
|  | 0.33 | | | 0.33 | | | 0.318 | | |
| （mg/m3） | 0.0093 | | | 0.0099 | | | 0.0093 | | |
| 实验室间相对标准偏差（%） | 2.8 | | | 3 | | | 2.9 | | |
| 重复性限r（mg/m3） | 2.9×10-2 | | | 2.7×10-2 | | | 2.5×10-2 | | |
| 再现性限R（mg/m3） | 3.8×10-2 | | | 3.7×10-2 | | | 3.4×10-2 | | |
|  | -0.85 | | | -1.06 | | | -4.6 | | |
|  | 2.8 | | | 2.98 | | | 2.79 | | |
|  | -0.85±5.60 | | | -1.06±5.97 | | | -4.60±5.58 | | |
| 实验室号 | 浓度（3.33 mg/m3） | | | | | | | | |
| 1,3,5-三甲苯 | | | 1,2,4-三甲苯 | | | 1,2,3-三甲苯 | | |
|  | Si | RSDi % |  | Si | RSDi % |  | Si | RSDi % |
| 1 | 3.32 | 0.1231 | 3.7 | 3.24 | 0.1075 | 3.3 | 3.17 | 0.1235 | 3.9 |
| 2 | 3.43 | 0.1012 | 3 | 3.32 | 0.0952 | 2.9 | 3.24 | 0.0477 | 1.5 |
| 3 | 3.49 | 0.0848 | 2.4 | 3.36 | 0.1284 | 3.8 | 3.24 | 0.1125 | 3.5 |
| 4 | 3.44 | 0.0662 | 1.9 | 3.41 | 0.0737 | 2.2 | 3.39 | 0.09 | 2.7 |
| 5 | 3.32 | 0.0909 | 2.7 | 3.37 | 0.0853 | 2.5 | 3.3 | 0.0532 | 1.6 |
| 6 | 3.44 | 0.0752 | 2.2 | 3.3 | 0.0795 | 2.4 | 3.22 | 0.0961 | 3 |
| L | 30 | | | 30 | | | 30 | | |
|  | 3.41 | | | 3.33 | | | 3.26 | | |
| （mg/m3） | 0.0703 | | | 0.0599 | | | 0.0762 | | |
| 实验室间相对标准偏差（%） | 2.1 | | | 1.8 | | | 2.3 | | |
| 重复性限r（mg/m3） | 2.6×10-1 | | | 2.7×10-1 | | | 2.6×10-1 | | |
| 再现性限R（mg/m3） | 3.1×10-1 | | | 3.0×10-1 | | | 3.1×10-1 | | |
|  | 2.3 | | | 0.1 | | | -2.1 | | |
|  | 2.11 | | | 1.8 | | | 2.29 | | |
|  | 2.30±4.22 | | | 0.10±3.60 | | | -2.10±4.57 | | |

结论：六个实验室分别对浓度为0.0333 mg/m3、0.333 mg/m3和3.33 mg/m3的同一样品进行测定，实验室内相对标准偏差范围为1.8%～5.6%，1.5%～4.6%，1.5%～3.9%。实验室间相对标准偏差范围分别为3.6%～5.2%，2.8%～3.7%，1.8%～2.3%；重现性限范围分别为2.8×10-3～4.0×10-3mg/m3，2.5×10-2～2.9×10-2 mg/m3，2.6×10-1～2.7×10-1 mg/m3，再现性限范围分别为5.0×10-3～5.8×10-3 mg/m3，3.4×10-2～3.8×10-2 mg/m3，3.0×10-1～3.1×10-1 mg/m3

附表2-4空白样品加标数据汇总表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验室号 | 浓度（0.0333mg/m3，标准体积为30.0L） | | |
| 1,3,5-三甲苯  (/%) | 1,2,4-三甲苯  (/%) | 1,2,3-三甲苯  (/%) |
| 1 | 100.8 | 112.8 | 107.2 |
| 2 | 99.2 | 111.1 | 106.7 |
| 3 | 96.9 | 110.2 | 105.7 |
| 4 | 107.9 | 105.2 | 99.9 |
| 5 | 103.4 | 97.7 | 98.3 |
| 6 | 98.5 | 109.4 | 105.3 |
| /% | 101.1 | 107.7 | 103.9 |
| /% | 4 | 5.5 | 3.8 |
| 加标回收率最终值/% | 101.1±8.0 | 107.7±11.0 | 103.9±7.6 |
| 实验室号 | 浓度（0.333mg/m3，标准体积为30.0L） | | |
| 1,3,5-三甲苯  (/%) | 1,2,4-三甲苯  (/%) | 1,2,3-三甲苯  (/%) |
| 1 | 96.9 | 97.1 | 92.7 |
| 2 | 96.9 | 97.1 | 95.9 |
| 3 | 97.9 | 97.8 | 92.6 |
| 4 | 104 | 102.5 | 99.9 |
| 5 | 101.3 | 103.1 | 96.6 |
| 6 | 97.7 | 96 | 94 |
| /% | 99.1 | 98.9 | 95.3 |
| /% | 2.9 | 3.1 | 2.8 |
| 加标回收率最终值/% | 99.1±5.8 | 98.9±6.2 | 95.3±5.6 |
| 实验室号 | 浓度（3.33mg/m3，标准体积为30.0L） | | |
| 1,3,5-三甲苯  (/%) | 1,2,4-三甲苯  (/%) | 1,2,3-三甲苯  (/%) |
| 1 | 99.8 | 97.3 | 95.2 |
| 2 | 103 | 99.7 | 97.3 |
| 3 | 104.7 | 100.9 | 97.3 |
| 4 | 103.4 | 102.5 | 101.7 |
| 5 | 99.5 | 101.1 | 99 |
| 6 | 103.3 | 99.1 | 96.8 |
| /% | 102.3 | 100.1 | 97.9 |
| /% | 2.1 | 1.8 | 2.2 |
| 加标回收率最终值/% | 102.3±4.2 | 100.1±3.6 | 97.9±4.4 |

六个实验室对空白活性炭吸附三甲苯进行3种浓度（0.0333 mg/m3、0.333 mg/m3、3.33 mg/m3）的加标分析测定，相对误差最终值范围为-7.03%～18.75%，-10.18%～4.91%，-6.67%～6.52%。加标回收率最终值范围为93.1%～118.7%，89.7%～105.1%，93.5%～106.5%。

**3方法验证原始数据**

附表3-1方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 北京市海淀区环境保护监测站

测试日期：2016.10.17-10.31

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 苯（浓度为0.0333mg/m3） | 甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 乙苯（浓度为0.0333mg/m3） | 对二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 间二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 邻二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,3,5-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 苯乙烯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,2,4-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,2,3-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 备注 |
| 测  定  结  果  (mg/m3) | 1 | 0.0387 | 0.0361 | 0.0379 | 0.0336 | 0.0338 | 0.0341 | 0.0327 | 0.0352 | 0.0362 | 0.0337 | 标况体积为30.0L |
| 2 | 0.0348 | 0.0321 | 0.0366 | 0.0339 | 0.0361 | 0.0316 | 0.0348 | 0.0372 | 0.0377 | 0.0346 |
| 3 | 0.0364 | 0.0334 | 0.0352 | 0.033 | 0.0357 | 0.0337 | 0.0361 | 0.0376 | 0.0363 | 0.0366 |
| 4 | 0.0362 | 0.0364 | 0.0338 | 0.0338 | 0.0365 | 0.0352 | 0.0337 | 0.0378 | 0.0391 | 0.0365 |
| 5 | 0.0383 | 0.0313 | 0.0354 | 0.0328 | 0.0364 | 0.0327 | 0.0314 | 0.0374 | 0.0388 | 0.0366 |
| 6 | 0.0371 | 0.0342 | 0.0355 | 0.0306 | 0.0341 | 0.0296 | 0.0327 | 0.0357 | 0.0372 | 0.0361 |
| 7 | 0.0331 | 0.034 | 0.0395 | 0.0322 | 0.0376 | 0.0332 | 0.0344 | 0.0384 | 0.0386 | 0.0358 |
| 平均值(mg/m3) | | 0.0364 | 0.0339 | 0.0363 | 0.0328 | 0.0357 | 0.0329 | 0.0337 | 0.0370 | 0.0377 | 0.0357 |
| 标准偏差(mg/m3) | | 0.0020 | 0.0019 | 0.0019 | 0.0012 | 0.0014 | 0.0018 | 0.0016 | 0.0012 | 0.0012 | 0.0011 |
| 值 | | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 |
| 检出限(mg/m3) | | 6.1×10-3 | 5.9×10-3 | 6.0×10-3 | 3.7×10-3 | 4.3×10-3 | 5.8×10-3 | 4.9×10-3 | 3.7×10-3 | 3.7×10-3 | 3.6×10-3 |
| 测定下限(mg/m3) | | 2.5×10-2 | 2.4×10-2 | 2.4×10-2 | 1.5×10-2 | 1.7×10-2 | 2.3×10-2 | 2.0×10-2 | 1.5×10-2 | 1.5×10-2 | 1.4×10-2 |
| 注：*i*为实验室编号。 | | | | | | | | | | | | |

附表3-2方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 北京市石景山区环境保护监测站

测试日期：2016.10.17-10.31

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 苯（浓度为0.0333mg/m3） | 甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 乙苯（浓度为0.0333mg/m3） | 对二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 间二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 邻二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,3,5-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 苯乙烯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,2,4-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,2,3-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 备注 |
| 测  定  结  果  (mg/m3) | 1 | 0.0331 | 0.034 | 0.0345 | 0.0322 | 0.0376 | 0.0332 | 0.0344 | 0.0384 | 0.0356 | 0.0358 | 标况体积为30.0L |
| 2 | 0.0356 | 0.0333 | 0.0354 | 0.0342 | 0.0393 | 0.0339 | 0.0331 | 0.0362 | 0.0382 | 0.0361 |
| 3 | 0.036 | 0.0322 | 0.0346 | 0.0317 | 0.0382 | 0.0321 | 0.033 | 0.0368 | 0.0369 | 0.0342 |
| 4 | 0.0348 | 0.0321 | 0.0356 | 0.0339 | 0.038 | 0.0316 | 0.0348 | 0.0372 | 0.0377 | 0.0346 |
| 5 | 0.0371 | 0.0342 | 0.0355 | 0.0306 | 0.0341 | 0.0296 | 0.0327 | 0.0357 | 0.0362 | 0.0361 |
| 6 | 0.0383 | 0.0301 | 0.0338 | 0.0311 | 0.0358 | 0.0302 | 0.0302 | 0.0372 | 0.0373 | 0.0364 |
| 7 | 0.0335 | 0.0332 | 0.0357 | 0.0327 | 0.037 | 0.0317 | 0.032 | 0.0366 | 0.0368 | 0.0343 |
| 平均值(mg/m3) | | 0.0355 | 0.0327 | 0.0350 | 0.0323 | 0.0371 | 0.0318 | 0.0329 | 0.0369 | 0.0370 | 0.0354 |
| 标准偏差(mg/m3) | | 0.0019 | 0.0014 | 0.0007 | 0.0014 | 0.0017 | 0.0015 | 0.0015 | 0.0009 | 0.0009 | 0.0010 |
| 值 | | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 |
| 检出限(mg/m3) | | 5.9×10-3 | 4.4×10-3 | 2.3×10-3 | 4.3×10-3 | 5.4×10-3 | 4.8×10-3 | 4.8×10-3 | 2.7×10-3 | 2.8×10-3 | 3.0×10-3 |
| 测定下限(mg/m3) | | 2.4×10-2 | 1.8×10-2 | 9.1×10-3 | 1.7×10-2 | 2.2×10-2 | 1.9×10-2 | 1.9×10-2 | 1.1×10-2 | 1.1×10-2 | 1.2×10-2 |
| 注：*i*为实验室编号。 | | | | | | | | | | | | |

附表3-3方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：北京科卓检测技术有限公司

测试日期：2016.10.17-10.31

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 苯（浓度为0.0333mg/m3） | 甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 乙苯（浓度为0.0333mg/m3） | 对二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 间二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 邻二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,3,5-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 苯乙烯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,2,4-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,2,3-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 备注 |
| 测  定  结  果  (mg/m3) | 1 | 0.0355 | 0.0299 | 0.0352 | 0.0316 | 0.0359 | 0.0317 | 0.032 | 0.0372 | 0.037 | 0.0339 | 标况体积为30.0L |
| 2 | 0.0323 | 0.0341 | 0.0335 | 0.0328 | 0.0406 | 0.0346 | 0.0323 | 0.0345 | 0.0375 | 0.0357 |
| 3 | 0.0343 | 0.0336 | 0.0366 | 0.0304 | 0.0357 | 0.0329 | 0.034 | 0.0362 | 0.036 | 0.0335 |
| 4 | 0.0351 | 0.0338 | 0.035 | 0.0292 | 0.0351 | 0.0313 | 0.0312 | 0.034 | 0.0371 | 0.0389 |
| 5 | 0.0341 | 0.0307 | 0.0362 | 0.0303 | 0.0355 | 0.0321 | 0.0321 | 0.0364 | 0.0357 | 0.0348 |
| 6 | 0.0335 | 0.0332 | 0.0347 | 0.0327 | 0.037 | 0.0317 | 0.032 | 0.0366 | 0.0368 | 0.0343 |
| 7 | 0.0331 | 0.034 | 0.0365 | 0.0322 | 0.0376 | 0.0332 | 0.0344 | 0.0384 | 0.0386 | 0.0358 |
| 平均值(mg/m3) | | 0.0340 | 0.0328 | 0.0354 | 0.0313 | 0.0368 | 0.0325 | 0.0326 | 0.0362 | 0.0370 | 0.0353 |
| 标准偏差(mg/m3) | | 0.0011 | 0.0017 | 0.0011 | 0.0014 | 0.0019 | 0.0012 | 0.0012 | 0.0015 | 0.0010 | 0.0018 |
| 值 | | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 |
| 检出限(mg/m3) | | 3.5×10-3 | 5.4×10-3 | 3.5×10-3 | 4.3×10-3 | 6.0×10-3 | 3.6×10-3 | 3.7×10-3 | 4.8×10-3 | 3.0×10-3 | 5.7×10-3 |
| 测定下限(mg/m3) | | 1.4×10-2 | 2.2×10-2 | 1.4×10-2 | 1.7×10-2 | 2.4×10-2 | 1.5×10-2 | 1.5×10-2 | 1.9×10-2 | 1.2×10-2 | 2.3×10-2 |
| 注：*i*为实验室编号。 | | | | | | | | | | | | |

附表3-4方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 北京中海京诚检测技术有限公司

测试日期：2016.10.17-10.31

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 苯（浓度为0.0333mg/m3） | 甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 乙苯（浓度为0.0333mg/m3） | 对二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 间二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 邻二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,3,5-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 苯乙烯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,2,4-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,2,3-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 备注 |
| 测  定  结  果  (mg/m3) | 1 | 0.0316 | 0.0343 | 0.0369 | 0.0355 | 0.0338 | 0.0369 | 0.0369 | 0.0338 | 0.0357 | 0.0347 | 标况体积为30.0L |
| 2 | 0.0319 | 0.0349 | 0.0361 | 0.0345 | 0.0342 | 0.0375 | 0.0372 | 0.033 | 0.0352 | 0.0329 |
| 3 | 0.0334 | 0.0354 | 0.0354 | 0.0334 | 0.0366 | 0.0352 | 0.0348 | 0.0329 | 0.0336 | 0.0322 |
| 4 | 0.0321 | 0.0333 | 0.038 | 0.0353 | 0.0338 | 0.0367 | 0.037 | 0.034 | 0.0358 | 0.0331 |
| 5 | 0.032 | 0.0326 | 0.0344 | 0.033 | 0.0374 | 0.0337 | 0.0337 | 0.032 | 0.0336 | 0.0329 |
| 6 | 0.0326 | 0.0357 | 0.0375 | 0.0353 | 0.0349 | 0.0364 | 0.0359 | 0.0339 | 0.0362 | 0.0338 |
| 7 | 0.0316 | 0.0339 | 0.0376 | 0.0367 | 0.0357 | 0.0366 | 0.0366 | 0.0339 | 0.0359 | 0.0343 |
| 平均值(mg/m3) | | 0.0322 | 0.0343 | 0.0366 | 0.0348 | 0.0352 | 0.0361 | 0.0360 | 0.0334 | 0.0351 | 0.0334 |
| 标准偏差(mg/m3) | | 0.0006 | 0.0011 | 0.0013 | 0.0013 | 0.0014 | 0.0013 | 0.0013 | 0.0008 | 0.0011 | 0.0009 |
| 值 | | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 |
| 检出限(mg/m3) | | 2.0×10-3 | 3.5×10-3 | 4.1×10-3 | 4.0×10-3 | 4.5×10-3 | 4.0×10-3 | 4.1×10-3 | 2.4×10-3 | 3.4×10-3 | 2.8×10-3 |
| 测定下限(mg/m3) | | 8.0×10-3 | 1.4×10-2 | 1.7×10-2 | 1.6×10-2 | 1.8×10-2 | 1.6×10-2 | 1.7×10-2 | 9.4×10-3 | 1.4×10-2 | 1.1×10-2 |
| 注：*i*为实验室编号。 | | | | | | | | | | | |  |

附表3-5方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：北京华测北方检测技术有限公司

测试日期：2016.10.08-12.11

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 苯（浓度为0.0333mg/m3） | 甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 乙苯（浓度为0.0333mg/m3） | 对二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 间二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 邻二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,3,5-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 苯乙烯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,2,4-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,2,3-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 备注 |
| 测  定  结  果  (mg/m3) | 1 | 0.0351 | 0.0312 | 0.0316 | 0.0342 | 0.0329 | 0.0336 | 0.0346 | 0.0341 | 0.0346 | 0.0322 | 标况体积为30.0L |
| 2 | 0.0321 | 0.0324 | 0.0339 | 0.0331 | 0.0316 | 0.0349 | 0.0352 | 0.0321 | 0.0311 | 0.0314 |
| 3 | 0.0352 | 0.0311 | 0.0314 | 0.0358 | 0.0342 | 0.0326 | 0.0328 | 0.0326 | 0.032 | 0.0351 |
| 4 | 0.0324 | 0.0328 | 0.0337 | 0.0348 | 0.0314 | 0.031 | 0.033 | 0.0335 | 0.0319 | 0.0322 |
| 5 | 0.0319 | 0.0344 | 0.0332 | 0.0316 | 0.0335 | 0.0331 | 0.0342 | 0.0342 | 0.0325 | 0.0342 |
| 6 | 0.0329 | 0.034 | 0.0325 | 0.0341 | 0.0319 | 0.0339 | 0.0367 | 0.0311 | 0.0331 | 0.0313 |
| 7 | 0.0316 | 0.0347 | 0.0341 | 0.0329 | 0.0326 | 0.0346 | 0.0323 | 0.0338 | 0.0337 | 0.0344 |
| 平均值(mg/m3) | | 0.0330 | 0.0329 | 0.0329 | 0.0338 | 0.0326 | 0.0334 | 0.0341 | 0.0331 | 0.0327 | 0.0330 |
| 标准偏差(mg/m3) | | 0.0015 | 0.0015 | 0.0011 | 0.0014 | 0.0010 | 0.0013 | 0.0015 | 0.0012 | 0.0012 | 0.0016 |
| 值 | | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 | 3.143 |
| 检出限(mg/m3) | | 4.7×10-3 | 4.6×10-3 | 3.5×10-3 | 4.3×10-3 | 3.2×10-3 | 4.2×10-3 | 4.9×10-3 | 3.7×10-3 | 3.7×10-3 | 4.9×10-3 |
| 测定下限(mg/m3) | | 1.9×10-2 | 1.9×10-2 | 1.4×10-2 | 1.7×10-2 | 1.3×10-2 | 1.7×10-2 | 2.0×10-2 | 1.5×10-2 | 1.5×10-2 | 2.0×10-2 |
| 注：*i*为实验室编号。 | | | | | | | | | | | | |

附表3-6方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 北京市环境保护监测中心

测试日期：2016.10.17-10.31

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行样品编号 | | 苯（浓度为0.0333mg/m3） | 甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 乙苯（浓度为0.0333mg/m3） | 对二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 间二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 邻二甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,3,5-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 苯乙烯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,2,4-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 1,2,3-三甲苯（浓度为0.0333mg/m3） | 备注 |
| 测  定  结  果  (mg/m3) | 1 | 0.0355 | 0.0319 | 0.0353 | 0.0322 | 0.0377 | 0.0326 | 0.0338 | 0.0354 | 0.036 | 0.0345 | 标况体积为30.0L |
| 2 | 0.0335 | 0.0311 | 0.0358 | 0.0331 | 0.0389 | 0.033 | 0.0328 | 0.0353 | 0.0377 | 0.0352 |
| 3 | 0.0321 | 0.0306 | 0.0376 | 0.0304 | 0.0355 | 0.0338 | 0.0334 | 0.0347 | 0.0364 | 0.0339 |
| 4 | 0.0342 | 0.0338 | 0.0367 | 0.0297 | 0.0363 | 0.0317 | 0.0317 | 0.035 | 0.0358 | 0.0378 |
| 5 | 0.0348 | 0.0337 | 0.0352 | 0.0306 | 0.0375 | 0.0314 | 0.0321 | 0.0367 | 0.0364 | 0.0358 |
| 6 | 0.0341 | 0.0322 | 0.0359 | 0.033 | 0.037 | 0.0329 | 0.033 | 0.0356 | 0.0362 | 0.0332 |
| 7 | 0.0336 | 0.0332 | 0.0378 | 0.0312 | 0.0402 | 0.0342 | 0.0314 | 0.0372 | 0.0382 | 0.0368 |
| 平均值(mg/m3) | | 0.0340 | 0.0324 | 0.0363 | 0.0315 | 0.0376 | 0.0328 | 0.0326 | 0.0357 | 0.0367 | 0.0353 |
| 标准偏差(mg/m3) | | 0.0011 | 0.0013 | 0.0011 | 0.0013 | 0.0016 | 0.0010 | 0.0009 | 0.0009 | 0.0009 | 0.0016 |
| 值 | | 3.413 | 3.413 | 3.413 | 3.413 | 3.413 | 3.413 | 3.413 | 3.413 | 3.413 | 3.413 |
| 检出限(mg/m3) | | 3.4×10-3 | 4.0×10-3 | 3.3×10-3 | 4.2×10-3 | 5.0×10-3 | 3.2×10-3 | 2.8×10-3 | 2.9×10-3 | 2.9×10-3 | 5.1×10-3 |
| 测定下限(mg/m3) | | 1.4×10-2 | 1.6×10-2 | 1.3×10-2 | 1.7×10-2 | 2.0×10-2 | 1.3×10-2 | 1.1×10-2 | 1.1×10-2 | 1.1×10-2 | 2.0×10-2 |
| 注：i为实验室编号。 | | | | | | | | | | | | |

附表3-7精密度测试数据(空白加标样品)

验证单位： 北京市海淀区环境保护监测站

测试日期：2016.10.17-10.31

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 含量1  （浓度为0.0333mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  （mg/m3） | 1 | 0.0387 | 0.0361 | 0.0379 | 0.0336 | 0.0338 | 0.0341 | 0.0327 | 0.0352 | 0.0362 | 0.0337 |
| 2 | 0.0348 | 0.0321 | 0.0366 | 0.0339 | 0.0361 | 0.0316 | 0.0348 | 0.0372 | 0.0377 | 0.0346 |
| 3 | 0.0364 | 0.0334 | 0.0352 | 0.0330 | 0.0357 | 0.0337 | 0.0361 | 0.0376 | 0.0363 | 0.0366 |
| 4 | 0.0362 | 0.0364 | 0.0338 | 0.0338 | 0.0365 | 0.0352 | 0.0337 | 0.0378 | 0.0391 | 0.0365 |
| 5 | 0.0383 | 0.0313 | 0.0354 | 0.0328 | 0.0364 | 0.0327 | 0.0314 | 0.0374 | 0.0388 | 0.0366 |
| 6 | 0.0371 | 0.0342 | 0.0355 | 0.0306 | 0.0341 | 0.0296 | 0.0327 | 0.0357 | 0.0372 | 0.0361 |
| 平均值(mg/m3） | | 0.0369 | 0.0339 | 0.0357 | 0.0330 | 0.0354 | 0.0328 | 0.0336 | 0.0368 | 0.0376 | 0.0357 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0023 | 0.0019 | 0.0014 | 0.0017 | 0.0021 | 0.0018 | 0.0022 | 0.0012 | 0.0012 | 0.0012 |
| 相对标准偏差RSDi  (%) | | 3.9 | 6.1 | 3.9 | 3.7 | 3.3 | 6.1 | 5.0 | 3.0 | 3.3 | 3.5 |
| 平行号 | | 含量2  （浓度为0.333mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  （mg/m3） | 1 | 0.357 | 0.343 | 0.349 | 0.326 | 0.34 | 0.314 | 0.321 | 0.31 | 0.324 | 0.302 |
| 2 | 0.333 | 0.354 | 0.336 | 0.316 | 0.32 | 0.304 | 0.317 | 0.3 | 0.316 | 0.308 |
| 3 | 0.357 | 0.343 | 0.352 | 0.335 | 0.345 | 0.325 | 0.328 | 0.301 | 0.328 | 0.311 |
| 4 | 0.338 | 0.35 | 0.343 | 0.324 | 0.332 | 0.314 | 0.319 | 0.3 | 0.318 | 0.305 |
| 5 | 0.336 | 0.352 | 0.337 | 0.319 | 0.324 | 0.314 | 0.319 | 0.298 | 0.322 | 0.312 |
| 6 | 0.351 | 0.349 | 0.355 | 0.334 | 0.342 | 0.321 | 0.332 | 0.304 | 0.333 | 0.314 |
| 平均值(mg/m3） | | 0.3453 | 0.3485 | 0.3453 | 0.3257 | 0.3338 | 0.3153 | 0.3227 | 0.3022 | 0.3235 | 0.3087 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0109 | 0.0046 | 0.0079 | 0.0077 | 0.0102 | 0.0072 | 0.0060 | 0.0043 | 0.0063 | 0.0045 |
| 相对标准偏差RSDi(%) | | 3.2 | 1.3 | 2.3 | 2.4 | 3.1 | 2.3 | 1.8 | 1.4 | 2.0 | 1.5 |
| 平行号 | | 含量3  （浓度为3.33mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  （mg/m3） | 1 | 3.40 | 3.49 | 3.45 | 3.35 | 3.38 | 3.26 | 3.31 | 3.05 | 3.21 | 3.2 |
| 2 | 3.37 | 3.45 | 3.63 | 3.54 | 3.57 | 3.45 | 3.54 | 3.1 | 3.44 | 3.32 |
| 3 | 3.46 | 3.49 | 3.48 | 3.39 | 3.42 | 3.31 | 3.37 | 3.07 | 3.28 | 3.31 |
| 4 | 3.45 | 3.64 | 3.53 | 3.37 | 3.41 | 3.25 | 3.18 | 3.1 | 3.18 | 3.09 |
| 5 | 3.37 | 3.56 | 3.45 | 3.35 | 3.39 | 3.25 | 3.28 | 2.91 | 3.18 | 3.07 |
| 6 | 3.46 | 3.51 | 3.41 | 3.31 | 3.34 | 3.22 | 3.26 | 3.03 | 3.15 | 3.04 |
| 平均值(mg/m3） | | 3.42 | 3.52 | 3.49 | 3.39 | 3.42 | 3.29 | 3.32 | 3.04 | 3.24 | 3.17 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0436 | 0.0674 | 0.0786 | 0.0804 | 0.0794 | 0.0837 | 0.1231 | 0.0709 | 0.1075 | 0.1235 |
| 相对标准偏差RSDi  (%) | | 1.3 | 1.9 | 2.3 | 2.4 | 2.3 | 2.5 | 3.7 | 2.3 | 3.3 | 3.9 |
| 注1：浓度（含量）1<浓度（含量）2<浓度（含量）3。  注2：i为实验室编号。 | | | | | | | | | | | |

附表3-8精密度测试数据(空白加标样品)

验证单位： 北京市石景山区环境保护监测站

测试日期：2016.10.17-10.31

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 含量1  （浓度为0.0333mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  （mg/m3） | 1 | 0.0331 | 0.0340 | 0.0345 | 0.0322 | 0.0376 | 0.0332 | 0.0344 | 0.0384 | 0.0356 | 0.0358 |
| 2 | 0.0356 | 0.0333 | 0.0354 | 0.0342 | 0.0393 | 0.0339 | 0.0331 | 0.0362 | 0.0382 | 0.0361 |
| 3 | 0.0360 | 0.0322 | 0.0346 | 0.0317 | 0.0382 | 0.0321 | 0.0330 | 0.0368 | 0.0369 | 0.0342 |
| 4 | 0.0348 | 0.0321 | 0.0356 | 0.0339 | 0.0380 | 0.0316 | 0.0348 | 0.0372 | 0.0377 | 0.0346 |
| 5 | 0.0371 | 0.0342 | 0.0355 | 0.0306 | 0.0341 | 0.0296 | 0.0327 | 0.0357 | 0.0362 | 0.0361 |
| 6 | 0.0383 | 0.0301 | 0.0338 | 0.0311 | 0.0358 | 0.0302 | 0.0302 | 0.0372 | 0.0373 | 0.0364 |
| 平均值(mg/m3） | | 0.0358 | 0.0327 | 0.0349 | 0.0323 | 0.0372 | 0.0318 | 0.0330 | 0.0369 | 0.0370 | 0.0355 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0018 | 0.0015 | 0.0007 | 0.0015 | 0.0019 | 0.0017 | 0.0016 | 0.0009 | 0.0010 | 0.0009 |
| 相对标准偏差RSDi  (%) | | 5.0 | 4.7 | 2.1 | 4.6 | 5.1 | 5.2 | 4.9 | 2.5 | 2.6 | 2.6 |
| 平行号 | | 含量2  （浓度为0.333mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  （mg/m3） | 1 | 0.357 | 0.363 | 0.331 | 0.316 | 0.325 | 0.31 | 0.315 | 0.322 | 0.334 | 0.313 |
| 2 | 0.357 | 0.353 | 0.349 | 0.326 | 0.34 | 0.334 | 0.321 | 0.313 | 0.324 | 0.322 |
| 3 | 0.349 | 0.342 | 0.33 | 0.332 | 0.322 | 0.321 | 0.313 | 0.304 | 0.317 | 0.327 |
| 4 | 0.336 | 0.352 | 0.337 | 0.339 | 0.324 | 0.314 | 0.319 | 0.308 | 0.322 | 0.312 |
| 5 | 0.336 | 0.344 | 0.344 | 0.329 | 0.332 | 0.32 | 0.331 | 0.309 | 0.329 | 0.317 |
| 6 | 0.335 | 0.335 | 0.322 | 0.322 | 0.319 | 0.324 | 0.338 | 0.322 | 0.314 | 0.326 |
| 平均值(mg/m3） | | 0.3450 | 0.3482 | 0.3355 | 0.3273 | 0.3270 | 0.3205 | 0.3228 | 0.3130 | 0.3233 | 0.3195 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0106 | 0.0099 | 0.0099 | 0.0080 | 0.0077 | 0.0083 | 0.0097 | 0.0075 | 0.0074 | 0.0065 |
| 相对标准偏差RSDi(%) | | 3.1 | 2.8 | 2.9 | 2.4 | 2.4 | 2.6 | 3.0 | 2.4 | 2.3 | 2.0 |
| 平行号 | | 含量3  （浓度为3.33mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  （mg/m3） | 1 | 3.28 | 3.56 | 3.66 | 3.56 | 3.6 | 3.46 | 3.5 | 3.19 | 3.42 | 3.28 |
| 2 | 3.25 | 3.62 | 3.58 | 3.48 | 3.51 | 3.38 | 3.46 | 3.09 | 3.35 | 3.31 |
| 3 | 3.13 | 3.47 | 3.43 | 3.32 | 3.35 | 3.21 | 3.25 | 3.22 | 3.14 | 3.18 |
| 4 | 3.21 | 3.58 | 3.54 | 3.45 | 3.48 | 3.38 | 3.4 | 3.09 | 3.32 | 3.22 |
| 5 | 3.2 | 3.66 | 3.64 | 3.52 | 3.56 | 3.43 | 3.54 | 3.08 | 3.36 | 3.21 |
| 6 | 3.19 | 3.59 | 3.55 | 3.46 | 3.5 | 3.37 | 3.43 | 3.17 | 3.34 | 3.24 |
| 平均值(mg/m3） | | 3.21 | 3.58 | 3.57 | 3.47 | 3.50 | 3.37 | 3.43 | 3.14 | 3.32 | 3.24 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0518 | 0.0642 | 0.0824 | 0.0819 | 0.0856 | 0.0866 | 0.1012 | 0.0607 | 0.0952 | 0.0477 |
| 相对标准偏差RSDi  (%) | | 1.6 | 1.8 | 2.3 | 2.4 | 2.4 | 2.6 | 3.0 | 1.9 | 2.9 | 1.5 |
| 注1：浓度（含量）1<浓度（含量）2<浓度（含量）3。  注2：i为实验室编号。 | | | | | | | | | | | |

附表3-9精密度测试数据(空白加标样品)

验证单位：北京科卓检测技术有限公司

测试日期：2016.10.17-10.31

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 含量1  （浓度为0.0333mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  （mg/m3） | 1 | 0.0355 | 0.0299 | 0.0352 | 0.0316 | 0.0359 | 0.0317 | 0.0320 | 0.0372 | 0.0370 | 0.0339 |
| 2 | 0.0323 | 0.0341 | 0.0335 | 0.0328 | 0.0366 | 0.0346 | 0.0323 | 0.0345 | 0.0375 | 0.0357 |
| 3 | 0.0343 | 0.0336 | 0.0366 | 0.0304 | 0.0357 | 0.0329 | 0.0340 | 0.0362 | 0.0360 | 0.0335 |
| 4 | 0.0351 | 0.0338 | 0.0350 | 0.0292 | 0.0351 | 0.0313 | 0.0312 | 0.0340 | 0.0371 | 0.0389 |
| 5 | 0.0341 | 0.0307 | 0.0362 | 0.0303 | 0.0355 | 0.0321 | 0.0321 | 0.0364 | 0.0357 | 0.0348 |
| 6 | 0.0335 | 0.0332 | 0.0347 | 0.0327 | 0.0370 | 0.0317 | 0.0320 | 0.0366 | 0.0368 | 0.0343 |
| 平均值(mg/m3） | | 0.0341 | 0.0326 | 0.0352 | 0.0312 | 0.0360 | 0.0324 | 0.0323 | 0.0358 | 0.0367 | 0.0352 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0011 | 0.0018 | 0.0011 | 0.0014 | 0.0007 | 0.0012 | 0.0009 | 0.0013 | 0.0007 | 0.0020 |
| 相对标准偏差RSDi  (%) | | 3.4 | 5.5 | 3.1 | 4.6 | 2.0 | 3.7 | 2.9 | 3.5 | 1.9 | 5.6 |
| 平行号 | | 含量2  （浓度为0.333mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  （mg/m3） | 1 | 0.372 | 0.352 | 0.352 | 0.332 | 0.344 | 0.321 | 0.329 | 0.303 | 0.326 | 0.305 |
| 2 | 0.353 | 0.361 | 0.361 | 0.339 | 0.355 | 0.328 | 0.337 | 0.298 | 0.34 | 0.311 |
| 3 | 0.338 | 0.349 | 0.337 | 0.321 | 0.325 | 0.31 | 0.32 | 0.301 | 0.319 | 0.31 |
| 4 | 0.351 | 0.379 | 0.355 | 0.334 | 0.342 | 0.321 | 0.332 | 0.304 | 0.333 | 0.314 |
| 5 | 0.357 | 0.373 | 0.352 | 0.335 | 0.345 | 0.325 | 0.328 | 0.301 | 0.328 | 0.311 |
| 6 | 0.34 | 0.349 | 0.335 | 0.314 | 0.32 | 0.302 | 0.31 | 0.294 | 0.309 | 0.3 |
| 平均值(mg/m3） | | 0.3518 | 0.3605 | 0.3487 | 0.3292 | 0.3385 | 0.3178 | 0.3260 | 0.3002 | 0.3258 | 0.3085 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0124 | 0.0129 | 0.0104 | 0.0096 | 0.0133 | 0.0099 | 0.0096 | 0.0037 | 0.0108 | 0.0051 |
| 相对标准偏差RSDi(%) | | 3.5 | 3.6 | 3.0 | 2.9 | 3.9 | 3.1 | 2.9 | 1.2 | 3.3 | 1.6 |
| 平行号 | | 含量3  （浓度为3.33mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  （mg/m3） | 1 | 3.35 | 3.52 | 3.39 | 3.26 | 3.31 | 3.16 | 3.34 | 3.04 | 3.12 | 3.04 |
| 2 | 3.28 | 3.56 | 3.66 | 3.56 | 3.60 | 3.46 | 3.50 | 3.19 | 3.42 | 3.28 |
| 3 | 3.20 | 3.66 | 3.64 | 3.52 | 3.56 | 3.43 | 3.54 | 3.28 | 3.36 | 3.21 |
| 4 | 3.35 | 3.51 | 3.69 | 3.54 | 3.58 | 3.52 | 3.56 | 3.16 | 3.48 | 3.36 |
| 5 | 3.19 | 3.59 | 3.55 | 3.46 | 3.50 | 3.37 | 3.43 | 3.07 | 3.34 | 3.24 |
| 6 | 3.37 | 3.65 | 3.63 | 3.54 | 3.57 | 3.45 | 3.54 | 3.10 | 3.44 | 3.32 |
| 平均值(mg/m3） | | 3.29 | 3.58 | 3.59 | 3.48 | 3.52 | 3.40 | 3.49 | 3.14 | 3.36 | 3.24 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0797 | 0.0637 | 0.1100 | 0.1131 | 0.1083 | 0.1264 | 0.0848 | 0.0883 | 0.1284 | 0.1125 |
| 相对标准偏差RSDi  (%) | | 2.4 | 1.8 | 3.1 | 3.3 | 3.1 | 3.7 | 2.4 | 2.8 | 3.8 | 3.5 |
| 注1：浓度（含量）1<浓度（含量）2<浓度（含量）3。  注2：i为实验室编号。 | | | | | | | | | | | |

附表3-10精密度测试数据(空白加标样品)

验证单位： 北京中海京诚检测技术有限公司

测试日期：2016.10.17-10.31

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 含量1  （浓度为0.0333mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  （mg/m3） | 1 | 0.0316 | 0.0343 | 0.0369 | 0.0355 | 0.0338 | 0.0369 | 0.0369 | 0.0338 | 0.0357 | 0.0347 |
| 2 | 0.0319 | 0.0349 | 0.0361 | 0.0345 | 0.0342 | 0.0375 | 0.0372 | 0.0330 | 0.0352 | 0.0329 |
| 3 | 0.0334 | 0.0354 | 0.0354 | 0.0334 | 0.0366 | 0.0352 | 0.0348 | 0.0329 | 0.0336 | 0.0322 |
| 4 | 0.0321 | 0.0333 | 0.0380 | 0.0353 | 0.0338 | 0.0367 | 0.0370 | 0.0340 | 0.0358 | 0.0331 |
| 5 | 0.0320 | 0.0326 | 0.0344 | 0.0330 | 0.0374 | 0.0337 | 0.0337 | 0.0320 | 0.0336 | 0.0329 |
| 6 | 0.0326 | 0.0357 | 0.0375 | 0.0353 | 0.0349 | 0.0364 | 0.0359 | 0.0339 | 0.0362 | 0.0338 |
| 平均值(mg/m3） | | 0.0323 | 0.0344 | 0.0364 | 0.0345 | 0.0351 | 0.0361 | 0.0359 | 0.0333 | 0.0350 | 0.0333 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0006 | 0.0012 | 0.0013 | 0.0011 | 0.0015 | 0.0014 | 0.0014 | 0.0008 | 0.0011 | 0.0009 |
| 相对标准偏差RSDi  (%) | | 2.0 | 3.5 | 3.7 | 3.1 | 4.4 | 3.8 | 3.9 | 2.3 | 3.3 | 2.6 |
| 平行号 | | 含量2  （浓度为0.333mg/m3，标况体积为27.2L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  （mg/m3） | 1 | 0.346 | 0.355 | 0.333 | 0.339 | 0.323 | 0.35 | 0.334 | 0.316 | 0.352 | 0.339 |
| 2 | 0.336 | 0.341 | 0.363 | 0.337 | 0.345 | 0.337 | 0.354 | 0.309 | 0.345 | 0.326 |
| 3 | 0.331 | 0.353 | 0.337 | 0.34 | 0.354 | 0.352 | 0.346 | 0.318 | 0.341 | 0.338 |
| 4 | 0.338 | 0.345 | 0.353 | 0.353 | 0.355 | 0.347 | 0.352 | 0.313 | 0.343 | 0.333 |
| 5 | 0.332 | 0.349 | 0.335 | 0.334 | 0.341 | 0.332 | 0.334 | 0.321 | 0.326 | 0.317 |
| 6 | 0.33 | 0.351 | 0.346 | 0.36 | 0.336 | 0.335 | 0.358 | 0.327 | 0.341 | 0.343 |
| 平均值(mg/m3） | | 0.3355 | 0.3490 | 0.3445 | 0.3438 | 0.3423 | 0.3422 | 0.3463 | 0.3173 | 0.3413 | 0.3327 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0060 | 0.0052 | 0.0118 | 0.0103 | 0.0120 | 0.0085 | 0.0103 | 0.0063 | 0.0085 | 0.0096 |
| 相对标准偏差RSDi(%) | | 1.8 | 1.5 | 3.4 | 3.0 | 3.5 | 2.5 | 3.0 | 2.0 | 2.5 | 2.9 |
| 平行号 | | 含量3  （浓度为3.33mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  （mg/m3） | 1 | 3.27 | 3.41 | 3.41 | 3.33 | 3.38 | 3.27 | 3.55 | 3.28 | 3.37 | 3.27 |
| 2 | 3.29 | 3.34 | 3.33 | 3.43 | 3.39 | 3.49 | 3.47 | 3.13 | 3.36 | 3.37 |
| 3 | 3.22 | 3.58 | 3.36 | 3.34 | 3.48 | 3.55 | 3.36 | 3.26 | 3.4 | 3.44 |
| 4 | 3.2 | 3.44 | 3.5 | 3.46 | 3.39 | 3.46 | 3.45 | 3.13 | 3.51 | 3.33 |
| 5 | 3.33 | 3.51 | 3.31 | 3.45 | 3.53 | 3.46 | 3.44 | 3.39 | 3.5 | 3.53 |
| 6 | 3.40 | 3.46 | 3.46 | 3.39 | 3.42 | 3.5 | 3.39 | 3.17 | 3.34 | 3.38 |
| 平均值(mg/m3） | | 3.29 | 3.46 | 3.40 | 3.40 | 3.43 | 3.46 | 3.44 | 3.23 | 3.41 | 3.39 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0734 | 0.0826 | 0.0750 | 0.0559 | 0.0605 | 0.0965 | 0.0662 | 0.1025 | 0.0737 | 0.0900 |
| 相对标准偏差RSDi  (%) | | 2.2 | 2.4 | 2.2 | 1.6 | 1.8 | 2.8 | 1.9 | 3.2 | 2.2 | 2.7 |
| 注1：浓度（含量）1<浓度（含量）2<浓度（含量）3。  注2：i为实验室编号。 | | | | | | | | | | | |

附表3-11精密度测试数据(空白加标样品)

验证单位：北京华测北方检测技术有限公司

测试日期：2016.10.08-12.11

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 含量1 | | | | | | | | | |
| （浓度为0.0333mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
|  | 1 | 0.0351 | 0.0312 | 0.0316 | 0.0342 | 0.0329 | 0.0336 | 0.0346 | 0.0341 | 0.0346 | 0.0322 |
|  | 2 | 0.0321 | 0.0324 | 0.0339 | 0.0331 | 0.0316 | 0.0349 | 0.0352 | 0.0321 | 0.0311 | 0.0314 |
| 测定结果 | 3 | 0.0352 | 0.0311 | 0.0314 | 0.0358 | 0.0342 | 0.0326 | 0.0328 | 0.0326 | 0.0320 | 0.0351 |
| （mg/m3） | 4 | 0.0324 | 0.0328 | 0.0337 | 0.0348 | 0.0314 | 0.0310 | 0.0330 | 0.0335 | 0.0319 | 0.0322 |
|  | 5 | 0.0319 | 0.0344 | 0.0332 | 0.0316 | 0.0335 | 0.0331 | 0.0342 | 0.0342 | 0.0325 | 0.0342 |
|  | 6 | 0.0329 | 0.0340 | 0.0325 | 0.0341 | 0.0319 | 0.0339 | 0.0367 | 0.0311 | 0.0331 | 0.0313 |
| 平均值(mg/m3） | | 0.0333 | 0.0327 | 0.0327 | 0.0339 | 0.0326 | 0.0332 | 0.0344 | 0.0329 | 0.0325 | 0.0327 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0015 | 0.0014 | 0.0011 | 0.0014 | 0.0011 | 0.0013 | 0.0015 | 0.0012 | 0.0012 | 0.0016 |
| 相对标准偏差RSDi  (%) | | 4.5 | 4.2 | 3.2 | 4.3 | 3.5 | 4.0 | 4.2 | 3.7 | 3.7 | 4.8 |
| 平行号 | | 含量2 | | | | | | | | | |
| （浓度为0.333mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
|  | 1 | 0.328 | 0.324 | 0.329 | 0.328 | 0.322 | 0.342 | 0.349 | 0.344 | 0.349 | 0.31 |
|  | 2 | 0.341 | 0.339 | 0.322 | 0.311 | 0.331 | 0.316 | 0.341 | 0.316 | 0.347 | 0.319 |
| 测定结果 | 3 | 0.328 | 0.348 | 0.314 | 0.329 | 0.305 | 0.328 | 0.344 | 0.324 | 0.361 | 0.314 |
| （mg/m3） | 4 | 0.325 | 0.352 | 0.316 | 0.321 | 0.316 | 0.351 | 0.319 | 0.317 | 0.326 | 0.311 |
|  | 5 | 0.305 | 0.316 | 0.325 | 0.314 | 0.318 | 0.325 | 0.352 | 0.33 | 0.336 | 0.328 |
|  | 6 | 0.312 | 0.348 | 0.349 | 0.311 | 0.314 | 0.316 | 0.319 | 0.327 | 0.341 | 0.349 |
| 平均值(mg/m3） | | 0.3232 | 0.3378 | 0.3258 | 0.3190 | 0.3177 | 0.3297 | 0.3373 | 0.3263 | 0.3433 | 0.3218 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0128 | 0.0147 | 0.0126 | 0.0082 | 0.0086 | 0.0142 | 0.0147 | 0.0103 | 0.0120 | 0.0149 |
| 相对标准偏差RSDi  (%) | | 4.0 | 4.3 | 3.9 | 2.6 | 2.7 | 4.3 | 4.4 | 3.1 | 3.5 | 4.6 |
| 平行号 | | 含量3 | | | | | | | | | |
| （浓度为3.33mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
|  | 1 | 3.34 | 3.32 | 3.41 | 3.19 | 3.29 | 3.16 | 3.41 | 3.38 | 3.41 | 3.36 |
|  | 2 | 3.26 | 3.18 | 3.28 | 3.36 | 3.24 | 3.39 | 3.28 | 3.27 | 3.27 | 3.28 |
| 测定结果 | 3 | 3.28 | 3.42 | 3.26 | 3.27 | 3.31 | 3.28 | 3.39 | 3.31 | 3.49 | 3.28 |
| （mg/m3） | 4 | 3.24 | 3.28 | 3.34 | 3.34 | 3.28 | 3.36 | 3.24 | 3.16 | 3.36 | 3.21 |
|  | 5 | 3.29 | 3.26 | 3.28 | 3.34 | 3.36 | 3.16 | 3.19 | 3.27 | 3.27 | 3.31 |
|  | 6 | 3.19 | 3.34 | 3.29 | 3.29 | 3.39 | 3.27 | 3.38 | 3.26 | 3.39 | 3.34 |
| 平均值(mg/m3） | | 3.27 | 3.30 | 3.31 | 3.30 | 3.31 | 3.27 | 3.32 | 3.28 | 3.37 | 3.30 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0505 | 0.0810 | 0.0559 | 0.0631 | 0.0549 | 0.0967 | 0.0909 | 0.0718 | 0.0853 | 0.0532 |
| 相对标准偏差RSDi  (%) | | 1.5 | 2.5 | 1.7 | 1.9 | 1.7 | 3.0 | 2.7 | 2.2 | 2.5 | 1.6 |
| 注1：浓度（含量）1<浓度（含量）2<浓度（含量）3。  注2：i为实验室编号。 | | | | | | | | | | | |

附表3-12精密度测试数据(空白加标样品)

验证单位： 北京市环境保护监测中心

测试日期：2016.10.17-10.31

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | | 含量1 | | | | | | | | | | |
| 平行号 | | （浓度为0.0333mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | | |
|  | | 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
|  | 1 | 0.0355 | 0.0319 | 0.0353 | 0.0322 | 0.0377 | 0.0326 | 0.0338 | 0.0354 | 0.0360 | 0.0345 |
|  | 2 | 0.0335 | 0.0311 | 0.0358 | 0.0331 | 0.0389 | 0.0330 | 0.0328 | 0.0353 | 0.0377 | 0.0352 |
| 测定结果 | 3 | 0.0321 | 0.0306 | 0.0376 | 0.0304 | 0.0355 | 0.0338 | 0.0334 | 0.0347 | 0.0364 | 0.0339 |
| （mg/m3） | 4 | 0.0342 | 0.0338 | 0.0367 | 0.0297 | 0.0363 | 0.0317 | 0.0317 | 0.0350 | 0.0358 | 0.0378 |
|  | 5 | 0.0348 | 0.0337 | 0.0352 | 0.0306 | 0.0375 | 0.0314 | 0.0321 | 0.0367 | 0.0364 | 0.0358 |
|  | 6 | 0.0341 | 0.0322 | 0.0359 | 0.0330 | 0.0370 | 0.0329 | 0.0330 | 0.0356 | 0.0362 | 0.0332 |
| 平均值(mg/m3） | | 0.0340 | 0.0322 | 0.0361 | 0.0315 | 0.0372 | 0.0326 | 0.0328 | 0.0355 | 0.0364 | 0.0351 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0012 | 0.0013 | 0.0009 | 0.0015 | 0.0012 | 0.0009 | 0.0008 | 0.0007 | 0.0007 | 0.0016 |
| 相对标准偏差RSDi  (%) | | 3.4 | 4.1 | 2.5 | 4.6 | 3.2 | 2.7 | 2.4 | 1.9 | 1.8 | 4.6 |
| 平行号 | | 含量2 | | | | | | | | | |
| （浓度为0.333mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
|  | 1 | 0.349 | 0.358 | 0.365 | 0.343 | 0.344 | 0.312 | 0.339 | 0.321 | 0.316 | 0.322 |
|  | 2 | 0.358 | 0.349 | 0.356 | 0.344 | 0.345 | 0.333 | 0.324 | 0.292 | 0.33 | 0.318 |
| 测定结果 | 3 | 0.335 | 0.348 | 0.344 | 0.324 | 0.332 | 0.31 | 0.317 | 0.308 | 0.332 | 0.315 |
| （mg/m3） | 4 | 0.349 | 0.357 | 0.345 | 0.339 | 0.334 | 0.332 | 0.337 | 0.321 | 0.313 | 0.304 |
|  | 5 | 0.36 | 0.357 | 0.375 | 0.33 | 0.354 | 0.315 | 0.323 | 0.316 | 0.324 | 0.317 |
|  | 6 | 0.345 | 0.355 | 0.344 | 0.318 | 0.323 | 0.322 | 0.313 | 0.309 | 0.304 | 0.302 |
| 平均值(mg/m3） | | 0.3493 | 0.3540 | 0.3548 | 0.3330 | 0.3387 | 0.3207 | 0.3255 | 0.3112 | 0.3198 | 0.3130 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0091 | 0.0044 | 0.0130 | 0.0107 | 0.0111 | 0.0100 | 0.0105 | 0.0109 | 0.0108 | 0.0081 |
| 相对标准偏差RSDi  (%) | | 2.6 | 1.2 | 3.7 | 3.2 | 3.3 | 3.1 | 3.2 | 3.5 | 3.4 | 2.6 |
| 平行号 | | 含量3 | | | | | | | | | |
| （浓度为3.33mg/m3，标况体积为30.0L） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
|  | 1 | 3.31 | 3.45 | 3.44 | 3.33 | 3.43 | 3.22 | 3.43 | 3.10 | 3.31 | 3.10 |
|  | 2 | 3.23 | 3.56 | 3.47 | 3.46 | 3.46 | 3.42 | 3.30 | 3.22 | 3.23 | 3.23 |
| 测定结果 | 3 | 3.28 | 3.37 | 3.56 | 3.55 | 3.46 | 3.24 | 3.44 | 3.04 | 3.44 | 3.12 |
| （mg/m3） | 4 | 3.36 | 3.49 | 3.37 | 3.45 | 3.46 | 3.45 | 3.51 | 3.26 | 3.25 | 3.34 |
|  | 5 | 3.31 | 3.54 | 3.66 | 3.55 | 3.35 | 3.44 | 3.45 | 3.18 | 3.33 | 3.25 |
|  | 6 | 3.32 | 3.45 | 3.46 | 3.35 | 3.47 | 3.45 | 3.50 | 3.10 | 3.24 | 3.30 |
| 平均值(mg/m3） | | 3.30 | 3.48 | 3.49 | 3.45 | 3.44 | 3.37 | 3.44 | 3.15 | 3.30 | 3.22 |
| 标准偏差Si（mg/m3） | | 0.0436 | 0.0692 | 0.1019 | 0.0943 | 0.0454 | 0.1092 | 0.0752 | 0.0837 | 0.0795 | 0.0961 |
| 相对标准偏差RSDi  (%) | | 1.3 | 2.0 | 2.9 | 2.7 | 1.3 | 3.2 | 2.2 | 2.7 | 2.4 | 3.0 |
| 注1：浓度（含量）1<浓度（含量）2<浓度（含量）3。  注2：i为实验室编号。 | | | | | | | | | | | |

附表3-13空白加标回收测试数据

验证单位： 北京市海淀区环境保护监测站

测试日期：2016.10.17-10.31

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为0.0333 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (mg/m3） | 1 | 0.0387 | 0.0361 | 0.0379 | 0.0336 | 0.0338 | 0.0341 | 0.0327 | 0.0352 | 0.0362 | 0.0337 |  |
| 2 | 0.0348 | 0.0321 | 0.0366 | 0.0339 | 0.0361 | 0.0316 | 0.0348 | 0.0372 | 0.0377 | 0.0346 |  |
| 3 | 0.0364 | 0.0334 | 0.0352 | 0.033 | 0.0357 | 0.0337 | 0.0361 | 0.0376 | 0.0363 | 0.0366 |  |
| 4 | 0.0362 | 0.0364 | 0.0338 | 0.0338 | 0.0365 | 0.0352 | 0.0337 | 0.0378 | 0.0391 | 0.0365 |  |
| 5 | 0.0383 | 0.0313 | 0.0354 | 0.0328 | 0.0364 | 0.0327 | 0.0314 | 0.0374 | 0.0388 | 0.0366 |  |
| 6 | 0.0371 | 0.0342 | 0.0355 | 0.0306 | 0.0341 | 0.0296 | 0.0327 | 0.0357 | 0.0372 | 0.0361 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 0.0369 | 0.0339 | 0.0357 | 0.0330 | 0.0354 | 0.0328 | 0.0336 | 0.0368 | 0.0376 | 0.0357 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 |  |
| 加标回收率（%） | | 110.9 | 101.9 | 107.3 | 98.9 | 106.4 | 98.5 | 100.8 | 110.6 | 112.8 | 107.2 |  |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为0.333 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (μg/mL） | 1 | 0.357 | 0.343 | 0.349 | 0.326 | 0.340 | 0.314 | 0.321 | 0.310 | 0.324 | 0.302 |  |
| 2 | 0.333 | 0.354 | 0.336 | 0.316 | 0.32 | 0.304 | 0.317 | 0.300 | 0.316 | 0.308 |  |
| 3 | 0.357 | 0.343 | 0.352 | 0.335 | 0.345 | 0.325 | 0.328 | 0.301 | 0.328 | 0.311 |  |
| 4 | 0.338 | 0.35 | 0.343 | 0.324 | 0.332 | 0.314 | 0.319 | 0.300 | 0.318 | 0.305 |  |
| 5 | 0.336 | 0.352 | 0.337 | 0.319 | 0.324 | 0.314 | 0.319 | 0.298 | 0.322 | 0.312 |  |
| 6 | 0.351 | 0.349 | 0.355 | 0.334 | 0.342 | 0.321 | 0.332 | 0.304 | 0.333 | 0.314 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 0.345 | 0.349 | 0.345 | 0.326 | 0.334 | 0.315 | 0.323 | 0.302 | 0.324 | 0.309 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 |  |
| 加标回收率（%） | | 103.7 | 104.7 | 103.7 | 97.8 | 100.3 | 94.7 | 96.9 | 90.7 | 97.1 | 92.7 |  |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为3.33 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (mg/m3） | 1 | 3.40 | 3.49 | 3.45 | 3.35 | 3.38 | 3.26 | 3.31 | 3.05 | 3.21 | 3.2 |  |
| 2 | 3.37 | 3.45 | 3.63 | 3.54 | 3.57 | 3.45 | 3.54 | 3.10 | 3.44 | 3.32 |  |
| 3 | 3.46 | 3.49 | 3.48 | 3.39 | 3.42 | 3.31 | 3.37 | 3.07 | 3.28 | 3.31 |  |
| 4 | 3.45 | 3.64 | 3.53 | 3.37 | 3.41 | 3.25 | 3.18 | 3.1 | 3.18 | 3.09 |  |
| 5 | 3.37 | 3.56 | 3.45 | 3.35 | 3.39 | 3.25 | 3.28 | 2.91 | 3.18 | 3.07 |  |
| 6 | 3.46 | 3.51 | 3.41 | 3.31 | 3.34 | 3.22 | 3.26 | 3.03 | 3.15 | 3.04 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 3.42 | 3.52 | 3.49 | 3.39 | 3.42 | 3.29 | 3.32 | 3.04 | 3.24 | 3.17 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 |  |
| 加标回收率（%） | | 102.7 | 105.8 | 104.9 | 101.7 | 102.7 | 98.8 | 99.8 | 91.4 | 97.3 | 95.2 |  |
| 注1：浓度（含量）1<浓度（含量）2<浓度（含量）3。  注2：i为实验室编号。 | | | | | | | | | | | | |

附表3-14空白加标回收测试数据

验证单位： 北京市石景山区环境保护监测站

测试日期：2016.10.17-10.31

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为0.0333 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (mg/m3） | 1 | 0.0331 | 0.034 | 0.0345 | 0.0322 | 0.0376 | 0.0332 | 0.0344 | 0.0384 | 0.0356 | 0.0358 |  |
| 2 | 0.0356 | 0.0333 | 0.0354 | 0.0342 | 0.0393 | 0.0339 | 0.0331 | 0.0362 | 0.0382 | 0.0361 |  |
| 3 | 0.036 | 0.0322 | 0.0346 | 0.0317 | 0.0382 | 0.0321 | 0.033 | 0.0368 | 0.0369 | 0.0342 |  |
| 4 | 0.0348 | 0.0321 | 0.0356 | 0.0339 | 0.038 | 0.0316 | 0.0348 | 0.0372 | 0.0377 | 0.0346 |  |
| 5 | 0.0371 | 0.0342 | 0.0355 | 0.0306 | 0.0341 | 0.0296 | 0.0327 | 0.0357 | 0.0362 | 0.0361 |  |
| 6 | 0.0383 | 0.0301 | 0.0338 | 0.0311 | 0.0358 | 0.0302 | 0.0302 | 0.0372 | 0.0373 | 0.0364 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 0.0358 | 0.0327 | 0.0349 | 0.0323 | 0.0372 | 0.0318 | 0.0330 | 0.0369 | 0.0370 | 0.0355 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 |  |
| 加标回收率（%） | | 107.6 | 98.0 | 104.8 | 96.9 | 111.6 | 95.4 | 99.2 | 110.9 | 111.1 | 106.7 |  |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为0.333 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (μg/mL） | 1 | 0.357 | 0.363 | 0.331 | 0.316 | 0.325 | 0.31 | 0.315 | 0.322 | 0.334 | 0.313 |  |
| 2 | 0.357 | 0.353 | 0.349 | 0.326 | 0.340 | 0.334 | 0.321 | 0.313 | 0.324 | 0.322 |  |
| 3 | 0.349 | 0.342 | 0.330 | 0.332 | 0.322 | 0.321 | 0.313 | 0.304 | 0.317 | 0.327 |  |
| 4 | 0.336 | 0.352 | 0.337 | 0.339 | 0.324 | 0.314 | 0.319 | 0.308 | 0.322 | 0.312 |  |
| 5 | 0.336 | 0.344 | 0.344 | 0.329 | 0.332 | 0.32 | 0.331 | 0.309 | 0.329 | 0.317 |  |
| 6 | 0.335 | 0.335 | 0.322 | 0.322 | 0.319 | 0.324 | 0.338 | 0.322 | 0.314 | 0.326 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 0.345 | 0.348 | 0.336 | 0.327 | 0.327 | 0.321 | 0.323 | 0.313 | 0.323 | 0.320 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 |  |
| 加标回收率（%） | | 103.6 | 104.6 | 100.8 | 98.3 | 98.2 | 96.2 | 96.9 | 94.0 | 97.1 | 95.9 |  |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为3.33 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (mg/m3） | 1 | 3.28 | 3.56 | 3.66 | 3.56 | 3.6 | 3.46 | 3.5 | 3.19 | 3.42 | 3.28 |  |
| 2 | 3.25 | 3.62 | 3.58 | 3.48 | 3.51 | 3.38 | 3.46 | 3.09 | 3.35 | 3.31 |  |
| 3 | 3.13 | 3.47 | 3.43 | 3.32 | 3.35 | 3.21 | 3.25 | 3.22 | 3.14 | 3.18 |  |
| 4 | 3.21 | 3.58 | 3.54 | 3.45 | 3.48 | 3.38 | 3.4 | 3.09 | 3.32 | 3.22 |  |
| 5 | 3.2 | 3.66 | 3.64 | 3.52 | 3.56 | 3.43 | 3.54 | 3.08 | 3.36 | 3.21 |  |
| 6 | 3.19 | 3.59 | 3.55 | 3.46 | 3.5 | 3.37 | 3.43 | 3.17 | 3.34 | 3.24 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 3.21 | 3.58 | 3.57 | 3.47 | 3.50 | 3.37 | 3.43 | 3.14 | 3.32 | 3.24 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 |  |
| 加标回收率（%） | | 96.4 | 107.5 | 107.1 | 104.1 | 105.1 | 101.3 | 103.0 | 94.3 | 99.7 | 97.3 |  |
| 注1：浓度（含量）1<浓度（含量）2<浓度（含量）3。  注2：i为实验室编号。 | | | | | | | | | | | | |

附表3-15空白加标回收测试数据

验证单位：北京科卓检测技术有限公司

测试日期：2016.10.17-10.31

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为0.0333 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (mg/m3） | 1 | 0.0355 | 0.0299 | 0.0352 | 0.0316 | 0.0359 | 0.0317 | 0.032 | 0.0372 | 0.037 | 0.0339 |  |
| 2 | 0.0323 | 0.0341 | 0.0335 | 0.0328 | 0.0366 | 0.0346 | 0.0323 | 0.0345 | 0.0375 | 0.0357 |  |
| 3 | 0.0343 | 0.0336 | 0.0366 | 0.0304 | 0.0357 | 0.0329 | 0.034 | 0.0362 | 0.036 | 0.0335 |  |
| 4 | 0.0351 | 0.0338 | 0.035 | 0.0292 | 0.0351 | 0.0313 | 0.0312 | 0.034 | 0.0371 | 0.0389 |  |
| 5 | 0.0341 | 0.0307 | 0.0362 | 0.0303 | 0.0355 | 0.0321 | 0.0321 | 0.0364 | 0.0357 | 0.0348 |  |
| 6 | 0.0335 | 0.0332 | 0.0347 | 0.0327 | 0.037 | 0.0317 | 0.032 | 0.0366 | 0.0368 | 0.0343 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 0.0341 | 0.0326 | 0.0352 | 0.0312 | 0.0360 | 0.0324 | 0.0323 | 0.0358 | 0.0367 | 0.0352 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 |  |
| 加标回收率（%） | | 102.5 | 97.7 | 105.7 | 93.6 | 108.0 | 97.2 | 96.9 | 107.6 | 110.2 | 105.7 |  |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为0.333 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (μg/mL） | 1 | 0.372 | 0.352 | 0.352 | 0.332 | 0.344 | 0.321 | 0.329 | 0.303 | 0.326 | 0.305 |  |
| 2 | 0.353 | 0.361 | 0.361 | 0.339 | 0.355 | 0.328 | 0.337 | 0.298 | 0.340 | 0.311 |  |
| 3 | 0.338 | 0.349 | 0.337 | 0.321 | 0.325 | 0.310 | 0.320 | 0.301 | 0.319 | 0.310 |  |
| 4 | 0.351 | 0.379 | 0.355 | 0.334 | 0.342 | 0.321 | 0.332 | 0.304 | 0.333 | 0.314 |  |
| 5 | 0.357 | 0.373 | 0.352 | 0.335 | 0.345 | 0.325 | 0.328 | 0.301 | 0.328 | 0.311 |  |
| 6 | 0.340 | 0.349 | 0.335 | 0.314 | 0.320 | 0.302 | 0.310 | 0.294 | 0.309 | 0.300 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 0.352 | 0.361 | 0.349 | 0.329 | 0.339 | 0.318 | 0.326 | 0.300 | 0.326 | 0.309 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 |  |
| 加标回收率（%） | | 105.7 | 108.3 | 104.7 | 98.8 | 101.7 | 95.4 | 97.9 | 90.1 | 97.8 | 92.6 |  |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为3.33 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (mg/m3） | 1 | 3.35 | 3.52 | 3.39 | 3.26 | 3.31 | 3.16 | 3.34 | 3.04 | 3.12 | 3.04 |  |
| 2 | 3.28 | 3.56 | 3.66 | 3.56 | 3.60 | 3.46 | 3.50 | 3.19 | 3.42 | 3.28 |  |
| 3 | 3.20 | 3.66 | 3.64 | 3.52 | 3.56 | 3.43 | 3.54 | 3.28 | 3.36 | 3.21 |  |
| 4 | 3.35 | 3.51 | 3.69 | 3.54 | 3.58 | 3.52 | 3.56 | 3.16 | 3.48 | 3.36 |  |
| 5 | 3.19 | 3.59 | 3.55 | 3.46 | 3.50 | 3.37 | 3.43 | 3.07 | 3.34 | 3.24 |  |
| 6 | 3.37 | 3.65 | 3.63 | 3.54 | 3.57 | 3.45 | 3.54 | 3.10 | 3.44 | 3.32 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 3.29 | 3.58 | 3.59 | 3.48 | 3.52 | 3.40 | 3.49 | 3.14 | 3.36 | 3.24 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 |  |
| 加标回收率（%） | | 98.8 | 107.6 | 107.9 | 104.5 | 105.7 | 102.1 | 104.7 | 94.3 | 100.9 | 97.3 |  |
| 注1：浓度（含量）1<浓度（含量）2<浓度（含量）3。  注2：i为实验室编号。 | | | | | | | | | | | | |

附表3-16空白加标回收测试数据

验证单位： 北京中海京诚检测技术有限公司

测试日期：2016.10.17-10.31

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为0.0333 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (mg/m3） | 1 | 0.0316 | 0.0343 | 0.0369 | 0.0355 | 0.0338 | 0.0369 | 0.0369 | 0.0338 | 0.0357 | 0.0347 |  |
| 2 | 0.0319 | 0.0349 | 0.0361 | 0.0345 | 0.0342 | 0.0375 | 0.0372 | 0.0330 | 0.0352 | 0.0329 |  |
| 3 | 0.0334 | 0.0354 | 0.0354 | 0.0334 | 0.0366 | 0.0352 | 0.0348 | 0.0329 | 0.0336 | 0.0322 |  |
| 4 | 0.0321 | 0.0333 | 0.0380 | 0.0353 | 0.0338 | 0.0367 | 0.0370 | 0.0340 | 0.0358 | 0.0331 |  |
| 5 | 0.0320 | 0.0326 | 0.0344 | 0.0330 | 0.0374 | 0.0337 | 0.0337 | 0.0320 | 0.0336 | 0.0329 |  |
| 6 | 0.0326 | 0.0357 | 0.0375 | 0.0353 | 0.0349 | 0.0364 | 0.0359 | 0.0339 | 0.0362 | 0.0338 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 0.0323 | 0.0344 | 0.0364 | 0.0345 | 0.0351 | 0.0361 | 0.0359 | 0.0333 | 0.0350 | 0.0333 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 |  |
| 加标回收率（%） | | 96.9 | 103.2 | 109.3 | 103.6 | 105.5 | 108.3 | 107.9 | 99.9 | 105.2 | 99.9 |  |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为0.333 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (μg/mL） | 1 | 0.346 | 0.355 | 0.333 | 0.339 | 0.323 | 0.350 | 0.334 | 0.316 | 0.352 | 0.339 |  |
| 2 | 0.336 | 0.341 | 0.363 | 0.337 | 0.345 | 0.337 | 0.354 | 0.309 | 0.345 | 0.326 |  |
| 3 | 0.331 | 0.353 | 0.337 | 0.340 | 0.354 | 0.352 | 0.346 | 0.318 | 0.341 | 0.338 |  |
| 4 | 0.338 | 0.345 | 0.353 | 0.353 | 0.355 | 0.347 | 0.352 | 0.313 | 0.343 | 0.333 |  |
| 5 | 0.332 | 0.349 | 0.335 | 0.334 | 0.341 | 0.332 | 0.334 | 0.321 | 0.326 | 0.317 |  |
| 6 | 0.330 | 0.351 | 0.346 | 0.36 | 0.336 | 0.335 | 0.358 | 0.327 | 0.341 | 0.343 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 0.336 | 0.349 | 0.345 | 0.344 | 0.342 | 0.342 | 0.346 | 0.317 | 0.341 | 0.333 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 |  |
| 加标回收率（%） | | 100.8 | 104.8 | 103.5 | 103.3 | 102.8 | 102.8 | 104.0 | 95.3 | 102.5 | 99.9 |  |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为3.33 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (mg/m3） | 1 | 3.27 | 3.41 | 3.41 | 3.33 | 3.38 | 3.27 | 3.55 | 3.28 | 3.37 | 3.27 |  |
| 2 | 3.29 | 3.34 | 3.33 | 3.43 | 3.39 | 3.49 | 3.47 | 3.13 | 3.36 | 3.37 |  |
| 3 | 3.22 | 3.58 | 3.36 | 3.34 | 3.48 | 3.55 | 3.36 | 3.26 | 3.4 | 3.44 |  |
| 4 | 3.2 | 3.44 | 3.5 | 3.46 | 3.39 | 3.46 | 3.45 | 3.13 | 3.51 | 3.33 |  |
| 5 | 3.33 | 3.51 | 3.31 | 3.45 | 3.53 | 3.46 | 3.44 | 3.39 | 3.5 | 3.53 |  |
| 6 | 3.4 | 3.46 | 3.46 | 3.39 | 3.42 | 3.5 | 3.39 | 3.17 | 3.34 | 3.38 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 3.29 | 3.46 | 3.40 | 3.40 | 3.43 | 3.46 | 3.44 | 3.23 | 3.41 | 3.39 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 |  |
| 加标回收率（%） | | 98.6 | 103.8 | 102.0 | 102.1 | 103.1 | 103.8 | 103.4 | 96.9 | 102.5 | 101.7 |  |
| 注1：浓度（含量）1<浓度（含量）2<浓度（含量）3。  注2：i为实验室编号。 | | | | | | | | | | | | |

附表3-17空白加标回收测试数据

验证单位：北京华测北方检测技术有限公司

测试日期：2016.10.08-12.11

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为0.0333 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (mg/m3） | 1 | 0.0351 | 0.0312 | 0.0316 | 0.0342 | 0.0329 | 0.0336 | 0.0346 | 0.0341 | 0.0346 | 0.0322 |  |
| 2 | 0.0321 | 0.0324 | 0.0339 | 0.0331 | 0.0316 | 0.0349 | 0.0352 | 0.0321 | 0.0311 | 0.0314 |  |
| 3 | 0.0352 | 0.0311 | 0.0314 | 0.0358 | 0.0342 | 0.0326 | 0.0328 | 0.0326 | 0.032 | 0.0351 |  |
| 4 | 0.0324 | 0.0328 | 0.0337 | 0.0348 | 0.0314 | 0.0310 | 0.0330 | 0.0335 | 0.0319 | 0.0322 |  |
| 5 | 0.0319 | 0.0344 | 0.0332 | 0.0316 | 0.0335 | 0.0331 | 0.0342 | 0.0342 | 0.0325 | 0.0342 |  |
| 6 | 0.0329 | 0.034 | 0.0325 | 0.0341 | 0.0319 | 0.0339 | 0.0367 | 0.0311 | 0.0331 | 0.0313 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 0.0333 | 0.0327 | 0.0327 | 0.0339 | 0.0326 | 0.0332 | 0.0344 | 0.0329 | 0.0325 | 0.0327 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 |  |
| 加标回收率（%） | | 99.9 | 98.0 | 98.2 | 101.9 | 97.8 | 99.6 | 103.4 | 98.9 | 97.7 | 98.3 |  |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为0.333 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (μg/mL） | 1 | 0.328 | 0.324 | 0.329 | 0.328 | 0.322 | 0.342 | 0.349 | 0.344 | 0.349 | 0.31 |  |
| 2 | 0.341 | 0.339 | 0.322 | 0.311 | 0.331 | 0.316 | 0.341 | 0.316 | 0.347 | 0.319 |  |
| 3 | 0.328 | 0.348 | 0.314 | 0.329 | 0.305 | 0.328 | 0.344 | 0.324 | 0.361 | 0.314 |  |
| 4 | 0.325 | 0.352 | 0.316 | 0.321 | 0.316 | 0.351 | 0.319 | 0.317 | 0.326 | 0.311 |  |
| 5 | 0.305 | 0.316 | 0.325 | 0.314 | 0.318 | 0.325 | 0.352 | 0.330 | 0.336 | 0.328 |  |
| 6 | 0.312 | 0.348 | 0.349 | 0.311 | 0.314 | 0.316 | 0.319 | 0.327 | 0.341 | 0.349 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 0.323 | 0.338 | 0.326 | 0.319 | 0.318 | 0.330 | 0.337 | 0.326 | 0.343 | 0.322 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 |  |
| 加标回收率（%） | | 97.0 | 101.5 | 97.8 | 95.8 | 95.4 | 99.0 | 101.3 | 98.0 | 103.1 | 96.6 |  |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为3.33 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (mg/m3） | 1 | 3.34 | 3.32 | 3.41 | 3.19 | 3.29 | 3.16 | 3.41 | 3.38 | 3.41 | 3.36 |  |
| 2 | 3.26 | 3.18 | 3.28 | 3.36 | 3.24 | 3.39 | 3.28 | 3.27 | 3.27 | 3.28 |  |
| 3 | 3.28 | 3.42 | 3.26 | 3.27 | 3.31 | 3.28 | 3.39 | 3.31 | 3.49 | 3.28 |  |
| 4 | 3.24 | 3.28 | 3.34 | 3.34 | 3.28 | 3.36 | 3.24 | 3.16 | 3.36 | 3.21 |  |
| 5 | 3.29 | 3.26 | 3.28 | 3.34 | 3.36 | 3.16 | 3.19 | 3.27 | 3.27 | 3.31 |  |
| 6 | 3.19 | 3.34 | 3.29 | 3.29 | 3.39 | 3.27 | 3.38 | 3.26 | 3.39 | 3.34 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 3.27 | 3.30 | 3.31 | 3.30 | 3.31 | 3.27 | 3.32 | 3.28 | 3.37 | 3.30 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 |  |
| 加标回收率（%） | | 98.1 | 99.1 | 99.4 | 99.0 | 99.4 | 98.2 | 99.5 | 98.3 | 101.1 | 99.0 |  |
| 注1：浓度（含量）1<浓度（含量）2<浓度（含量）3。  注2：i为实验室编号。 | | | | | | | | | | | | |

附表3-18空白加标回收测试数据

验证单位： 北京市环境保护监测中心

测试日期：2016.10.17-10.31

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为0.0333 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (mg/m3） | 1 | 0.0355 | 0.0319 | 0.0353 | 0.0322 | 0.0377 | 0.0326 | 0.0338 | 0.0354 | 0.036 | 0.0345 |  |
| 2 | 0.0335 | 0.0311 | 0.0358 | 0.0331 | 0.0389 | 0.033 | 0.0328 | 0.0353 | 0.0377 | 0.0352 |  |
| 3 | 0.0321 | 0.0306 | 0.0376 | 0.0304 | 0.0355 | 0.0338 | 0.0334 | 0.0347 | 0.0364 | 0.0339 |  |
| 4 | 0.0342 | 0.0338 | 0.0367 | 0.0297 | 0.0363 | 0.0317 | 0.0317 | 0.035 | 0.0358 | 0.0378 |  |
| 5 | 0.0348 | 0.0337 | 0.0352 | 0.0306 | 0.0375 | 0.0314 | 0.0321 | 0.0367 | 0.0364 | 0.0358 |  |
| 6 | 0.0341 | 0.0322 | 0.0359 | 0.033 | 0.037 | 0.0329 | 0.033 | 0.0356 | 0.0362 | 0.0332 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 0.0340 | 0.0322 | 0.0361 | 0.0315 | 0.0372 | 0.0326 | 0.0328 | 0.0355 | 0.0364 | 0.0351 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 | 0.0333 |  |
| 加标回收率（%） | | 102.2 | 96.7 | 108.4 | 94.6 | 111.6 | 97.8 | 98.5 | 106.5 | 109.4 | 105.3 |  |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为0.333 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (μg/mL） | 1 | 0.349 | 0.358 | 0.365 | 0.343 | 0.344 | 0.312 | 0.339 | 0.321 | 0.316 | 0.322 |  |
| 2 | 0.358 | 0.349 | 0.356 | 0.344 | 0.345 | 0.333 | 0.324 | 0.292 | 0.33 | 0.318 |  |
| 3 | 0.335 | 0.348 | 0.344 | 0.324 | 0.332 | 0.310 | 0.317 | 0.308 | 0.332 | 0.315 |  |
| 4 | 0.349 | 0.357 | 0.345 | 0.339 | 0.334 | 0.332 | 0.337 | 0.321 | 0.313 | 0.304 |  |
| 5 | 0.36 | 0.357 | 0.375 | 0.33 | 0.354 | 0.315 | 0.323 | 0.316 | 0.324 | 0.317 |  |
| 6 | 0.345 | 0.355 | 0.344 | 0.318 | 0.323 | 0.322 | 0.313 | 0.309 | 0.304 | 0.302 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 0.349 | 0.354 | 0.355 | 0.333 | 0.339 | 0.321 | 0.326 | 0.311 | 0.320 | 0.313 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 0.333 |  |
| 加标回收率（%） | | 104.9 | 106.3 | 106.6 | 100.0 | 101.7 | 96.3 | 97.7 | 93.4 | 96.0 | 94.0 |  |
| 平行号 | | 标准样品（空白加标样品） | | | | | | | | | | 备注 |
| 含量  （浓度为3.33 mg/m3） | | | | | | | | | |
| 苯 | 甲苯 | 乙苯 | 对二甲苯 | 间二甲苯 | 邻二甲苯 | 1,3,5-三甲苯 | 苯乙烯 | 1,2,4-三甲苯 | 1,2,3-三甲苯 |
| 测定结果  (mg/m3） | 1 | 3.23 | 3.56 | 3.47 | 3.46 | 3.46 | 3.42 | 3.30 | 3.22 | 3.23 | 3.23 |  |
| 2 | 3.28 | 3.37 | 3.56 | 3.55 | 3.46 | 3.24 | 3.44 | 3.04 | 3.44 | 3.12 |  |
| 3 | 3.36 | 3.49 | 3.37 | 3.45 | 3.46 | 3.45 | 3.51 | 3.26 | 3.25 | 3.34 |  |
| 4 | 3.31 | 3.54 | 3.66 | 3.55 | 3.35 | 3.44 | 3.45 | 3.18 | 3.33 | 3.25 |  |
| 5 | 3.32 | 3.45 | 3.46 | 3.35 | 3.47 | 3.45 | 3.50 | 3.10 | 3.24 | 3.30 |  |
| 6 | 3.23 | 3.56 | 3.47 | 3.46 | 3.46 | 3.42 | 3.30 | 3.22 | 3.23 | 3.23 |  |
| 平均值( mg/m3) | | 3.30 | 3.48 | 3.49 | 3.45 | 3.44 | 3.37 | 3.44 | 3.15 | 3.30 | 3.22 |  |
| 标准样品含量*μ*（mg/m3） | | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 | 3.33 |  |
| 加标回收率（%） | | 99.1 | 104.4 | 104.9 | 103.6 | 103.3 | 101.2 | 103.3 | 94.6 | 99.1 | 96.8 |  |
| 注1：浓度（含量）1<浓度（含量）2<浓度（含量）3。  注2：i为实验室编号。 | | | | | | | | | | | | |